



**HAL**  
open science

# Approche multi-échelle du vieillissement et du comportement cyclique dans le tantale

Damien Colas

► **To cite this version:**

Damien Colas. Approche multi-échelle du vieillissement et du comportement cyclique dans le tantale. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013. Français. NNT : 2013ENMP0047 . pastel-00957882

**HAL Id: pastel-00957882**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00957882>**

Submitted on 11 Mar 2014

**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 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des Mines de Paris**

**Spécialité « Science et Génie des Matériaux »**

*présentée et soutenue publiquement*

**Damien COLAS**

le 8 novembre 2013

**Approche multi-échelles du vieillissement et du comportement  
mécanique cyclique du tantale.**

**Multiscale approach of aging and cyclic behaviour of tantalum.**

Directeurs de thèse : **Samuel FOREST**

**Éric FINOT**

Co-encadrements de thèse : **Sylvain FLOURIOT**

**Matthieu MAZIÈRE**

**Thomas PARIS**

M. Philippe PILVIN, Professeur, Université de Bretagne-Sud	Président
Mme Véronique DOQUET, Directrice de recherches, LMS, Palaiseau	Rapporteur
M. Mikhail LEBEDKIN, Directeur de recherches, LEM3, Université de Lorraine	Rapporteur
M. Nicolas SAINTIER, Maître de Conférences HdR, I2M, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Samuel FOREST, Directeur de recherches, CdM, Mines ParisTech	Directeur de thèse
M. Éric FINOT, Professeur, ICB, Université de Bourgogne	Directeur de thèse
M. Sylvain FLOURIOT, Ingénieur de recherches, CEA Valduc	Co-encadrant
M. Matthieu MAZIÈRE, Attaché de recherche, CdM, Mines ParisTech	Co-encadrant
M. Thomas PARIS, Ingénieur de recherches, CEA Valduc	Invité

**MINES ParisTech**  
**Centre des Matériaux, UMR CNRS 7633**  
BP87, 91003 Evry Cedex , France

**T  
H  
È  
S  
E**



# Remerciements

Ce travail de thèse est le fruit d'une collaboration entre le Commissariat à l'Énergie Atomique de Valduc, l'Université de Bourgogne et les Mines de Paris. Cette situation multi-pôles m'a permis de profiter à la fois des plaisirs de la campagne et de ceux de la vie parisienne. Mais grâce à cette étroite collaboration, j'ai surtout eu le privilège de côtoyer des personnes exceptionnelles, qui m'ont non seulement permis de réaliser ce travail, mais également transmis leur savoir, leurs passions... Finalement dans ce travail de thèse et dans ce que j'en retire, il y a un peu de chaque personne que j'ai approchée, de près ou de loin au cours de ces trois ans.

Mes premières pensées vont vers Samuel Forest, qui a su diriger cette thèse de main de maître. Toujours à l'écoute, débordant d'idées, enjoué et enthousiaste, il a été à la fois un moteur et un régulateur de cette aventure. Je le remercie pour sa confiance, sa patience et pour m'avoir transmis un peu de sa science. C'est un honneur que d'avoir pu parcourir ces trois années dans son sillage.

Merci également à Éric Finot, qui a su m'aiguiller dans les moments difficiles et a permis un travail fructueux et efficace dans les murs de l'Université de Bourgogne. Nos discussions, son expérience et ses conseils ont permis de tirer le meilleur de cette étude.

Je tiens également à remercier membres du jury d'avoir accepté de se pencher sur ce manuscrit, en particulier merci à Véronique Doquet et Mikhail Lebedkin d'avoir accepté de rapporter sur ces travaux dans un délai record. Merci également à Philippe Pilvin d'avoir accepté de présider mon jury de thèse. Merci à Nicolas Saintier pour notre collaboration tout au long de la thèse, s'achevant ici en prenant naturellement part à mon jury.

Je souhaite remercier Matthieu, pour sa disponibilité, son pragmatisme et sa franchise. Il a été d'une aide précieuse pour me lancer sur les rails chaotiques de ZeBuLoN; ainsi qu'un élément apaisant dans le stress de la rédaction.

Ma reconnaissance va à mes encadrants CEA, Sylvain et Thomas, leur expertise a permis d'élever ces travaux à un niveau supérieur. Les deux compères m'ont pris sous leur aile pour mon stage de fin d'étude, et on sû m'insuffler la volonté de faire cette thèse.

Merci à toi Sylvain, mon merveilleux collègue, de m'avoir supporté avec mon humeur aussi changeante que la météo bretonne. Merci pour ton encadrement, ta pédagogie, ton expertise, ta patience.

Merci Thomas, de m'avoir aidé en toutes circonstances, soutenu, poussé. Merci pour ton écoute, pour ces heures de bureau, de route et de courses à tes côtés (enfin... derrière en course quand même). "L'homme ténébreux" que tu étais lors de mon stage a peu à peu laissé place à ce que je considère comme un ami. Notre traversée de la Corse sur le GR20 est un des moments forts de cette thèse. Comme tu me l'as conseillé, je tâcherai de *garder le fil de la merveille*.

J'adresse en particulier mes remerciements à tous les membres de ce village gaulois résistant à l'envahisseur qu'est le 057 : DD, Vince, Tof,  $\Phi\Phi$ , Gilles F.; ainsi que les "historiques" : Gilles R., Steph, Gaël, et les autres, qui m'ont donné envie de faire cette thèse. Leur bonne humeur, leur savoir et leur intérêt pour le dandy que je suis ont été des éléments décisifs pour mener ce

travail à son terme. Merci les loulous ! Votre *Ready Made - "Sans (100 ?) Boîtes"* reste un des moments forts de l'Art de ces dernières années.

Un grand merci au groupe VAL pour m'avoir guidé dans les méandres de ZeBuLoN ; merci Greg et Olivier pour leur disponibilité, notamment dans la mise en place de la machine de calcul du CEA ; merci à Odile, aussi rapide que l'éclair pour trouver des articles. J'aimerais exprimer ma gratitude à Frédéric pour sa disponibilité (quasiment 24h/24!) et ses connaissances, qui ont permis de échanges tout à fait passionnants, et de savourer le plaisir rare de jouer de la guitare pendant une acquisition EBSD!!! Merci à Yvon pour son expertise et sa disponibilité dans la réalisation on ne peut plus pointue des matrices de plots. La simplicité apparente de ces opérations ne fait que mieux révéler sa grande compétence.

Merci aux thésards d'hier et d'aujourd'hui : Rémi, Anthony, Antonin, Justin, Yoann, Jia, Arina, Harry, Victor, Aurélien, Bogdan, Raphaël, HA, Guillaume pour votre aide, vos conseils, les discussions que nous avons eues... Une pensée spéciale pour Papy Christophe et Damieng. Tant d'heures, tant de repas passés ensemble, à discuter, à débattre, à rire (surtout), de tout et de rien... tout ce qui a rendu cette thèse si épanouissante. Merci à mes potes de l'UTC : Hugo, Tom, Shopi, Nono, Dadou, Bubou, Mama, Cécile, Daminou, Brice -Pitoum- (même si t'es pas de l'UTC, ça va...); qui malgré nos désaccords, l'éloignement, ont toujours été là, permettant de prendre le recul nécessaire pour ne pas sombrer dans le folie (rien que ça!).

Je termine par une tendre pensée à mes parents. Merci pour votre soutien indéfectible, votre implication voire votre passion pour un sujet si éloigné de vos préoccupations. Merci à toi Gaétan pour m'avoir offert à la demande un refuge à la montagne (et pas n'importe laquelle) pour me ressourcer quand la tension devenait insoutenable. Mon humeur changeante y a tant de fois trouvé l'apaisement, le repos. Ta détermination et ton ardeur au travail sont des exemples édifiants, de vrais modèles pour le petit *geek* aux doigts fragiles que je suis. Merci Clément pour avoir su canaliser mes pulsions vers des instruments à 6 cordes. Merci pour tes enseignements, ton temps offert sans compter, nos échanges, tes leçons, pour ton talent inégalable... *Tu étais la condition, sine qua non, de ma raison.* Merci Jean-Charles pour les heures passées en vélo ou à courir, à discuter de tout et de rien, à se sentir vivants, entiers, gamins... nos voyages, nos fous rires, nos engueulades... Merci mon filou, en espérant la route encore longue avec toi.

Merci à ma famille pour leur soutien durant ces trois années et même plus ; en particulier d'être venus si nombreux pour assister à ma soutenance : ce fut la plus belle des récompenses. Merci à papy Michel qui a su partager dès mon plus jeune âge sa passion pour les sciences, l'éveil et l'interrogation continue. Tu es certainement la source la plus primitive de cette thèse, la page zéro, la première pierre qui soutient l'édifice.

Merci également à Jimi, Éric, John, Stevie, Lou, Jim, David, Rory, John, Buddy, B.B., Freddie, Albert, Chuck, Jimmy, Jeff, Carlos, Hank, Bruce, Frank, Mark, Jack, Chet, Muddy, Robert, Dan, -M-, Django, Stochelo, Gary, Robby, Tommy, Roy, Lindsey, Ruben et tant d'autres. Ils sauront pourquoi.

Enfin, merci à Meriem, pour ta patience, ton amour, ton soutien, ta tolérance, ton ouverture d'esprit, tous ces voyages que nous avons faits et pour tout ceux à venir. C'est grâce à cette thèse que nos chemins se sont rencontrés, j'espère avoir la chance de poursuivre encore longtemps cette aventure.

# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>9</b>
<b>1 Revue bibliographique</b>	<b>13</b>
1.1 Généralités sur le tantale . . . . .	13
1.2 Tantale monocristallin . . . . .	14
1.2.1 Activation des systèmes de glissement . . . . .	14
1.2.2 Structure de cœur des dislocations . . . . .	17
1.2.3 Activation thermique de la déformation . . . . .	18
1.2.4 Étude du comportement mécanique du tantale monocristallin . . . . .	19
1.3 Comportement mécanique du tantale polycristallin . . . . .	24
1.3.1 Influence de la température . . . . .	25
1.3.2 Influence de la vitesse de sollicitation . . . . .	26
1.3.3 Influence de la pureté du matériau . . . . .	27
1.3.4 Influence de la direction de laminage - effet de texture . . . . .	31
1.3.5 Asymétrie de comportement . . . . .	33
1.4 Étude des mécanismes de localisation de la déformation . . . . .	35
1.4.1 Domaines d'existence des anomalies de comportement plastique . . . . .	35
1.4.2 Aspects microscopiques des anomalies de comportement plastique . . . . .	40
1.5 Comportement mécanique en fatigue . . . . .	42
1.5.1 Définitions . . . . .	43
1.5.2 Amorçage de fissures intergranulaires . . . . .	45
1.5.3 Amorçage de fissures transgranulaires . . . . .	46
1.5.4 Rupture mixte . . . . .	49
<b>2 Description macroscopique du vieillissement</b>	<b>53</b>
2.1 Mise en évidence expérimentale . . . . .	53
2.1.1 Réponse mécanique à température ambiante . . . . .	53
2.1.2 Mesures de thermographie infrarouge - mesure du champ thermique en surface . . . . .	57
2.1.3 Observations au microscope électronique à balayage de l'apparition de lignes de glissement . . . . .	60
2.2 Formulation du modèle et identification des paramètres . . . . .	63
2.2.1 Modèle phénoménologique prenant en compte le vieillissement statique . . . . .	63
2.2.2 Application au cas de la traction simple . . . . .	64
2.2.3 Résultats de l'identification . . . . .	66
2.3 Discussion . . . . .	68
2.3.1 Effet des paramètres de viscosité sur la localisation de la déformation . . . . .	68
2.3.2 Effet du désalignement de l'éprouvette sur la localisation de la déformation . . . . .	72
2.3.3 Calcul de la dissipation plastique . . . . .	74

<b>3</b>	<b>Approche polycristalline du vieillissement</b>	<b>77</b>
3.1	Modèle de plasticité cristalline . . . . .	77
3.1.1	Loi monocristalline . . . . .	77
3.1.2	Identification . . . . .	81
3.2	Étude de la microstructure . . . . .	82
3.2.1	Principe de fonctionnement des moyens expérimentaux utilisés . . . . .	82
3.2.2	Images de la microstructure du matériau d'étude . . . . .	84
3.2.3	Texture du matériau d'étude : clichés de diffraction des électrons rétro-diffusés . . . . .	85
3.3	Mesures des champs de déformation de surface . . . . .	87
3.3.1	Principe de la corrélation d'images . . . . .	88
3.3.2	Champs de déformation calculés à partir d'un motif aléatoire . . . . .	91
3.3.3	Champs de déformation calculés à partir d'un motif régulier . . . . .	94
3.4	Discussion . . . . .	107
3.4.1	Influence de la prise en compte du vieillissement . . . . .	107
3.4.2	Comparaison des champs de déformation locaux entre simulation et expérience . . . . .	111
3.4.3	Étude de l'influence des paramètres de viscosité . . . . .	118
3.5	Essai de fatigue à contrainte imposée . . . . .	121
3.5.1	Constat expérimental . . . . .	121
3.5.2	Simulation polycristalline à faible niveau de contrainte . . . . .	125
3.5.3	Simulation polycristalline à fort niveau de contrainte . . . . .	127
<b>4</b>	<b>Étude du comportement en fatigue</b>	<b>135</b>
4.1	Essai de fatigue interrompu . . . . .	135
4.1.1	Présentation de l'essai . . . . .	135
4.1.2	Réponse macroscopique . . . . .	136
4.1.3	Évolution de la surface de l'échantillon . . . . .	136
4.1.4	Informations issues des cartes EBSD . . . . .	139
4.1.5	Champs de déformation mesurés par corrélation d'images . . . . .	146
4.1.6	Étude statistique des champs de déformation . . . . .	146
4.2	Étude d'un agrégat semi-périodique soumis à une sollicitation cyclique . . . . .	150
4.2.1	Réponse macroscopique de l'agrégat polycristallin soumis à un chargement cyclique . . . . .	151
4.2.2	Étude des champs de déformation à la surface de l'agrégat . . . . .	151
4.2.3	Évolution de la déformation équivalente . . . . .	155
4.2.4	Évolution du glissement total . . . . .	156
4.2.5	Étude locale de certains nœuds . . . . .	156
4.2.6	Étude du phénomène de rochet local . . . . .	162
4.2.7	Comparaison des champs de surface avec la réponse dans le volume . . . . .	164
4.3	Confrontation des champs simulés et issus de l'expérience . . . . .	172
4.3.1	Évolution des statistiques de déformation . . . . .	172
4.3.2	Évolution de la rugosité en surface . . . . .	174
4.4	Élaboration d'un critère de fatigue . . . . .	176
4.4.1	Étude de la surface après 5000 cycles . . . . .	176
4.4.2	Critères de fatigue existants . . . . .	178
4.4.3	Critère proposé . . . . .	180
	<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>185</b>

<b>A</b>	<b>Construction des matrices de déformation</b>	<b>203</b>
A.1	Paramètres des matrices de jauges . . . . .	203
A.2	Processus d'élaboration des jauges de déformation . . . . .	203
A.2.1	Préparation du substrat . . . . .	204
A.2.2	Dépôt de la résine . . . . .	204
A.2.3	Lithographie électronique . . . . .	205
A.2.4	Dissolution de la résine insolée . . . . .	205
A.2.5	Métallisation . . . . .	205
A.2.6	Développement . . . . .	205
A.3	Allure des matrices de plots . . . . .	206
A.4	Construction des cartes de déformation . . . . .	206
A.5	Calcul des déformations . . . . .	207
A.5.1	Méthodes implémentées . . . . .	207
A.5.2	Comparatif des méthodes pour 1.8% de déformation macroscopique . . . . .	208
<b>B</b>	<b>Génération des microstructures</b>	<b>211</b>
B.1	Microstructures synthétiques . . . . .	211
B.1.1	Génération des agrégats . . . . .	211
B.1.2	Conditions aux limites conservant la périodicité . . . . .	211
B.1.3	Conditions semi-périodiques . . . . .	213
<b>C</b>	<b>Etude de la localisation de la déformation dans un acier</b>	<b>215</b>
C.1	Approches monocristalline et bicristalline . . . . .	215
C.1.1	Monocristal . . . . .	216
C.1.2	Bicristal . . . . .	217
C.2	Polycristal non-périodique . . . . .	218
C.2.1	Simulation 2,5D . . . . .	218



# Introduction générale

## Contexte

La conception de structures par le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives couvre de nombreux domaines de compétences. La fabrication optimisée de composants mécaniques requiert une connaissance suffisante des matériaux constitutifs à différentes échelles, tout en prenant en compte leur fonctionnement nominal et extrême. Diverses conditions de chargements mécaniques sont à prendre en compte en fonction de l'utilisation prévue.

Afin d'améliorer les performances des structures actuelles ou pour en concevoir de nouvelles tout en limitant les coûts, la simulation s'avère un outil indispensable, permettant de reproduire le comportement de leurs matériaux constitutifs. L'amélioration constante des moyens de calcul permet à la fois une économie en terme de nombre d'essais à réaliser et en temps de développement, tout en assurant une restitution de plus en plus fidèle du comportement. L'élaboration de lois de comportement et de critères de fatigue basés sur des grandeurs physiques adaptées à l'utilisation prévue est ainsi une évolution nécessaire.

Pour ce faire, trois niveaux d'analyse coexistent. Tout d'abord, l'échelle de la structure globale doit être considérée. Dans le cas de structures complexes de grande échelle, ce niveau d'analyse est excessivement pointu et requiert une connaissance fine de tous les composants. De ce fait, une analyse plus locale, à l'échelle du composant permet de prendre en compte le matériau, sa variabilité ainsi que ses spécificités, tout en rendant la modélisation possible. Enfin, il est possible d'approfondir l'analyse en cherchant à comprendre les phénomènes régissant le comportement des matériaux. Ce dernier niveau d'analyse requiert une caractérisation complète du matériau d'étude à l'échelle locale (c'est-à-dire l'échelle du grain ou de quelques grains), qui fournit des données d'entrée pour la simulation en permettant d'utiliser de manière optimale les matériaux choisis, tout en y associant une conception adéquate.

Le tantale fait partie des nombreux matériaux utilisés pour la construction des structures mécaniques. Il a ainsi été assez abondamment étudié depuis les années 1960. Les lois de comportement prennent en compte les chargements dans le domaine des déformations monotones pour de faibles vitesses de déformation et également dans le domaine des grandes déformations et grandes vitesses de déformation [Buy, 1996, Juanicotena, 1998, Nemat-Nasser et al., 1998a, Schoenfeld, 1998, Chen et al., 1999, Llorca et al., 2000, Frénois, 2001, Bronkhorst et al., 2006, Paris, 2008]. Le tantale a également largement été étudié dans le cadre de la mise en forme [Frénois, 2001, Houillon, 2009, Kerisit, 2012], notamment aux plus petites échelles par des observations au microscope électronique à transmission (MET) [Norlain, 1999].

Dans le cadre du dimensionnement des structures, la fatigue est devenue un enjeu important, car faisant partie intégrante du cycle de vie des structures en tantale. En effet, la forme complexe de certains composants peut induire des concentrations de contraintes dans de petites zones. Ces dernières peuvent faire apparaître un endommagement en fatigue, bien que le comportement global de la pièce soit élastique. La compréhension des mécanismes physiques à l'origine de cette localisation nécessite de combiner les techniques d'analyse. Toutefois, peu d'études ont été

menées dans cette voie à ce jour pour le tantale [Papakyriacou et al., 2002, Nadal, 2011]. Ces dernières donnent pourtant accès à des critères et à des indicateurs utiles voire indispensables pour la bonne conception et l’optimisation des structures.

D’autre part, dans certaines gammes de températures et de vitesses de sollicitation, des anomalies de comportement sont observées, telles que le pic (ou crochet) de traction observé à température ambiante sur les courbes de traction [Piobert, 1842, Lüders, 1860] ou encore les décrochements présents sur les courbes à plus hautes températures. Ces anomalies ne sont pas prises en compte actuellement, bien qu’elles semblent avoir une grande importance, notamment pour les faibles amplitudes de déformation telles que lors de sollicitations cycliques. Par ailleurs, leur origine n’est pas encore complètement élucidée et demande des investigations approfondies.

## Objectifs

Afin de compléter les différents travaux tant macroscopiques qu’à l’échelle micrométrique, la présente étude a pour ambition de faire le lien entre le comportement mésoscopique (c’est-à-dire à l’échelle d’un objet de quelques millimètres) tant monotone que cyclique et les anomalies de comportement du tantale. Une étude expérimentale permettra d’asseoir la compréhension du comportement du matériau et dirigera le choix d’un modèle de comportement adéquat. L’analyse locale (à l’échelle du grain de l’ordre de quelques dizaines de micromètres) qualitative et quantitative aussi exhaustive que possible enrichira la connaissance de la microstructure et du comportement du tantale sous différentes sollicitations. Cette étude confirmera par ailleurs les mécanismes conduisant à l’amorçage de fissures de fatigue.

En parallèle, la proposition d’un modèle macroscopique simple prenant en compte le vieillissement statique utilisable par la suite pour le calcul des structures s’appuiera sur les résultats expérimentaux pour restituer le comportement du tantale. La considération des analyses locales expérimentales pour la modélisation requiert un modèle adapté, intégrant le mode de déformation à l’échelle locale et les caractéristiques de la microstructure. De plus, le modèle choisi devra être à même de restituer les anomalies de comportement, tant à l’échelle microscopique que macroscopique.

Finalement, l’étude des mécanismes de déformation couplée à une modélisation multi-échelles permettra une meilleure compréhension des mécanismes régissant la déformation plastique, permettant de proposer un critère simple de fatigue basé sur des variables locales, grâce aux moyens mis en œuvre pour la modélisation.

## Démarche adoptée

Pour mener à bien l’étude et d’atteindre les objectifs fixés, la démarche sera de mener en parallèle essais et simulations numériques par éléments finis. La compréhension des mécanismes multi-échelles associés aux anomalies de comportement requiert l’utilisation combinée de techniques et d’outils spécifiques. Des essais mécaniques interrompus couplés à des outils de microscopie performants permettront de suivre l’évolution microstructurale, la compréhension des mécanismes de déformation locaux ainsi que la détection de l’amorçage de fissures.

De plus, un modèle macroscopique phénoménologique prenant en compte le vieillissement statique sera utilisé dans le code ZeBuLoN. Les paramètres du modèle seront identifiés à partir d’une base d’essais, permettant ensuite des investigations sur sa capacité à restituer la complexité des anomalies de comportement.

La modélisation explicite de la microstructure nécessitera la mise en place d’outils numériques spécifiques, en complément du développement d’un modèle monocristallin adapté, inspiré

de celui proposé pour l’approche macroscopique. Les effets de la prise en compte du vieillissement sur les champs locaux seront étudiés, pour finalement proposer un critère local simple d’amorçage de fissure, en accord avec l’expérience.

## Plan du manuscrit

Le premier chapitre consiste en une revue bibliographique détaillée du comportement mécanique du tantale et des mécanismes associés. La première partie présente les mécanismes de déformation à l’échelle du monocristal. Les principaux aspects cristallographiques propres au tantale y sont présentés. Après quelques rappels sur l’activation du glissement dans les matériaux cubiques, la nature des cœurs de dislocations est présentée, ainsi que des essais de traction et de compression de monocristaux de tantale de haute pureté. Une seconde partie porte sur le comportement du tantale pur polycristallin, avec l’influence de paramètres tels que la température, la vitesse de sollicitation, la texture cristallographique ou encore la pureté du matériau sur le comportement macroscopique. D’autre part, une étude théorique sur les mécanismes de localisation de la déformation est rapportée, présentant le domaine d’existence des anomalies de comportement plastique et les aspects microscopiques qui y sont liés.

Le second chapitre se concentre sur l’étude macroscopique du vieillissement statique et du comportement cyclique du tantale. Diverses expériences macroscopiques et mésoscopiques ont été menées, afin de comprendre et caractériser complètement le rôle du vieillissement statique. Des essais couplés à de la thermographie infrarouge ont mis en évidence l’apparition et la propagation non systématiques d’une bande de localisation. Des essais cycliques à faible amplitude de déformation ont permis de souligner l’influence de l’amplitude de déformation sur le comportement cyclique. En parallèle, un modèle phénoménologique macroscopique dit “EKMC” (Estrin - Kubin - McCormick) a été implémenté et identifié. Diverses études numériques sur la localisation de la déformation et de ses manifestations ont été menées, à la fois sur des éprouvettes 2D et 3D.

Le troisième chapitre s’intéresse à l’approche polycristalline du vieillissement. Dans une première partie, l’ensemble des études de déformation à l’échelle locale sont présentées, ainsi que les résultats obtenus à partir des grilles de plots déposés à la surface d’éprouvettes polies. Ainsi, des essais avec suivi de déformation à l’échelle locale ont été réalisés. Ces essais se basent sur la construction de cartes de déformation de plusieurs centaines de micromètres de côté ; à partir de matrices constituées de plots micrométriques régulièrement espacés. Ces plots sont en réalité des disques de nickel de 500 nm de diamètre, déposés sur le tantale par un procédé de lithographie (insolation puis métallisation de la surface). La seconde partie s’attache à décrire le modèle de plasticité cristalline implémenté et identifié pour le tantale. L’influence de la prise en compte du vieillissement sur les champs locaux de surface est mise en évidence. Une comparaison des champs de déformation de surface est réalisée entre simulation et expérience, montrant les performances et les limites du modèle. Enfin, les résultats de l’influence de différents paramètres sur la localisation de la déformation sont présentés, ainsi que des études à très faibles niveaux de déformation, pilotés en contrainte ou en déformation.

Le dernier chapitre se concentre sur le comportement du tantale pour une sollicitation cyclique à faible amplitude de déformation. Pour ce faire, un essai de fatigue interrompu a été réalisé. La même méthode de dépouillement que celle appliquée dans le chapitre 3 permet d’étudier l’évolution de la microstructure, de la déformation locale ainsi que l’évolution des orientations cristallines. Dans une deuxième partie, une simulation polycristalline inédite de 1000 cycles à  $\pm 0,2\%$  de déformation imposée sur un agrégat constitué de 250 grains permet une comparaison avec les résultats issus de l’expérience. Une étude complémentaire de la simulation permet de mettre en évidence l’intense activité en surface, notamment un “phénomène de rochet” local, qui sera utilisé comme base pour construire le critère local de fatigue proposé.



# Chapitre 1

## Revue bibliographique

Dans cette partie, nous allons présenter les grandes caractéristiques et spécificités du matériau d'étude. Plusieurs anomalies de comportement peuvent apparaître, en fonction de la vitesse et de la température de sollicitation, nous conduisant à la fois à nous intéresser au tantale polycristallin, mais également au monocristal de tantale, permettant d'en comprendre le comportement intrinsèque.

### 1.1 Généralités sur le tantale

Le tantale est le 73<sup>e</sup> élément de la classification périodique des éléments. Il fait partie des métaux de transition du groupe Va avec le niobium et le vanadium. Dans la nature, il est toujours associé au niobium (Niobé est fille de Tantale). Le minerai apparaît sous forme d'oxyde, et l'étape la plus délicate est la séparation du niobium et du tantale, du fait de leurs propriétés physico-chimiques très proches. Après extraction et séparation, on obtient finalement une poudre qui sera par la suite agglomérée par fusion.

<b>Aspects cristallographiques</b>	
Structure cristalline	Cubique Centré (BCC)
Paramètre de maille (Å)	$a = 3,2959$
Masse molaire ( $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )	$M = 180,95$
Masse volumique à 293 K ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )	$\rho = 16660$
<b>Propriétés thermiques</b>	
Température de fusion (K)	$T_f = 3269$
Température de vaporisation (K)	$T_v = 5700$
Capacité calorifique ( $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	$C_p = 139,12 + 1,76 \cdot 10^{-2}(T - 273) + 1,38 \cdot 10^{-6}(T - 273)^2$
Coefficient de dilatation linéique ( $\mu\text{m}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	$\alpha = 6,7$
<b>Constantes élastiques (à 293 K)</b>	
Module d'Young (GPa)	$E = 185$
Module de cisaillement (GPa)	$\mu = 69$
Coefficient de Poisson	$\nu = 0,34$

TAB. 1.1 – Principales caractéristiques physiques du tantale [Juanicotena, 1998].

Le tableau 1.1 récapitule les principales propriétés thermo-mécaniques du tantale, ainsi que des caractéristiques cristallographiques issues de la littérature. On remarque que le tantale fait partie des métaux réfractaires et qu'il possède une masse volumique très importante. D'autre

part, les mesures réalisées par ultrasons permettent d'identifier toutes les constantes d'élasticité et sont reportées dans le tableau 1.2 [Eyraud, 2000], [Fisher, 1977].

	$C_{11}$ (GPa)	$C_{12}$ (GPa)	$C_{44}$ (GPa)
Monocristal	266,9	159	82,55
Polycristal	291,4	146	70,6

TAB. 1.2 – Constantes élastiques du tantale monocristallin et polycristallin mesurées par ultrason [Eyraud, 2000].

Les valeurs des constantes élastiques du monocristal et du polycristal sont assez différentes, engendrant une anisotropie pour le monocristal ; c'est à dire que le comportement mécanique n'est pas le même suivant la direction de sollicitation. L'anisotropie élastique des cristaux cubiques centrés est bien caractérisée par le facteur d'anisotropie de Zener :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

Dans le cas d'un matériau isotrope, le facteur d'anisotropie vaut  $A = 1$ . D'après le tableau 1.2, le tantale monocristallin a un facteur d'anisotropie  $A = 1,53$ . En revanche, celui du tantale polycristallin tel que celui utilisé dans le reste de l'étude vaut  $A = 0,97$ . Ainsi, bien que le matériau sous forme de monocristal soit anisotrope, le polycristal est quasiment élastiquement isotrope dans le cas du matériau d'étude, qui est peu texturé.

## 1.2 Tantale monocristallin

La structure cristallographique cubique centrée confère aux matériaux tels que le tantale (ou le fer- $\alpha$ , largement étudié dans la littérature) des propriétés mécaniques particulières qui les distinguent des autres matériaux étudiés par ailleurs. De ce fait, une première étude sur le comportement mécanique des matériaux cubiques centrés est présentée.

### 1.2.1 Activation des systèmes de glissement

À température ambiante, le mode principal de déformation plastique du tantale est le glissement cristallographique. Dans les matériaux cubiques centrés, les systèmes de glissement principaux sont  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$ , soit 24 systèmes de glissement au total. Parfois, une troisième famille ( $\{123\}\langle 111 \rangle$ ) est ajoutée, mais n'est pas systématiquement observée [Frénois, 2001]. Le vecteur de glissement le plus petit est appelé vecteur de Burgers, dont la norme vaut  $2.86 \cdot 10^{-10}$  m dans le cas du tantale et a pour direction  $\langle 111 \rangle$ , soit la demi-grande diagonale de la maille cubique.

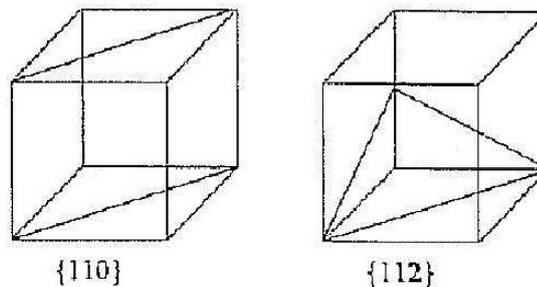


FIG. 1.1 – Plans de glissement actifs dans la maille cubique centrée [Frénois, 2001].

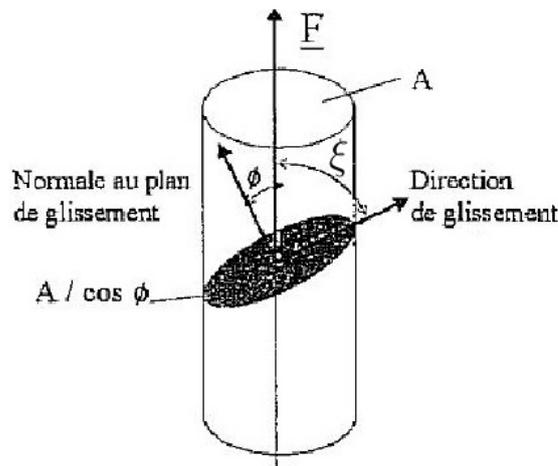


FIG. 1.2 – Schéma de la géométrie de glissement.

Un système de glissement est activé suivant une direction en fonction de son orientation par rapport à la direction de chargement en tension uniaxiale. Conformément aux notations de la figure 1.2, soit  $\xi$  l'angle entre la direction de sollicitation et la direction de glissement, et  $\phi$  l'angle entre la direction de sollicitation et la normale au plan de glissement. La force  $F$  a une composante  $F \cos \xi$  dans la direction de glissement et cette dernière agit sur une surface d'aire  $\frac{A}{\cos \phi}$ .

Ainsi, on peut écrire la cission résolue  $\tau$  sur le plan de glissement et dans la direction de glissement telle que :

$$\tau = \frac{F}{A} \cos \xi \cos \phi;$$

$\cos \xi \cos \phi$  étant appelé le facteur de Schmid. La valeur de la cission critique est importante car elle permet de prédire les plans de glissement actifs pour accommoder la déformation.

Cependant, la loi de Schmid est mal vérifiée pour les matériaux de maille cubique centrée, alors qu'elle fonctionne bien pour les matériaux cubiques à faces centrées [Hirsch, 1960, Sestak and Zarubova, 1965, Kroupa, 1963, Kroupa, 1967, Vitek, 1974]. Pour identifier précisément la position du plan de glissement en fonction de l'orientation de l'éprouvette par rapport à l'axe de traction, on définit deux angles :

- l'angle  $\xi$  entre la direction de glissement  $b$  [111] et l'axe de traction  $\sigma$  ;
- l'angle  $\chi$  entre le plan de référence de la zone [111] (en général le plan  $(\bar{1}10)$ ) et le plan de cission résolue maximale (plan contenant  $b$  et perpendiculaire au plan contenant  $b$  et  $\sigma$ ).

Ainsi, la cission résolue suivant un plan arbitrairement choisi (ou Arbitrarily chosen Shear Plane : ASP) de la zone [111] faisant un angle  $\psi$  avec le plan de référence (Reference Plane : RP)  $(\bar{1}10)$  vaut  $\tau_\psi = \cos \xi \cos \chi \sigma$ . On peut alors mettre en évidence qu'il existe un écart à la loi de Schmid en définissant une fonction  $\psi(\chi)$  telle que la loi de Schmid est vérifiée lorsque  $\psi = \chi$ , comme on peut le voir sur la figure 1.3 (a) [Kroupa, 1967].

Par cette fonction  $\psi(\chi)$ , on peut également observer sur la figure 1.5 l'asymétrie de comportement entre traction et compression dans le cas d'un monocristal [Sestak and Zarubova, 1965]. De par la symétrie du cristal, on peut se limiter à l'étude de  $\chi$  entre  $-30^\circ$  et  $+30^\circ$ , les valeurs négatives rendant compte de la compression.

Si le glissement cristallographique se produit exclusivement le long des plans  $(\bar{1}10)$ , on aura  $\psi = 0$  ; et si le glissement se produit le long du plan de cission résolue maximale, alors  $\psi = \chi$  tel que prédit par la loi de Schmid (cf. figure 1.4 (a) et (b)).

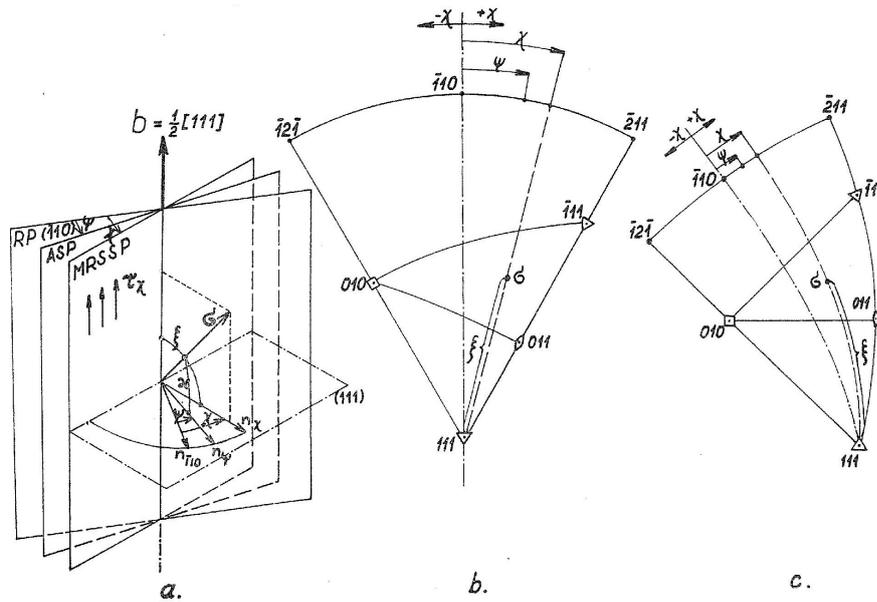


FIG. 1.3 – (a) Schéma de la disposition géométrique des plans d'intérêt de la zone  $[111]$  (RP : plan de référence, ASP : plan arbitrairement choisi, MRSSP : plan de cisssion résolue maximale), (b) projection stéréographique suivant  $(111)$ , (c) projection stéréographique suivant  $(010)$  [Kroupa, 1967].

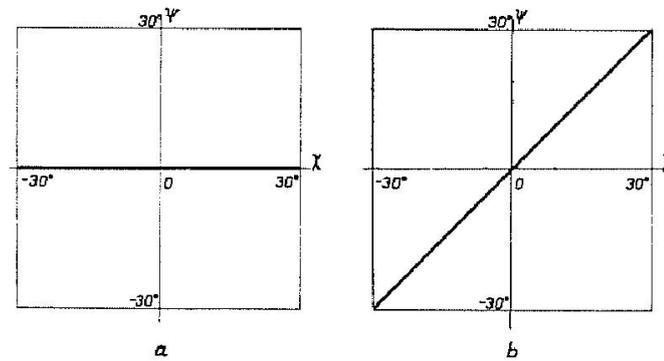


FIG. 1.4 – Présentation de deux cas simples de courbes  $\psi(\chi)$  : (a)  $\psi = 0$ , glissement cristallographique selon le plan de référence  $(\bar{1}10)$ , (b)  $\psi = \chi$ , glissement non cristallographique suivant le plan de cisssion résolue maximale (MRSSP) [Rogaush and Mordike, 1970].

Dans le cas du tantale, les essais en traction et en compression à différentes températures permettent de tracer les courbes présentées sur la figure 1.5. Tout d'abord, il apparaît que la courbe  $\psi(\chi)$  ne respecte pas dans tous les cas la loi de Schmid. En effet, lors de la traction à 295 K, le glissement cristallographique se produit bien suivant le plan  $(\bar{1}10)$  ( $\psi = 0$ ). En revanche, pour les autres températures et pour la compression à température ambiante, le glissement a tendance à se produire suivant un plan non cristallographique, tel que prédit par la cisssion résolue maximale ( $\psi = \chi$ ).

D'autre part, on remarque l'asymétrie de comportement entre la traction et la compression, du fait de l'étalement des cœurs de dislocations, comme nous le verrons dans la partie suivante. Enfin, l'écart à la loi de Schmid n'est pas constant avec la température, mettant en évidence le

rôle important de la température dans la nature du glissement cristallographique.

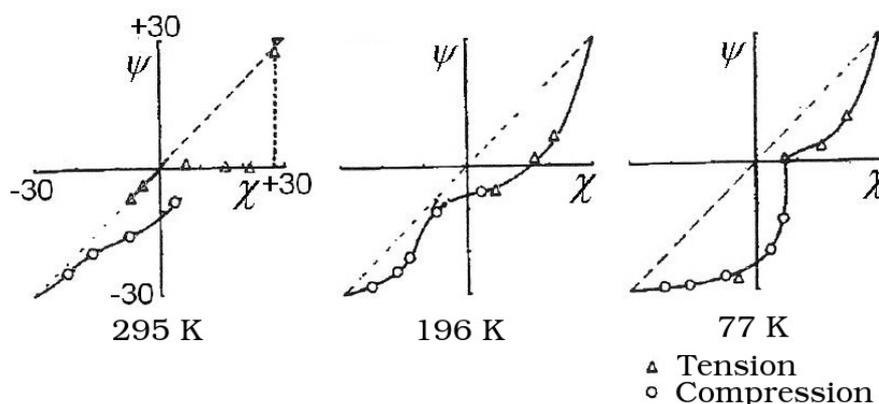


FIG. 1.5 – Ecart du tantale à la loi de Schmid, à différentes températures, en traction et en compression [Sestak and Zarubova, 1965].

Les propriétés énoncées précédemment semblent être dues à l'existence de la dissociation des dislocations sur les plans  $\{110\}$ ; et sur les plans  $\{112\}$  pour ce qui est de l'asymétrie entre traction et compression. Ces phénomènes sont thermiquement activés. La largeur des dissociations est faible, ce qui du fait de la forte énergie de faute d'empilement, caractéristique des matériaux cubiques centrés.

### 1.2.2 Structure de cœur des dislocations

L'étude de la structure atomique des cœurs de dislocations vis permet d'expliquer d'un point de vue théorique la géométrie de glissement dans les métaux cubiques centrés. Il n'y a en revanche pas de justification obtenue par des observations expérimentales à ce jour. Comme nous le verrons par la suite, cette asymétrie de comportement est surtout vraie pour le tantale monocristallin.

Dans les matériaux cubiques centrés, les plans denses sont de la famille  $\{110\}$ , et le maclage se produit suivant les plans  $\{112\}$  [Vitek, 1974]. De plus, ils ont une forte énergie de faute d'empilement comparé aux matériaux cubique à faces centrées (CFC), de sorte qu'une des configurations permettant une minimisation de leur énergie est de dissocier les dislocations en plusieurs segments non parallèles suivant les plans  $\{110\}$  et  $\{112\}$ .

Le cœur des dislocations est la configuration contrôlant la déformation plastique des cubiques centrés à basse température. En effet, leur limite élastique et leur glissement sont fortement dépendants de l'orientation et du sens de sollicitation. A leur minimum d'énergie, les dislocations vis sont dissociées dans une configuration spécifique sur deux ou trois plans de telle sorte qu'elles ne peuvent se déplacer : elles sont alors dites "sessiles". Pour pouvoir se déplacer (sur les plans  $\{110\}$  ou  $\{112\}$ ), elles doivent se recombinaison sur un seul plan pour devenir "glissiles" ; et ce sous l'action d'une contrainte, assistée par l'activation thermique. Leur glissement est faible et elles se transforment ensuite de nouveau en dislocations sessiles.

Ainsi, le mouvement des dislocations serait une succession de transformations sessile-glissile, comme décrit schématiquement sur la figure 1.6. Le plan de glissement macroscopique est alors le plan moyen de mouvement des dislocations vis, et consiste en d'étroits rubans de plans  $\{110\}$  et  $\{112\}$ . De ce fait, les dislocations vis ne sont pas planaires, et s'étalent sur plusieurs plans [Hirsch, 1960].

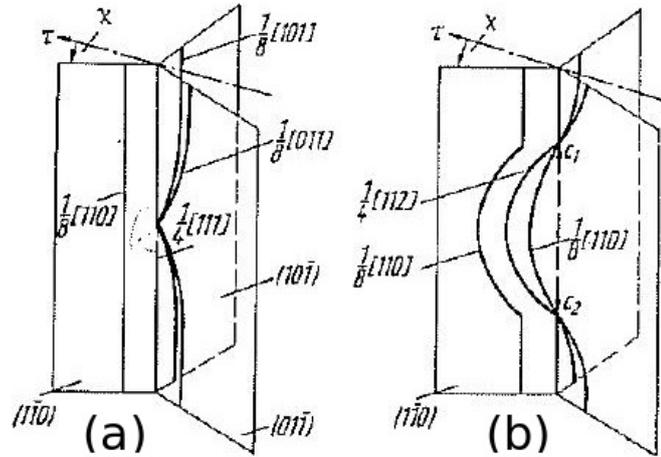


FIG. 1.6 – Transformation sessile-glissile d'une dislocation. (a) formation de la constriction. (b) développement du segment glissile. La cission résolue maximale forme un angle avec le plan  $(1\bar{1}0)$  [Vitek, 1974].

Ces analyses sont étayées par les calculs proposés dans la littérature, par exemple F. Kroupa [Kroupa, 1963, Kroupa, 1967], proposant la dissociation suivante :

$$\frac{a}{2}[111] = \frac{a}{8}[110](1\bar{1}0) + \frac{a}{8}[101](\bar{1}10) + \frac{a}{6}[011](01\bar{1}) + \frac{a}{4}[111] \quad (1.1)$$

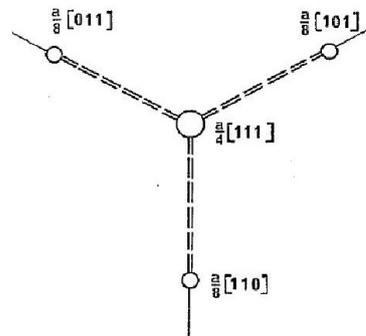


FIG. 1.7 – Dissociation sessile d'une dislocation vis  $\frac{a}{2}\langle 111 \rangle$  selon trois plans  $\{110\}$  [Vitek, 1974].

Ainsi, bien que le vecteur de Burgers moyen suive bien la direction  $\frac{a}{2}[111]$ , il est en réalité dissocié suivant trois segments sur les plans  $\{110\}$ , comme on le voit sur la figure 1.7. Selon d'autres auteurs, cette dissociation se produit préférentiellement sur les plans  $\{112\}$ , les deux configurations pouvant coexister dans la maille [Hirsch, 1960, Vitek, 1974].

### 1.2.3 Activation thermique de la déformation

La transition entre les configurations glissiles (ou mobiles) et sessiles est un phénomène thermiquement activé [Mughrabi et al., 1981]. On peut décomposer la contrainte en une partie athermique  $\tau_G$  et une partie effective  $\tau^*(\dot{\epsilon}, T)$  qui dépend de la vitesse de sollicitation et de la température, de la friction du réseau (de type Peierls-Nabarro) ou encore des interactions dislocations / dislocations. On peut ainsi écrire :

$$\tau = \tau_G + \tau^*(\dot{\epsilon}, T) = \alpha \mu b \sqrt{\rho} + \tau^*(\dot{\epsilon}, T) \quad (1.2)$$

avec  $\alpha \in [0, 1; 0, 4]$  selon l'arrangement des dislocations.

A basse température, c'est la contrainte effective  $\tau^*(\dot{\epsilon}, T)$  qui a la contribution la plus importante. La température de transition entre les phénomènes athermiques et thermiquement activés  $T_0$  se situe pour le tantale entre la température ambiante et  $100^\circ\text{C}$ . En dessous de cette température, la courbure des dislocations est difficile, comme illustré sur la figure 1.8 (b), d'où une faible multiplication des dislocations, l'essentiel de la déformation étant accommodée par les segments de dislocations coin. Au-delà de  $T_0$ , les sources de Franck-Read deviennent actives, les dislocations vis étant plus mobiles et glissant facilement. De ce fait, la limite élastique macroscopique reste constante [Mughrabi, 2008].

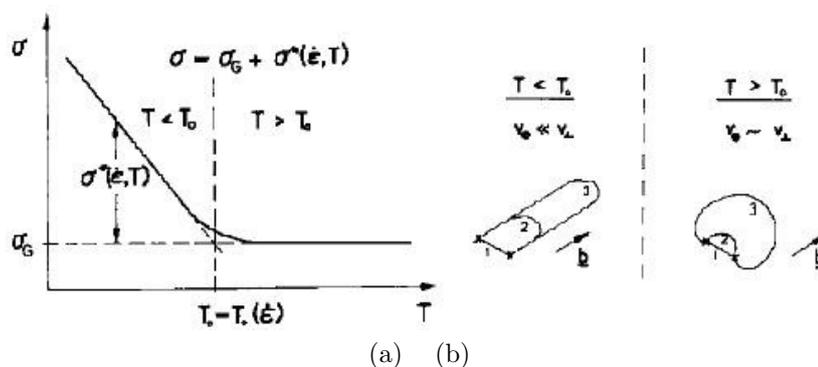


FIG. 1.8 – (a) Dépendance de la contrainte à la température, (b) Mobilité des dislocations ancrées en fonction de la température [Mughrabi et al., 1981].

### 1.2.4 Étude du comportement mécanique du tantale monocristallin

Dans les années 1960, de multiples études ont été réalisées sur le tantale monocristallin de haute pureté, portant sur l'influence de paramètres tels que la température, l'orientation des monocristaux, et également l'influence de la direction de sollicitation sur le comportement à trois stades. Les principaux résultats sont présentés et commentés ci-après.

#### Sollicitation en traction

Tout d'abord, des essais de traction sur des monocristaux de tantale sur une plage de température allant de  $4,2\text{ K}$  à  $573\text{ K}$  ont été réalisés [Mitchell and Spitzig, 1965]. Dans cette large gamme de températures, le glissement simple n'est observé qu'entre  $0,1$  et  $0,18 T_f$  (soit entre  $20$  et  $275^\circ\text{C}$ ).

Au-delà de cette température, seul le dernier des trois stades de durcissement des monocristaux est observable. En dessous de  $0,1 T_f$ , du maclage est observé, avec une rupture rapide. D'autre part, l'équivalence entre une augmentation de vitesse de déformation et une baisse de température du point de vue des mécanismes thermiquement activés est constaté.

Lorsque le glissement simple est actif, la direction de glissement est  $\langle 111 \rangle$ , et la normale au plan de glissement se trouve entre  $\{112\}$  et  $\{110\}$ . En effet, le glissement dévié facile tend à générer des lignes de glissement courbes, suivant des plans non-cristallographiques

Une représentation schématique des 3 stades de durcissement dans les monocristaux est présentée sur la figure 1.9.

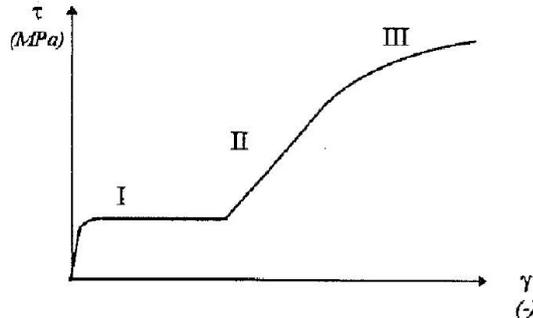


FIG. 1.9 – Courbe de consolidation d'un monocristal [Mitchell and Spitzig, 1965].

Le stade 0, tel que défini par T.E. Mitchell, correspond au domaine des très faibles déformations, avec un taux d'écroutissage important [Mitchell and Spitzig, 1965].

Le stade I est caractérisé par un seul système de glissement actif. Le taux d'écroutissage très faible et constant (de l'ordre de  $10^{-4}\mu$  avec  $\mu$  le module de cisaillement). Les lignes de glissement sont longues et rectilignes, donnant lieu à une multiplication rapide des dislocations. Ce stade n'est observé que pour des orientations particulières du monocristal (typiquement [123]), une orientation trop symétrique de type [100] engendrant immédiatement du glissement multiple correspondant au stade II.

Le stade II correspond à l'activation d'un deuxième système de glissement, entraînant des interactions entre les dislocations du premier système avec celles du deuxième. L'écroutissage est toujours constant mais beaucoup plus élevé.

Le stade III correspond à l'apparition de glissement dévié où les dislocations changent de plan de glissement. Le taux d'écroutissage diminue, jusqu'à la striction.

Les propriétés mécaniques des métaux cubiques centrés sont difficiles à étudier de par leur forte sensibilité aux impuretés, notamment pour étudier la nature du pic de contrainte parfois observé lors de l'entrée dans le domaine plastique.

Le tantale utilisé dans l'étude de T.E. Mitchell est issu de chez Fanstell, de pureté de 99,97 %, avec des taux d'impuretés de (en ppm massique) : 18 pour le carbone, 37 pour l'oxygène, 6 pour l'azote et moins de 1 pour l'hydrogène. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes de diamètre 3,2 mm, avec 19 mm de longueur de jauge à une vitesse de déformation standard de  $9 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ , mais l'étude de l'effet de vitesse s'étend sur une plage de  $10^{-4} s^{-1}$  à  $1 s^{-1}$ . Les mesures des directions de glissement sont effectuées avec une technique de Laüe.

Il est remarquable d'observer que pour toutes les orientations du triangle stéréographique standard (cf. figure 1.10), la direction de glissement (représentée par les flèches) est  $[1\bar{1}1]$ , sauf pour deux cas d'orientations très proches de [001], où la direction de glissement est [111]. D'autre part, les échantillons 8 et 30, en atteignant la droite [011] - [101] présentent du glissement double. Et pour les orientations proches des positions de symétrie du triangle stéréographique : [001] - [101] - [111], il y a du glissement multiple qui empêche un glissement facile.

Les normales aux plans de glissement de tous les échantillons glissant suivant  $[1\bar{1}1]$  sont comprises entre [011] et [121]. Dans tous ces cas, le plan de glissement est à  $5^\circ$  près celui prédit par le cisaillement maximal.

L'éprouvette 19 (orientation proche de [213]) sur la figure 1.11, a un comportement typique des trois stades de durcissement. Cependant, le stade I s'étend sur 40 % de la déformation, et l'activation théorique du deuxième système de glissement (flèche sur la courbe de l'éprouvette 19) apparaît bien après la fin du stade I. Pour les cristaux proches de la limite [001] - [101], le

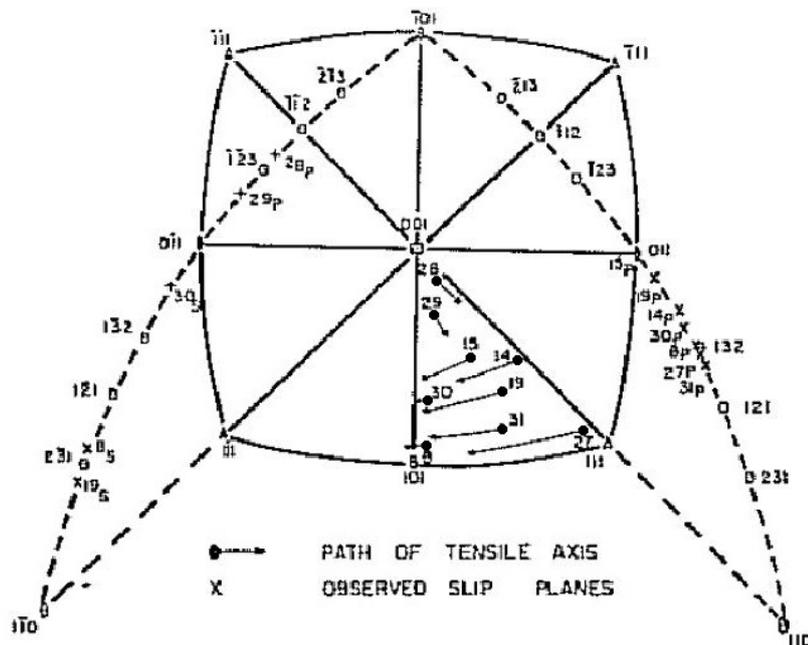


FIG. 1.10 – Détermination des systèmes de glissement actifs dans des monocristaux de tantale déformés en traction à 373 K. Les flèches montrent la position de la dernière orientation relevée pour chaque échantillon. Les normales aux plans de glissement sont indiquées par un (p) pour du glissement primaire et par un (s) pour du glissement secondaire [Mitchell and Spitzig, 1965].

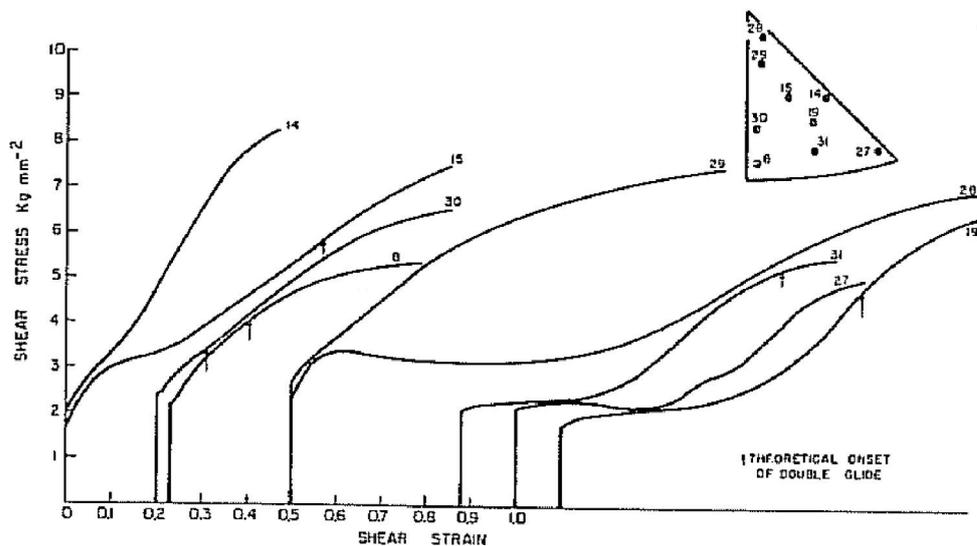


FIG. 1.11 – Courbes de contrainte-cisaillement de monocristaux de tantale déformés en traction à 373 K en fonction de l'orientation cristalline, à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 9,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [Mitchell and Spitzig, 1965].

glissement est moins facile car il y a très rapidement une interférence avec le second système de glissement actif. Il en est de même pour le cristal 14, proche de la frontière  $[011] - [111]$ . Le cristal 27, près de l'orientation  $[111]$  s'adoucit pendant le stade I, puis présente un "saut" au début du stade II, dont l'origine n'est pas expliquée.

Les orientations proches de  $[001]$  (28 et 29) ont des comportements très différents. L'éprouvette 29 ne présente pas de stade I, du fait de sa proximité avec la frontière entre des orientations glissant suivant  $[111]$  et celles suivant  $[1\bar{1}1]$ . En revanche, les très grandes déformations observées pour l'éprouvette 28 sont en accord avec la littérature, tant pour la présence des trois stades de déformation que pour la déformation atteinte à rupture [Votava, 1965, Nakada and Keh, 1965].

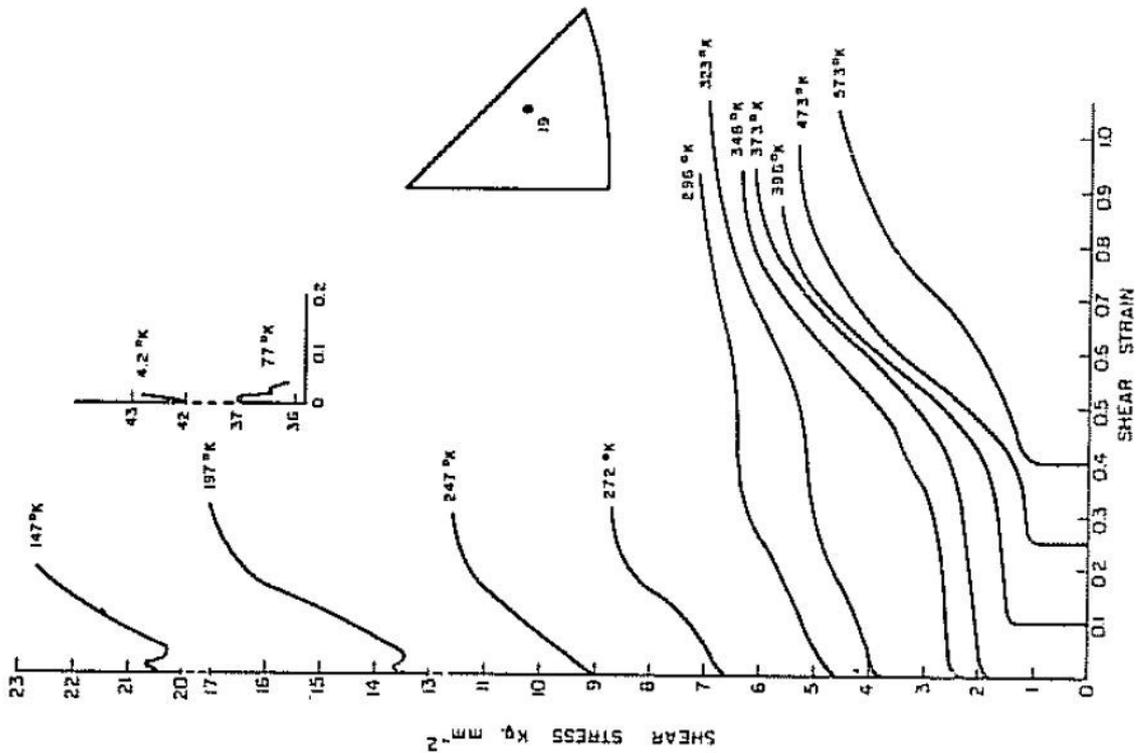


FIG. 1.12 – Courbes de contrainte-cisaillement de monocristaux de tantale déformés en traction en fonction de la température, à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 9,3 \cdot 10^{-4} s^{-1}$  [Mitchell and Spitzig, 1965].

L'influence de la température sur le comportement des monocristaux a également été étudiée. Au delà de 348 K (75 °C), on observe bien sur la figure 1.12 le comportement avec les trois stades d'écrouissage. Néanmoins, les stades I et II sont de moins en moins marqués. Le comportement change très nettement à des températures proches de la température ambiante : à 296 K, on atteint 90 % de déformation, alors qu'à 272 K on n'atteint plus que 30 %. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus pour le Niobium à des  $\frac{T}{T_m}$  similaires [Mitchell et al., 1963, Votava, 1965]. A 4,2 K, la déformation s'est faite par maclage dans la direction  $[1\bar{1}1]$  et selon le plan  $[\bar{1}12]$ , ce qui correspond au système ayant la cission résolue la plus élevée.

A 4,2 K et 77 K, la rupture se produit par clivage, tandis qu'aux plus hautes températures, la rupture se produit par striction conduisant à une rupture en pointe.

La figure 1.13 montre que plus la vitesse de déformation augmente, plus les stades I et II sont marqués. A partir de  $\dot{\epsilon} \geq 9,3 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ , un "saut" apparaît sur la courbe, dont l'origine n'a pas encore été élucidée. Entre  $\dot{\epsilon} = 9,5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$  et  $\dot{\epsilon} = 9,5 \cdot 10^{-2} s^{-1}$ , la déformation à

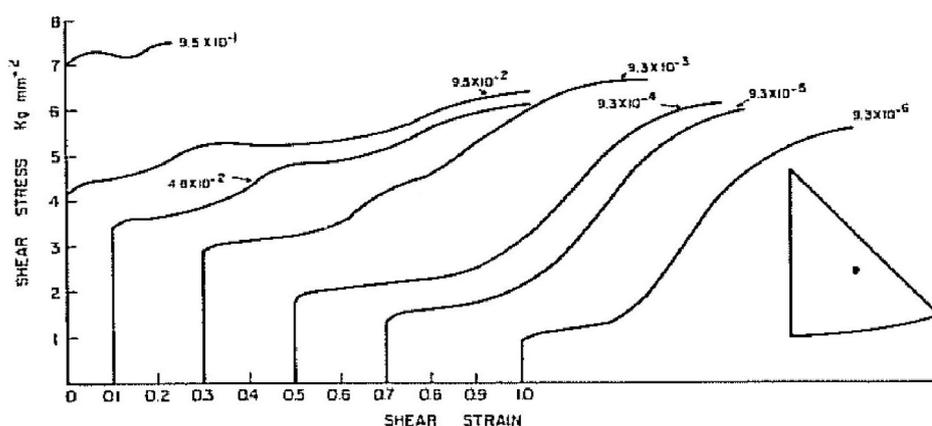


FIG. 1.13 – Courbes de contrainte-cisaillement de monocristaux de tantale déformés en traction à 373 K en fonction de la vitesse de déformation (en  $s^{-1}$ ) [Mitchell and Spitzig, 1965].

rupture chute soudainement de 100 % à environ 25 %, comme observé lors d'un passage de 296 à 272 K.

### Sollicitation en compression

Pour compléter cette approche en traction, des essais de compression ont été effectués à différentes températures (entre 77 K et 573 K) et vitesses de déformation sur des monocristaux de tantale de haute pureté [Mordike and Rudolph, 1967]. Il provient de CIBA Ltd, avec des teneurs en ppm massiques de 2 pour l'hydrogène, 9 pour l'oxygène, 1 pour l'azote et 5 pour le carbone.

Pour ces essais, les éprouvettes se présentent sous forme de pions de compression, de 4 mm de diamètre et de 12 mm de haut. Les faces en contact avec les plateaux de compression ont été polies.

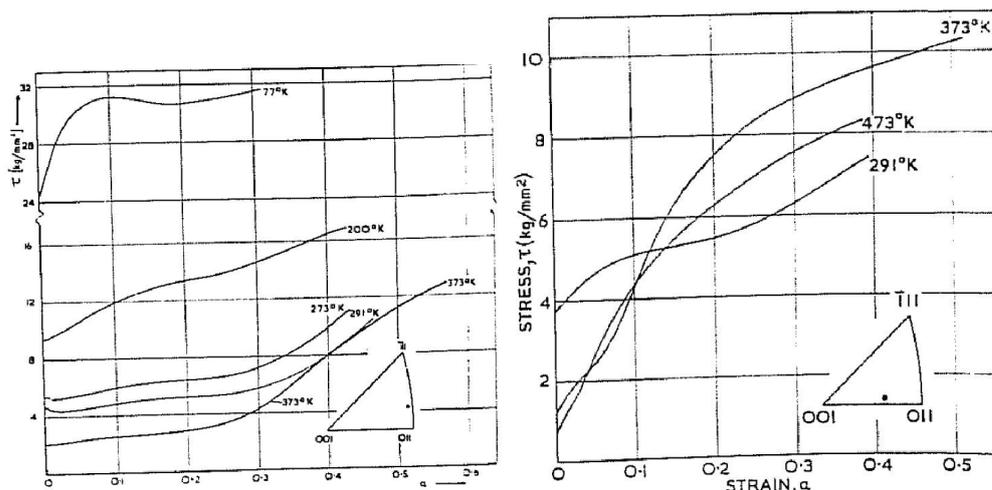


FIG. 1.14 – Influence de la température sur la réponse mécanique de deux orientations de monocristaux de tantale sollicités en compression [Mordike and Rudolph, 1967].

Les courbes obtenues à différentes températures pour deux orientations différentes sont présentées en figure 1.14.

### Remarques

Il est important de noter que les puretés des deux matériaux utilisés dans les deux publications ([Mitchell and Spitzig, 1965, Mordike and Rudolph, 1967]) ne sont pas les mêmes : celui issu de CIBA Ltd est beaucoup plus pur (2 ppm en masse d'hydrogène, 9 d'oxygène, 5 de carbone et  $< 1$  d'azote).

Lorsque la température augmente (ou que la vitesse de sollicitation diminue), la longueur des stades I et II diminue, comme on l'observe en traction [Mitchell and Spitzig, 1965]. Le stade I est alors limité par l'interaction entre les dislocations primaires avec celles des autres plans, formant des dislocations sessiles. Ce phénomène est thermiquement activé.

La deuxième orientation de l'essai de compression correspond à l'orientation (30) pour les essais de traction. On retrouve l'absence de trois stades de déformation, et l'allure parabolique de la courbe.

La première orientation de l'essai de compression peut être mise en regard de l'orientation (31) et présente les mêmes caractéristiques. Cependant, on ne connaît pas la vitesse des essais de compression pour les figures à différentes températures. Ainsi, il est difficile d'interpréter les différentes courbes, certains paramètres expérimentaux n'étant pas précisés. On peut cependant penser que la vitesse de sollicitation pour la figure 1.14 est de  $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (en se basant sur une autre courbe de l'article, présentant l'effet de la vitesse sur le comportement de cette orientation [Mordike and Rudolph, 1967]).

A 77 K, les résultats sont très différents, mais cela échoit indubitablement au mode de sollicitation. En effet, la rupture survient quasi instantanément pour la traction, alors qu'en compression le comportement est plus ductile.

En traction, le pic est de plus en plus marqué à mesure que la température diminue, alors qu'il n'est observé qu'à des températures proches de l'ambiante en compression. Là encore, le mode de sollicitation semble avoir un rôle. Il semble cependant que le pic observé en traction soit dû à du mâclage pour les très basses températures [Park, 1983].

Finalement, il apparaît que l'étude des trois stades de durcissement du tantale monocristallin est particulièrement appropriée pour des échantillons d'orientation (213) (éprouvette 19), sollicités en traction à  $\dot{\epsilon} = 9,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à 373 K, soit proche du palier athermique. La direction de glissement est alors  $[1\bar{1}1]$  et est caractérisée par un stade I très long, et un glissement secondaire qui survient après le début du stade II, ce qui n'est pas en parfait accord avec la théorie. Néanmoins, les directions de glissement correspondent à celles prédites par le cisaillement maximal. En compression, l'orientation  $[\bar{2}11] < 111 >$  à 373 K et  $\dot{\epsilon} = 1,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  semble être appropriée pour étudier les 3 stades de durcissement.

Pour l'ensemble de ces essais sur des monocristaux de tantale, il semble que la température de transition entre phénomènes athermiques et thermiquement activés se situe entre 300 et 400 K suivant l'indicateur utilisé ( $\tau_0$  (contrainte à la fin du stade O),  $\tau_{III}$  (contrainte au début du stade III) ou encore  $\tau_f$  (contrainte à rupture)) [Mitchell and Spitzig, 1965].

## 1.3 Comportement mécanique du tantale polycristallin et mécanismes microscopiques associés

Les données mécaniques issues de la littérature sont assez disparates et nécessitent d'identifier les paramètres expérimentaux ainsi que les mécanismes régissant le comportement macroscopique. Le

tantale a en effet été largement étudié, pour des conditions très différentes. Certaines études ont été effectuées dans le cas de faibles vitesses de déformation [Lachenmann and Schultz, 1970, Takeuchi et al., 1972, Takeuchi and Maeda, 1977, Diaz and Reed-Hill, 1979, Wasserbach, 1996, Frénois, 2001, Paris, 2008, Rittel et al., 2009], d'autres pour de grandes déformations et / ou grandes vitesses de déformation [Buy, 1996, Juanicotena, 1998, Kothari and Anand, 1998, Nemat-Nasser et al., 1998a, Nemat-Nasser et al., 1998b, Schoenfeld, 1998, Chen et al., 1999, Llorca et al., 2000, Madec, 2003, Maudlin et al., 2003, Bronkhorst et al., 2006, Hosseini and Kazeminezhad, 2009] ou encore dans le cadre de l'étude de la recristallisation [Norlain, 1999, Houillon, 2009, Kerisit, 2012].

Les paramètres les plus importants et les mécanismes associés sont reportés ici, pour des essais de traction ou d'érouissage cyclique en quasi statique et pour des températures proches de l'ambiante.

### 1.3.1 Influence de la température

Tout d'abord, l'expérience met en évidence une dépendance de la réponse mécanique à la température de l'essai.

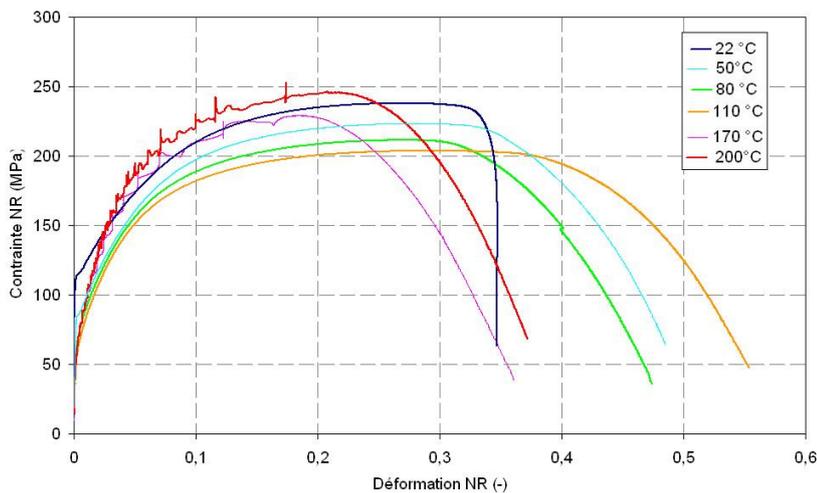


FIG. 1.15 – Courbes de contrainte-déformation nominales à différentes températures, à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , (d'après des données internes CEA).

On observe sur la figure 1.15 un adoucissement depuis la température ambiante jusqu'à  $110 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , puis un taux d'érouissage qui augmente très fortement et l'apparition de serrations de type Portevin Le-Chatelier (PLC), qui sera détaillé dans la partie 1.4. De plus, pour les courbes à  $22$  et  $55 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , on note un petit plateau, semblable à ceux observés sur les monocristaux.

D'après la figure 1.16, on note que le comportement est thermiquement activé en deçà de  $300 \text{ K}$  environ, soit la température ambiante. La partie athermique de la contrainte est approximativement constante et évaluée entre  $140$  et  $170 \text{ MPa}$ . La valeur de la contrainte du palier athermique dépend fortement du taux d'impuretés présentes dans le matériau (cf. partie 1.3.3, notamment la figure 1.19). Plus le taux d'interstitiels augmente, plus la température de transition se trouve translatée vers les hautes températures. Les valeurs élevées de contrainte athermique relevées ici peuvent être attribuées à la pureté et au mode d'élaboration du matériau. Dans le cas du matériau d'étude, la figure 1.15 fournit une valeur de contrainte athermique inférieure à  $70 \text{ MPa}$ .

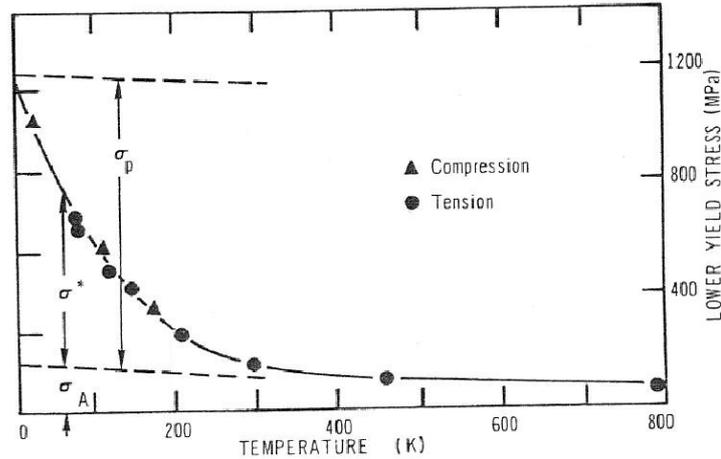


FIG. 1.16 – Dépendance de la contrainte à la température pour le tantale [Hoge and Mukherjee, 1977].

### 1.3.2 Influence de la vitesse de sollicitation

À température ambiante, le tantale est sensible à la vitesse de sollicitation. On considère traditionnellement en quasi-statique qu'un saut d'une décade de vitesse engendre une augmentation des propriétés mécaniques de 40 MPa environ.

Le début de l'essai exhibe une instabilité sous forme de "pic de surcontrainte" ou "pic de traction", que nous étudierons plus longuement dans la partie 2. Ce pic n'est pas nécessairement observé, mais en réalité sa présence dépend fortement des conditions expérimentales, par exemple du serrage et de la géométrie de l'éprouvette, de l'alignement et de la rigidité de la machine, de sa boucle d'asservissement, etc.

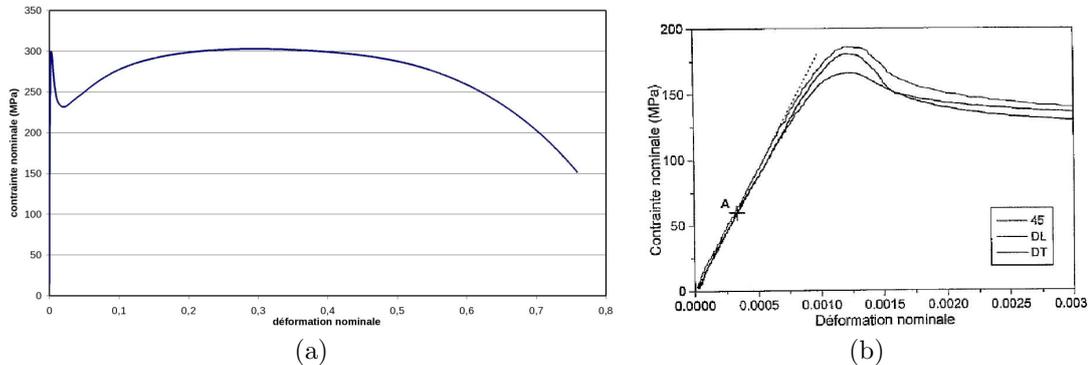


FIG. 1.17 – (a) Courbe de contrainte-déformation nominale en traction uniaxiale à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  (b) pic de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  : mise en évidence d'un seuil de microplasticité (point A) [Frénois, 2001].

Les mesures de rigidité sont complexes, car il existe un seuil de micro-plasticité dès 60 MPa [Frénois, 2001] (voir figure 1.17 b). En dessous de ce seuil, le module d'Young est d'environ 180 GPa, en accord avec les données issues de la littérature.

Les grandeurs caractéristiques issues de la littérature sont qualitativement semblables, mais il existe une dispersion assez importante des caractéristiques mécaniques [Frénois, 2001, Hoge and Mukherjee, 1977, Buy, 1996, Paris, 2008].

L'ensemble des valeurs caractéristiques est regroupé dans le tableau 1.3 pour du tantale poly-

cristallin, obtenues en traction uniaxiale à température ambiante, et ce pour trois décades de vitesse.  $R_{eH}$  correspond à la limite élastique haute,  $R_{eL}$  à la limite basse,  $R_m$  à la contrainte maximale, se produisant pour une déformation  $A_{gt}$  et  $A_t$  à la déformation à rupture.

vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	$R_{eH}$ (MPa)	$R_{eL}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A_{gt}$ (%)	$A_t$ (%)
$10^{-2}$	299	232	303	30	77
$10^{-3}$	243	207	288	33	80
$10^{-4}$	190	170	272	34	85

TAB. 1.3 – Principales caractéristiques mécaniques du tantale sollicité en traction à température ambiante à trois décades de vitesse [Frénois, 2001].

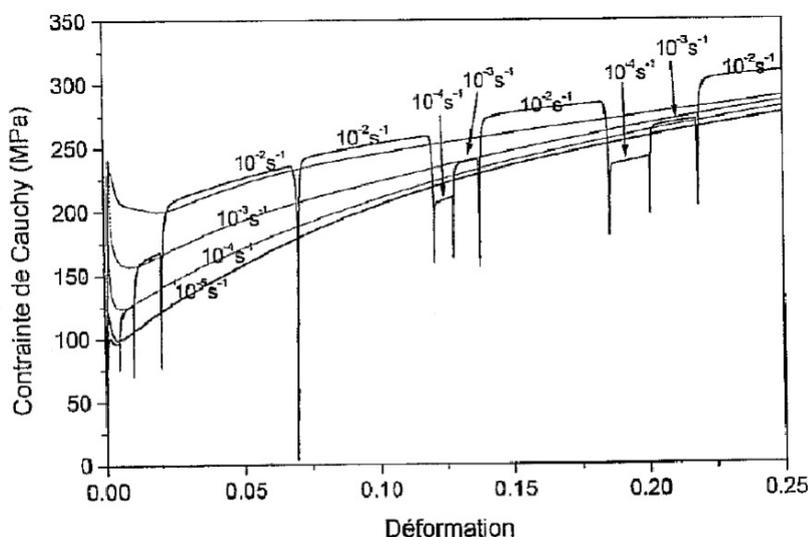


FIG. 1.18 – Essais de traction suivant DL, présentant des sauts de vitesse suivis de phases de relaxation [Frénois, 2001].

D'autre part, l'influence de l'histoire de chargement a notamment été étudiée par [Frénois, 2001], qui retrouve une bonne corrélation à  $10^{-3} s^{-1}$  quel que soit le niveau de déformation et le trajet de chargement précédent, comme illustré sur la figure 1.18. En revanche, à  $10^{-2} s^{-1}$  et  $10^{-4} s^{-1}$ , le niveau de contrainte ne correspond plus aux courbes monotones lorsque la déformation augmente. Il existe donc un effet d'histoire, car les trois premiers chargements sont superposés aux courbes monotones, mais après la réponse mécanique s'écarte progressivement de ce comportement, à mesure que la déformation plastique augmente. Ce phénomène peut être associé à de la restauration statique [Marais et al., 2012] (annexe B).

### 1.3.3 Influence de la pureté du matériau

Le matériau utilisé pour la présente étude provient de la société Cabot Performance Materials (USA). Il subit trois fusions par bombardement électronique au cours de son élaboration pour assurer une très grande pureté ( $Ta > 99.95\%$ ). La tôle est entièrement recristallisée, avec une taille de grain inférieure à  $90 \mu m$ , mais la densité de dislocations initiale est élevée, se situant entre  $\rho_d \approx 10^{13} m^{-2}$  et  $\rho_d \approx 10^{14} m^{-2}$  [Wasserbach, 1996, Norlain, 1999, Frénois, 2001, Hosseini and Kazeminezhad, 2009, Kerisit, 2012].

La gamme d'obtention de la tôle s'articule comme suit :

- compactage sous 400 MPa (90 % de la densité théorique est atteinte)
- fusion sous vide par faisceau d'électron (3 passes) pour purifier la tôle
- forgeage à 300 °C
- recuit à 1300 °C pendant 2h sous vide de  $10^{-4}$  à  $10^{-5}$  mbar. La recristallisation est alors totale, mais la taille de grain est très hétérogène et grossière : structure en “croix de forgeron”
- laminage à froid, avec un taux de réduction de 5 à 10 % par passe, et de moins de 3 % pour les dernières passes
- recuit entre 1000 et 1200 °C pendant 2 h sous vide de  $10^{-4}$  à  $10^{-5}$  mbar. Le refroidissement se fait sous balayage d'argon ou d'hélium en dessous de 800 °C.

$C < 10 \text{ ppm}$	$Nb \approx 60 \text{ ppm}$	$Al < 5 \text{ ppm}$
$O < 10 \text{ ppm}$	$Ti < 5 \text{ ppm}$	$Mo < 10 \text{ ppm}$
$N < 10 \text{ ppm}$	$Fe < 5 \text{ ppm}$	$Cu < 5 \text{ ppm}$
$H < 5 \text{ ppm}$	$Mn < 5 \text{ ppm}$	$Zr < 5 \text{ ppm}$
	$Si < 10 \text{ ppm}$	$Co < 5 \text{ ppm}$
	$Sn < 5 \text{ ppm}$	$Mg < 5 \text{ ppm}$
	$Ni < 5 \text{ ppm}$	$B < 1 \text{ ppm}$
	$Cr < 5 \text{ ppm}$	$W < 25 \text{ ppm}$
	$Ca < 5 \text{ ppm}$	

TAB. 1.4 – Composition chimique en masse garantie par le fabricant.

Le tableau 1.4 regroupe la composition chimique en masse fournie par le fabricant. Néanmoins, les puretés tolérées vont jusqu'à 75 ppm en masse pour l'oxygène, 50 pour l'azote, 30 pour le carbone et 10 pour l'hydrogène. Un calcul assez simple permet de donner la concentration en interstitiels à partir de laquelle les dislocations sont saturées :

Les éléments interstitiels qui nous intéressent ont pour rayons atomiques (en Angström) :  $O = 0,60$  ,  $N = 0,71$  ,  $C = 0,77$  et  $H = 0,46$ . Le paramètre de maille du tantale vaut  $a = 3,2959 \text{ \AA}$ , et son volume molaire est de  $10,85 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ , ce qui représente un “volume atomique” par maille cubique centrée de  $18,0168 \text{ \AA}^3$ .

La densité de dislocations de la tôle recuite vaut environ  $\rho = 10^{14} \text{ m} \cdot \text{m}^{-3}$  soit 100 dislocations par  $\mu\text{m}^2$  ou des dislocations distantes en moyenne de 100 nm si elles étaient réparties de façon uniforme.

On formule l'hypothèse de “saturation” de la dislocation : il y a un atome de soluté par site atomique (tous les sites atomiques sont ainsi occupés par un atome de soluté). De ce fait, le nombre d'atomes de soluté par mètre (soit  $10^{10} \text{ \AA}$ ) de dislocation vaut  $\frac{10^{10}}{3,2959} = 3,03 \cdot 10^9$  atomes. Le nombre d'atomes de soluté par  $\text{m}^3$  pour une densité de dislocations de  $10^{14} \text{ m} \cdot \text{m}^{-3}$  est donc de  $3,03 \cdot 10^9 \times 10^{14} = 3,03 \cdot 10^{23}$ .

Finalement, le nombre d'atomes de Ta par  $\text{m}^3$  (soit  $10^{30} \text{ \AA}^3$ ) vaut  $\frac{10^{30}}{18,0168} = 5,55 \cdot 10^{28}$ . La teneur en soluté nécessaire à la saturation de  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  dislocations est ainsi de  $\frac{3,03 \cdot 10^{23}}{5,55 \cdot 10^{28}} = 5,5 \cdot 10^{-6}$  soit 5,5 ppm atomiques ou environ 0,5 ppm massiques.

Les données issues de l'étude du monocristal (partie 1.2.4) sont par ailleurs qualitativement en accord avec ces calculs. En effet, la très grande pureté des deux approvisionnements est en accord avec la valeur critique précédente (de l'ordre de 2 ppm atomiques) [Mitchell and Spitzig, 1965, Mordike and Rudolph, 1967]. On suppose cependant qu'il est nécessaire que tous les sites interstitiels soient occupés pour que le pic se produise.

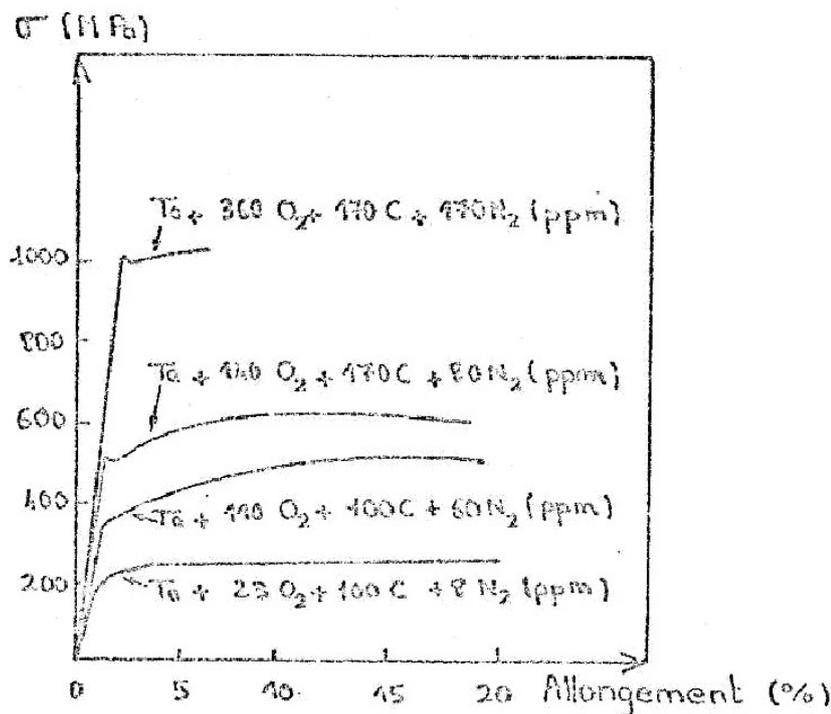


FIG. 1.19 – Variation des courbes de traction sur du tantale polycristallin à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sollicité à température ambiante avec la concentration en impuretés interstitielles, d'après [Fonshteyn et al., 1969].

La teneur en éléments interstitiels dans le tantale polycristallin a une influence importante sur le comportement macroscopique [Falanga, 1979]. Une augmentation de la concentration d'impuretés augmente très fortement la dureté et la résistance du Ta, mais diminue également sa ductilité, comme le montre la figure 1.19.

On remarque que les courbes ne présentent pas de pic de traction à la température ambiante dans le cas de faibles teneurs en interstitiels [Fonshteyn et al., 1969]. En effet, la courbe représentant une composition chimique de 23 ppm  $\text{O}_2$ , 100 ppm C et 8 ppm  $\text{N}_2$  massiques, soit au total environ 1690 ppm atomiques, ne présente pas de pic. En revanche, pour une teneur plus élevée telle que 140 ppm  $\text{O}_2$ , 170 ppm C et 80 ppm  $\text{N}_2$  massiques, soit environ 3900 ppm atomiques, un pic est observé.

Dans le cas des études portant sur des monocristaux présentées précédemment, la teneur en impuretés est de l'ordre de 551 ppm atomiques dans le cas de l'essai de traction [Mitchell and Spitzig, 1965], et de 190 ppm atomiques dans le cas de l'essai de compression [Mordike and Rudolph, 1967]. Enfin, la pureté maximale tolérée dans le tantale polycristallin étudié ici est de l'ordre de 2000 ppm atomiques (en se basant sur les tolérances maximales admissibles).

Ainsi, bien que les valeurs réelles observées dans les différents matériaux comparés ici ne soient pas en accord avec le calcul présenté, une tendance se dégage à partir des teneurs pour expliquer l'absence de pic de traction. En effet, les monocristaux ont des teneurs très faibles associé à une absence de pic. Pour la teneur la plus élevée observée sur la figure 1.19, un pic est observé. La teneur la plus faible présentée sur cette figure marque alors la valeur limite (de l'ordre de 1500 ppm atomiques) nécessaire à l'apparition d'instabilités plastiques telles que le pic de traction.

Suivant le temps et la température de vieillissement, deux processus peuvent intervenir :

- une migration des solutés à courte distance : remise en ordre des atomes de type Snoek par le champ de contrainte des dislocations [Snoek, 1941]. Il prédomine pour les temps de vieillissement courts ou les hautes températures (plus de 200 °C) [Falanga, 1979, Park, 1983].
- une migration à longue distance : formation des “atmosphères de Cottrell” [Cottrell and Bilby, 1949]. Il s’agit d’une lente diffusion des interstitiels vers les dislocations due au champ de contraintes généré par ces dernières. C’est un processus lent et à longue distance, les atomes formant ainsi des atmosphères autour des dislocations. Le détail des mécanismes associés à la formation des atmosphères est détaillé dans la partie 1.4.2.

Pour les deux types d’ancrage, la mise en mouvement des dislocations requiert une contrainte supplémentaire, à l’origine du pic de contrainte (ainsi que du phénomène de Portevin-Le Chatelier observé à haute température).

Le mécanisme de Snoek peut être étudié par des mesures de frottement intérieur, en imposant une sollicitation avec un pendule travaillant en oscillations forcées de fréquence variable [Varchon et al., 1982]. La disposition des sites octaédriques de la structure cubique centrée est asymétrique, comme on peut le voir sur la figure 1.20. Il y a des sites au milieu des arêtes  $\frac{1}{2}(100)$  et au centre des faces  $\frac{1}{2}(110)$ . Il y a alors deux atomes parmi les six entourant un interstitiel qui sont plus près que les quatre autres.

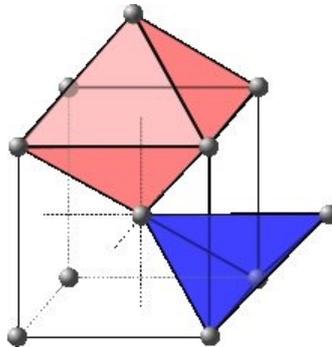


FIG. 1.20 – Schéma présentant les sites octaédriques dans la maille cubique centrée.

De ce fait, lorsqu’on sollicite la maille suivant une direction cristallographique, les atomes vont diffuser d’un site à un autre plus favorable énergétiquement. C’est alors la remise en ordre sous contrainte des atomes de soluté qui va engendrer une brusque chute du niveau de contrainte, appelé “pic de Snoek-Koster”. Ces pics apparaissent à différentes températures en fonction de la nature des atomes en mouvement (cf. figure 1.21). A 1 Hz un premier pic important pour l’oxygène apparaît vers 155 °C (428 K), tandis que ceux du carbone et de l’azote sont très rapprochés, respectivement 355 °C (628 K) et 345 °C (618 K).

Après vieillissement du tantale préalablement écroui, le pic de Snoek se produit à 195 °C.

Finalement, une faible teneur d’interstitiels modifie fortement le comportement macroscopique. Ces atomes peuvent également générer un pic de traction s’ils sont présents en quantité suffisante. Dans le cas du matériau d’étude, les quantités d’impuretés sont supérieures aux minima requis pour être à l’origine d’anomalies de comportement.

Les deux mécanismes permettant de les expliquer sont ceux proposés par Cottrell d’une part

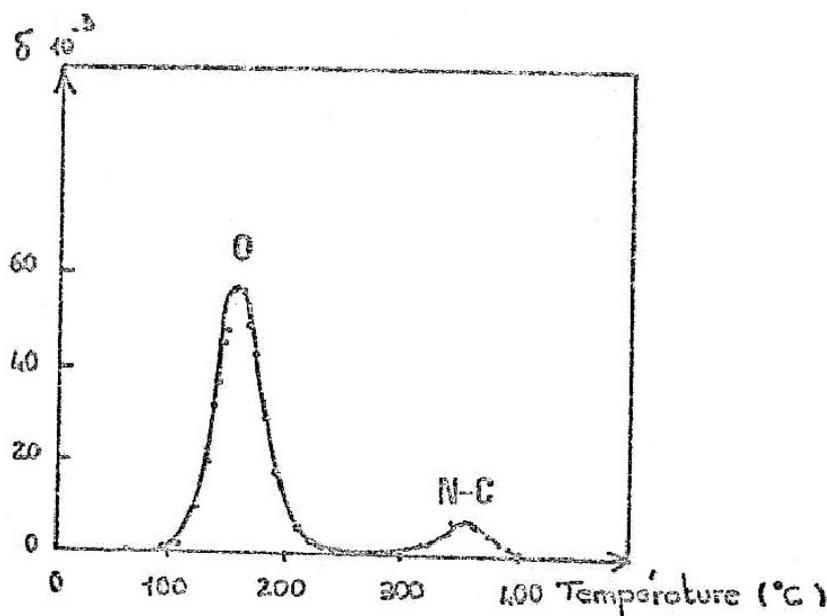


FIG. 1.21 – Pics de Snoek-Koster dus à la diffusion sous contrainte de l’oxygène, de l’azote et du carbone, d’après [Szkopiak and Elias, 1966].

et par Snoek d’autre part. Seul le mécanisme de Cottrell sera considéré par la suite, celui de Snoek concernant des plages de températures hors du domaine d’étude, comme étant le résultat d’interactions entre les dislocations et les atomes.

#### 1.3.4 Influence de la direction de laminage - effet de texture

L’influence de la texture et de la direction de laminage du tantale a été étudiée, notamment dans la recherche des effets des variations de taille de grains et de texture entre la surface et à cœur [Wright et al., 1994]. Pour ce faire, des mesures d’orientation de réseau avant et après déformation ont été effectuées lors d’essais de compression à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  à  $25^\circ \text{ C}$ . Le gradient de texture semble être le facteur contrôlant la réponse plastique non-uniforme du matériau.

La courbe de l’éprouvette prélevée dans l’épaisseur (cf. figure 1.22) de la tôle présente un “double pic” inhabituel. Cette éprouvette présente après compression une forme de “sablier” (plus étroite au centre que sur les faces alors qu’un effet “tonneau” est attendu à cause du frottement avec les plateaux).

L’orientation à la surface est essentiellement cube  $\{100\}\langle 001\rangle$  et à cœur essentiellement  $\{111\}\langle 110\rangle$  figure 1.23. Les grains près de la surface ont ainsi préférentiellement des plans  $\{100\}$  parallèles à la surface de la tôle et les grains à cœur les plans  $\{111\}$  parallèles à la surface. Une texture de surface de type  $\{111\}$  a été relevée pour les tôles d’études précédentes [Frénois, 2001].

Le “double pic” est partiellement dû à la différence de texture entre la surface et le cœur de la tôle. D’après la loi de Schmid, un monocristal avec des plans  $\{100\}$  orthogonaux à l’axe de compression plastifiera avant un monocristal avec des plans  $\{111\}$  orthogonaux à l’axe de compression. Ainsi, le premier pic survient lorsque les grains de surface plastifient, tandis que le deuxième est provoqué par l’entrée en plasticité des grains à cœur.

Après déformation, les grains à cœur conservent leur forte orientation des plans  $\{111\}$  pa-

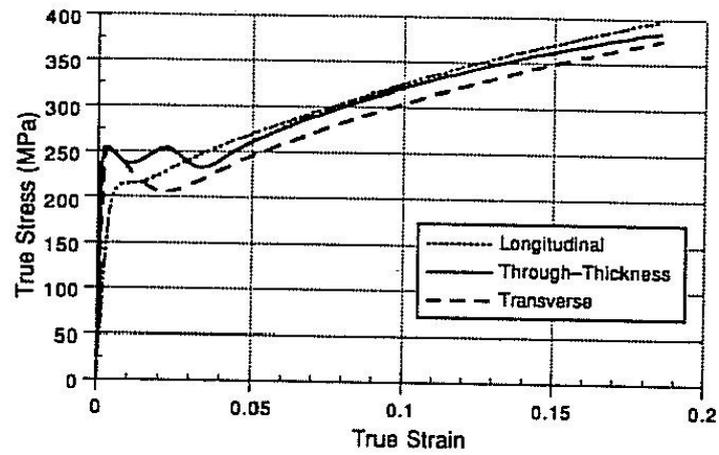


FIG. 1.22 – Influence de la direction de prélèvement du pion de compression sur la réponse macroscopique contrainte-déformation [Wright et al., 1994].

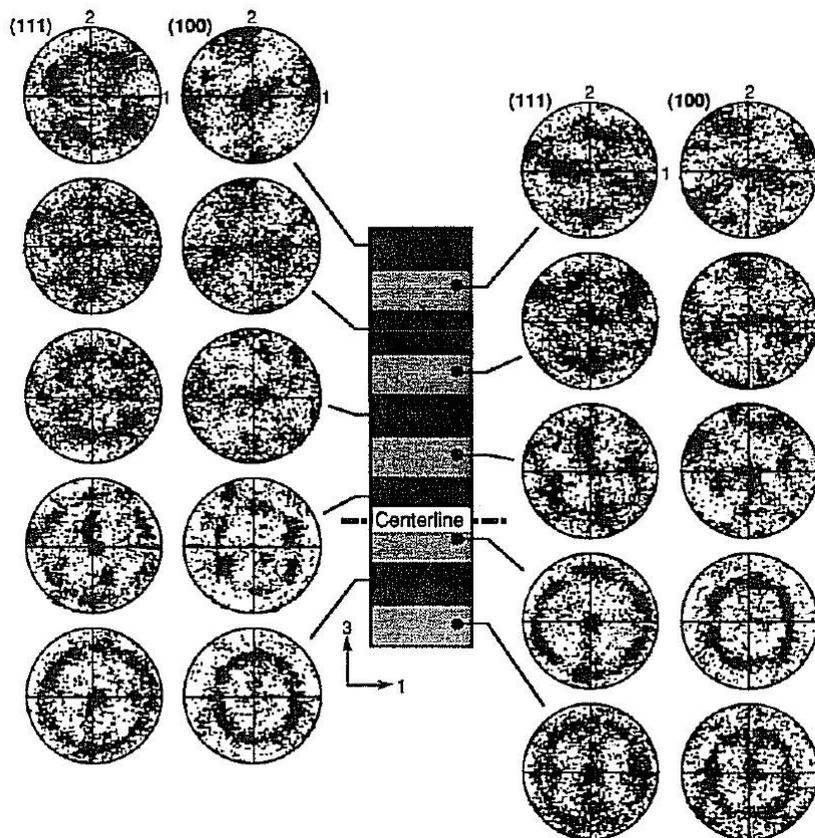


FIG. 1.23 – Evolution de la texture de la tôle en fonction de la position par rapport à la surface [Wright et al., 1994].

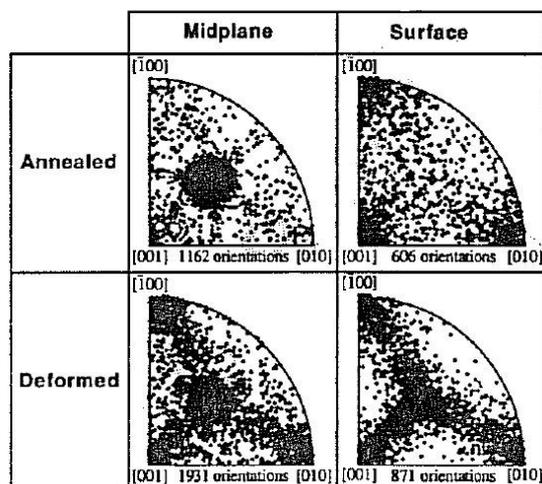


FIG. 1.24 – Evolution de la texture en surface et à cœur, avant et après déformation [Wright et al., 1994].

rallèles à la surface, tandis que les grains de surface ont une légère texture  $\{100\}$ . La texture des grains de surface change de manière assez prononcée (figure 1.24), alors que celle des grains à cœur est plutôt stable. On peut ainsi dire que les grains de surface, ayant un seuil de plasticité plus faible, accommodent plus de déformation plastique que les autres grains.

Les effets de la taille de grains sur la réponse mécanique ont également été testés, notamment pour expliquer le “double pic”. Cependant, les écarts entre les limites élastiques pour les différents grains sont minimes (11 MPa d’écart au maximum entre une structure avec une taille de grains de 24  $\mu\text{m}$  et une de 100  $\mu\text{m}$  de moyenne, pour une limite élastique de l’ordre de 250 MPa) et ne permettent pas d’expliquer le “double pic”.

D’autre part, des études précédentes ont également permis de mettre en avant l’effet Hall-Petch négligeable dans le cas du tantale [Falanga, 1979], [Notes internes CEA]. Ce “double pic” a également été observé une fois sur notre matériau d’étude pour un essai de traction, sans que des études de textures aient été réalisées.

### 1.3.5 Asymétrie de comportement

Le comportement mécanique du tantale polycristallin d’étude est considéré comme asymétrique. En effet, en comparant les courbes rationnalisées de traction et de compression, le comportement mécanique est supérieur en compression [Notes internes CEA]. L’écart entre traction et compression peut trouver sa source d’abord dans le frottement existant à l’interface avec les mors (malgré la lubrification) et également du fait de l’effet tonneau, mais pour de niveaux de déformation plus importants. Généralement, on considère que la réponse mécanique dépend de la géométrie de l’éprouvette lors d’un essai de compression.

Cependant, il est à noter que dans le cas d’essais de compression, l’absence de pic est associée à un écoulement plastique plus important que dans le cas d’un essai de traction à la même vitesse. Comme on le voit sur la figure 1.25 (a), les résultats de deux campagnes d’essais mettent en avant deux comportements distincts pour le tantale sollicité en compression. Certaines courbes présentent un pic, tandis que d’autres non. Dans les deux cas en revanche, les taux d’érouissages sont identiques. Les courbes ne présentant pas de pic ont une limite élastique apparente qui coïncide avec la valeur de contrainte du pic juste avant la chute de

contrainte.

La comparaison entre les essais de traction et de compression (cf. 1.25 (b)) montre qu'il y a peu de différence de comportement en fonction de la direction de sollicitation si le pic de traction est présent. De plus, l'asymétrie disparaît à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

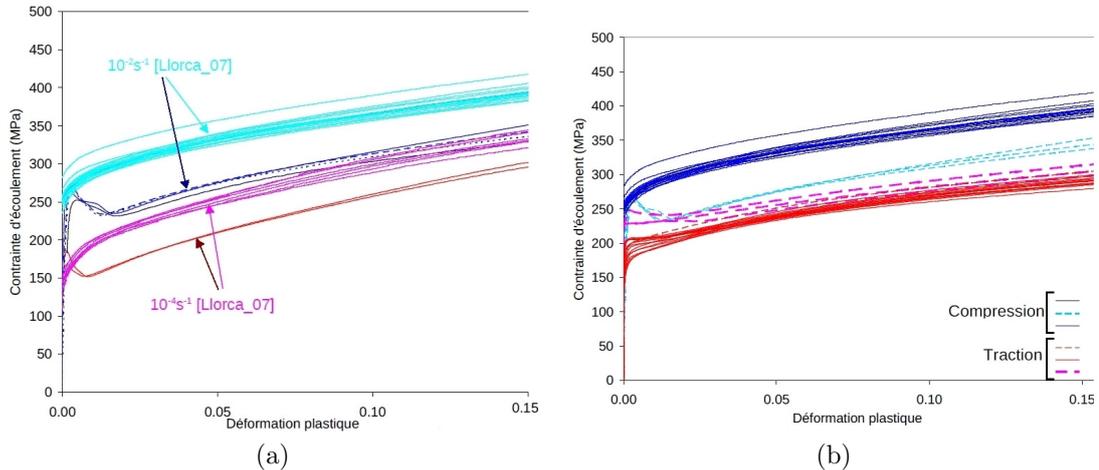


FIG. 1.25 – (a) Essais de compression à deux vitesses  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  : comparaison de deux campagnes d'essais. (b) Essais de compression et de traction à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

D'autre part, des essais d'érouissage cyclique à  $\pm \frac{\Delta \epsilon}{2} = 0,5 \%$  avec une éprouvette de traction de section  $5 \times 12 \text{ mm}^2$  ont été réalisés, en débutant l'essai soit en traction soit en compression. Il est à noter que le comportement est symétrique entre traction et compression (voir figure 1.26). La courbe avec départ en compression a été redressée pour une comparaison plus aisée avec celle commençant en traction. Il est intéressant de relever d'une part que le pic est présent dans les deux cas (ce qui n'est pas toujours observé dans le cas d'une compression sur un pion) ; et d'autre part que le sens du premier chargement n'a pas d'influence sur la réponse mécanique macroscopique de l'éprouvette. On retrouve également ce résultat dans la littérature [Juanicotena, 1998].

De ce fait, aucune différence de comportement intrinsèque ne sera faite entre traction et compression. En effet, le pic de traction sera systématiquement considéré quelle que soit la direction de sollicitation et aucune distinction ne sera faite entre traction et compression. Cependant, à l'échelle du monocristal, la dissociation des cœurs de dislocations engendre une asymétrie de comportement, qui n'est pas prise en compte dans notre étude.

En revanche, lorsque la température augmente, une asymétrie apparaît en érouissage cyclique. Lors d'essais réalisés au CEA sur des éprouvettes de section  $5 \times 12 \text{ mm}^2$  et 18 mm de zone utile, sur une plage de température de 20 à 200 °C à une vitesse de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , la contrainte moyenne devient non nulle mais reste faible au-delà d'une certaine température (voir figure 1.27).

À 50 °C, le comportement entre traction et compression est symétrique et l'érouissage est d'environ 40 MPa entre le premier cycle et le cycle stabilisé (cf. figure 1.27 (a)). En revanche, à plus haute température, l'érouissage est plus important. Il est de 80 MPa environ à 170 °C pour une même amplitude de déformation et une même vitesse de sollicitation. On note que dès 60 cycles environ, quelle que soit la température, on atteint un régime stabilisé.

À partir de 170 °C, le comportement devient asymétrique, avec une contrainte moyenne

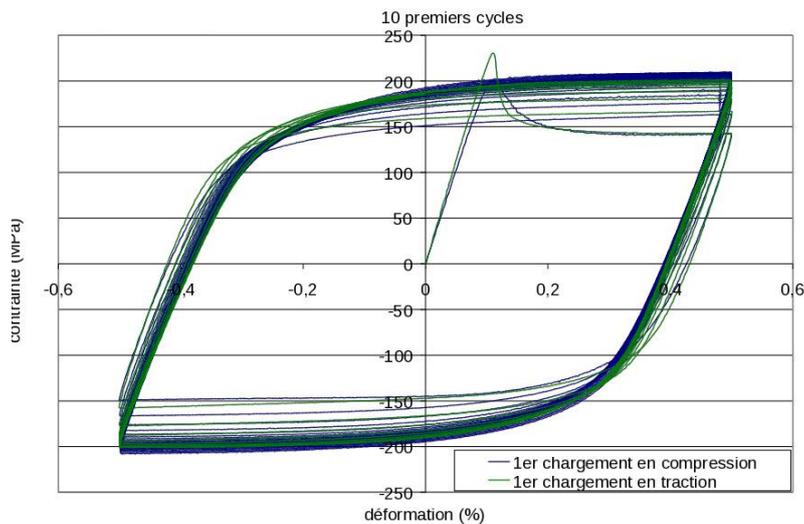


FIG. 1.26 – Essais d'érouissage cyclique réalisés à température ambiante et à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La courbe verte correspondant à un premier chargement en traction ; la courbe bleue correspond à un premier chargement en compression ayant été redressée pour une meilleure comparaison.

positive, d'environ 10 MPa (cf. figure 1.27 (b)). Cet écart s'explique par les phénomènes d'instabilités dynamiques qui apparaissent, nécessitant un niveau de contrainte plus élevé, selon des mécanismes que nous détaillerons dans la partie 1.4.

## 1.4 Étude des mécanismes de localisation de la déformation

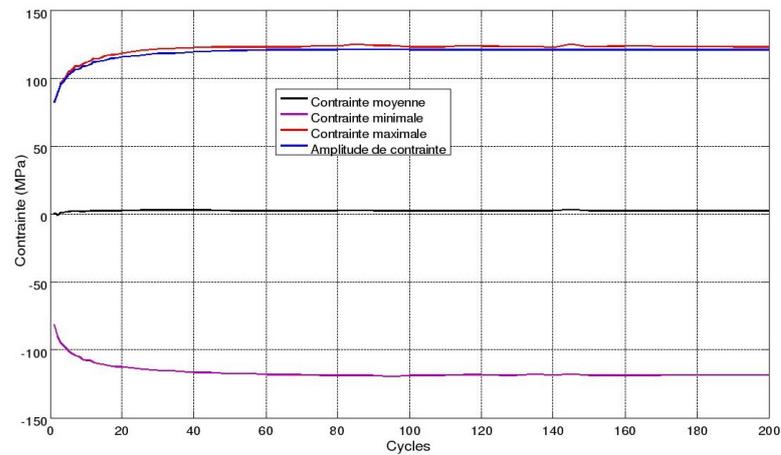
Nous avons vu que lors d'un essai de traction, le tantale présente une instabilité plastique importante dès les premiers pourcents de déformation. De plus, lorsque la température dépasse  $140^\circ \text{ C}$ , des instabilités apparaissent sur les courbes contrainte-déformation. Ces phénomènes sont dus aux interactions entre les dislocations et les interstitiels.

### 1.4.1 Domaines d'existence des anomalies de comportement plastique

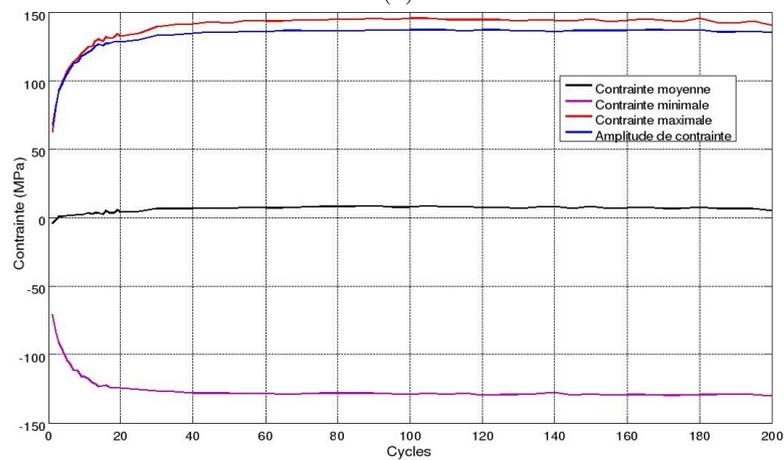
L'apparition des instabilités est liée à une combinaison des effets de vitesse et de température avec la chimie du matériau [Graff, 2006, Jousset, 2008]. Dans le cas général, l'apparition des anomalies est le résultat des interactions entre les atomes en solution dans le matériau avec les dislocations environnantes. Suivant la température d'étude, la vitesse de sollicitation et les atomes en présence, différentes manifestations de ces anomalies peuvent apparaître, permettant de définir différents domaines.

Pour la compréhension des mécanismes régissant ces instabilités, l'échelle mésoscopique est la plus adaptée ; à l'échelle du monocristal ou à l'intérieur du grain. Ainsi, l'effet des joints de grains et leurs interactions avec le mouvement des dislocations sont supprimés. Les dislocations vis et coins sont considérées sans distinction, bien que leurs contributions diffèrent en fonction de la température, de la vitesse de sollicitation et du taux d'érouissage [Magnin et al., 1984].

La figure 1.28 présente les différents domaines d'existence d'anomalies de comportement et les mécanismes qui y sont associés. Dans le domaine des basses températures, les atomes de



(a)



(b)

FIG. 1.27 – Évolution de la contrainte moyenne, maximale, minimale et de l'amplitude de contrainte lors d'un essai d'érouissage cyclique à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et à  $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0,2 \%$ . (a) essai réalisé à  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ . (b) essai réalisé à  $170 \text{ }^\circ\text{C}$  [Note interne CEA].

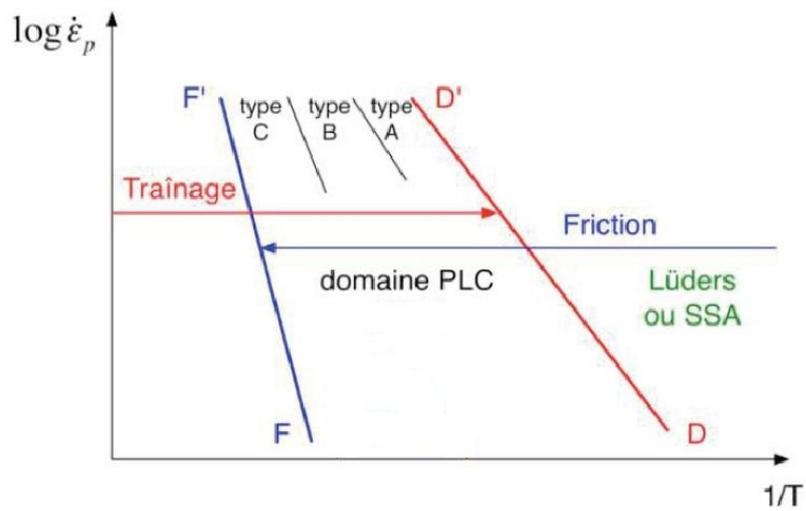


FIG. 1.28 – Schématisation du domaine d'existence des phénomènes de Lüders et PLC dans le diagramme  $\log(\dot{\epsilon}_p)$  en fonction de  $\frac{1}{T}$  [Jousset, 2008].

soluté sont quasi-immobiles et ne jouent qu'un rôle de durcissement de solution solide. Il s'agit alors du mode friction. A ces températures, le phénomène de pic de traction et de plateau de Lüders sont observés. À mesure que la température augmente, la vitesse de diffusion des atomes augmente et ces derniers interagissent avec les dislocations : c'est le mode traînage.

Le domaine de phénomènes Portevin-Le Chatelier se trouve dans le domaine de recouvrement de ces deux modes plastiques. Il peut alors y avoir de brusques changements de comportement, la plasticité en mode friction ayant tendance à se concentrer localement en bandes, le reste de la structure se déformant plus lentement en mode traînage.

Une classification en trois catégories d'instabilités est communément admise [Lebyodkin et al., 1996, Lebyodkin et al., 1997, Lebyodkin et al., 2000, Graff, 2006, Jousset, 2008, Lebedkina and Lebyodkin, 2008] :

- Le PLC de type A est observé plutôt à basse température. Il se manifeste par une surcharge suivie d'une décharge correspondant à l'initiation d'une bande de déformation dans un congé de l'éprouvette.
- Pour des températures intermédiaires, le PLC de type B est observé, associé à la formation d'une ou plusieurs bande(s) dont la propagation est saccadée, chacune associée à une chute de contrainte. Les serrations qui y sont associées sont périodiques, rapides et de faible amplitude.
- Pour les plus hautes températures du domaine, on trouve le PLC de type C : les serrations forment des chutes quasi-périodiques de contraintes à fréquence assez élevée. Des bandes de déformation apparaissent en de multiples points de l'éprouvette et se propagent sur de courtes distances avant de disparaître.

Le domaine des hautes températures est celui du mouvement des dislocations traînant des atmosphères de soluté (mode traînage). Les droites (FF') et (DD') ont une pente définissant les énergies d'activation des deux phénomènes.

Le vieillissement par la déformation peut être scindé en deux domaines. Le premier, appelé SSA (Static Strain Aging, ou vieillissement statique) est associé à l'existence d'un "pic de sur-contrainte" et/ou d'un plateau de Lüders sur la courbe macroscopique contrainte-déformation. Le SSA est associé à l'ancrage des dislocations mobiles pendant un temps de vieillissement. Ce phénomène est observé si le matériau est vieilli et rechargé mécaniquement.

D'autre part, le DSA (Dynamic Strain Ageing, ou vieillissement dynamique) résulte de la compétition entre mobilité des dislocations et diffusion, et est associé à la baisse (voire le changement de signe) de la sensibilité à la vitesse de déformation (SRS : Strain Rate Sensitivity) [Friedel, 1964, Kubin et al., 1984]. On suppose un modèle de type exponentiel :

$$SRS = \frac{\partial \sigma}{\partial \log(\dot{\epsilon}_p)} \quad (1.3)$$

En général dans la littérature, la sensibilité à la vitesse de déformation est notée  $m = \frac{SRS}{\sigma}$ . Pour les BCC, ces effets apparaissent pour des températures de l'ordre de  $0,3 T_f$ . Un SRS négatif conduit à du PLC : il est donc observé pendant une déformation plastique. On note qu'il ne correspond qu'à une partie du domaine de recouvrement des modes traînage et friction, à de faibles vitesses de déformation plastique.

Le volume d'activation apparent est calculé en faisant une coupe isotherme (cf. figure 1.30) du schéma d'interprétation des phénomènes de localisation (cf. figure 1.29).

La pente des droites correspond à des volumes d'activation caractéristiques des différents modes de sollicitation. Sur la figure 1.30,  $V_{a2}$  est la pente correspondant au volume d'activation

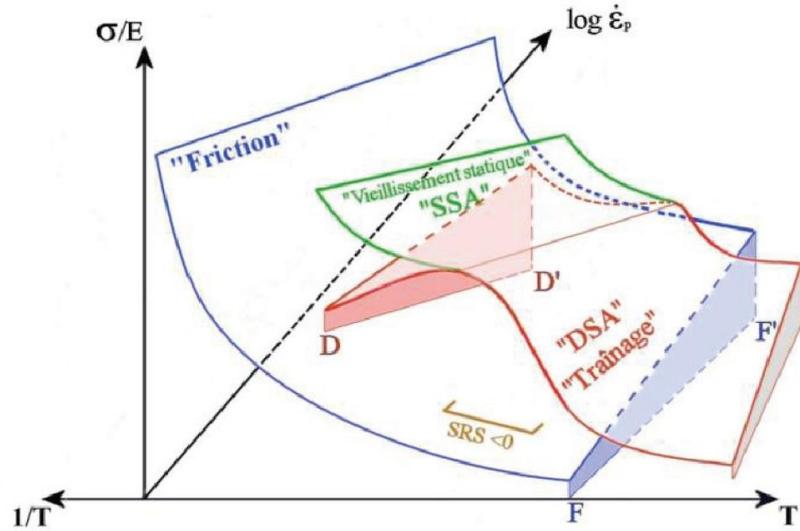


FIG. 1.29 – Schéma d'interprétation représentant les trois nappes correspondant à chacun des comportements plastiques rencontrés [Jousset, 2008].

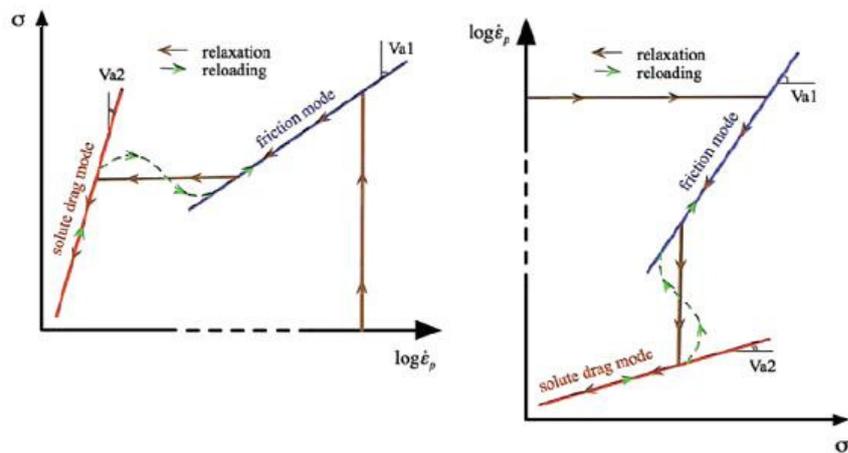


FIG. 1.30 – Vues en coupe isotherme du schéma d'interprétation, permettant de calculer les volumes d'activation des différents modes de déformation [Jousset, 2008].

du mode trainage, tandis que  $V_{a1}$ , correspond à celui du mode friction. Il est important de noter que lors de la transition entre les deux mécanismes, il serait faux de tenter de déterminer un quelconque volume d'activation, qui serait tantôt positif, tantôt négatif, voire infini.

Le volume d'activation est déterminé par :

$$V_a = k_B T \frac{\partial \log(\dot{\epsilon}_p)}{\partial \sigma} = \frac{k_B T}{SRS} \quad (1.4)$$

La vitesse moyenne des atomes sous une charge  $F$  est donnée par :

$$v = \frac{DF}{k_B T} \quad (1.5)$$

$D$  est le coefficient de diffusion.

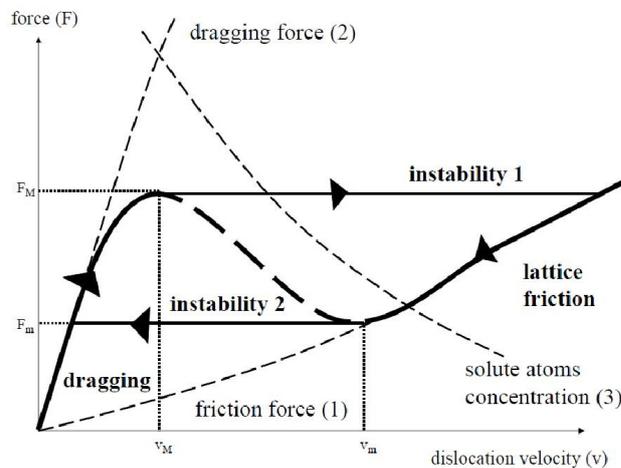


FIG. 1.31 – Diagramme de l'évolution de la force en fonction de la vitesse d'une dislocation mobile trainant des solutés [Strudel, 1984].

Il existe une vitesse critique  $v_M$  pour laquelle le nuage de Cottrell est libéré à laquelle est associée une force  $F_M$ . La vitesse minimale pour laquelle une dislocation peut bouger et est libre de toute atmosphère est  $v_m$ . En dessous de cette vitesse, l'ancrage des dislocations est rendu possible par la formation d'un nouveau nuage. Ainsi, une boucle se dessine, expliquant la nature des instabilités de type PLC et SSA (Lüders). Au-delà de  $v_m$ , la concentration des atomes en soluté n'est plus suffisante pour ralentir la ligne de dislocation. La dislocation accélère alors fortement, se libère de l'atmosphère d'atomes, pour entrer en mode friction seulement. La vitesse de propagation d'une bande de Lüders est très inférieure à celle des bandes de PLC, car il y a de fortes concentrations de déformation dans la bande de Lüders. Dans le cas de PLC de type A, les vitesses de propagation sont équivalentes, mais la déformation plastique véhiculée reste très faible par rapport au phénomène de Lüders.

Pour le vieillissement statique, le modèle est celui de Cottrell, avec des vitesses de dislocation qui tendent vers zéro [Cottrell and Bilby, 1949].

$$v = \frac{L}{t_w + t_p} \quad (1.6)$$

$L$  est la distance entre les obstacles

$t_w$  est le temps "d'attente" des dislocations sur un obstacle

$t_p$  est le temps de propagation parmi les obstacles

Le glissement des dislocations est donc supposé discontinu avec une alternance de temps d'attente et de temps de propagation.

Le temps d'attente étant très supérieur au temps de propagation, on peut donc écrire :

$$v = \frac{L}{t_w} \quad (1.7)$$

Ces calculs permettent ainsi de retrouver les études portant sur le calcul de l'évolution des concentrations en atomes de carbone autour d'une dislocation statique ou en mouvement [Yoshinaga and Morozumi, 1971].

### 1.4.2 Aspects microscopiques des anomalies de comportement plastique

Selon l'approche classique adoptée par Cottrell, le phénomène de PLC résulte des interactions entre le glissement visqueux des dislocations et les atomes étrangers qui se déplacent quasiment à la même vitesse. C'est une interaction à longue distance appelée "nuage (ou atmosphère) de Cottrell" autour de la dislocation coin [Cottrell and Bilby, 1949].

Du fait de l'agitation thermique, les atomes interstitiels et substitutionnels diffusent vers la dislocation. Comme détaillé sur la figure 1.32, les atomes plus petits vont dans la zone en compression (a), tandis que les atomes plus gros vont dans la zone en tension (b), tout comme les interstitiels (c), qui sont plus petits.

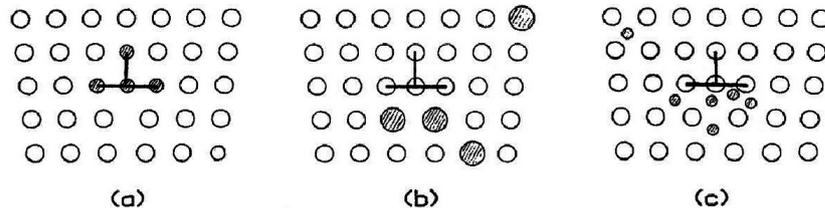


FIG. 1.32 – Configurations d'atomes interstitiels et substitutionnels autour d'une dislocation [Cottrell and Bilby, 1949].

Contrairement à la vision de Cottrell, le point de vue actuel montre que le mouvement des dislocations est inhomogène en espace et discontinu en temps, à cause des variations locales de l'état de contrainte et de l'activation thermique. Ce mouvement peut être gêné par la contrainte de Peierls, l'intersection de dislocations appartenant à différents plans de glissement, comme cela a été détaillé dans la 1.2.2.

Le vieillissement dynamique n'est pas seulement dû à l'ancrage-désancrage des dislocations. Il est également nécessaire que les dislocations interagissent par leur champ de contrainte à longue distance, ce qui a pour effet de les mettre en mouvement et provoque des avalanches de dislocations.

Deux interprétations ont été suggérées pour la compréhension de ces phénomènes dynamiques :

- celle basée sur la diffusion autour des lignes et cœurs de dislocations : "pipe diffusion" ; et également basée sur l'ancrage par les autres dislocations (cf figure 1.33) [Sleswyk, 1958].

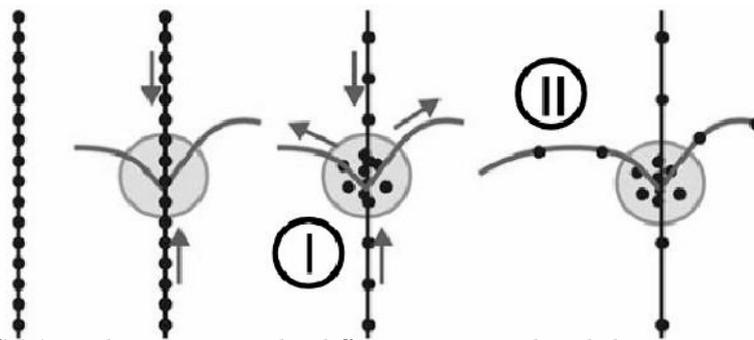


FIG. 1.33 – Schéma du processus de diffusion autour des dislocations mobiles et forêt [Graff, 2006]. Les atomes commencent par diffuser vers l'intersection entre les dislocations à partir des dislocations de la forêt ; puis diffusent ensuite le long des dislocations initialement libres de tout atome.

- celle basée sur l'arrangement des atomes selon le mécanisme de Snoek que nous avons vu précédemment 1.3.3 [Snoek, 1941]. On rappelle que les atomes en insertion dans la maille BCC sont dans les sites octaédriques. Or ces sites ne sont pas équivalents, ce qui déforme la maille. Lors d'une sollicitation suivant un axe du réseau, le champ de contrainte fait "sauter" les atomes d'un site à l'autre en fonction de la position la plus favorable énergétiquement.

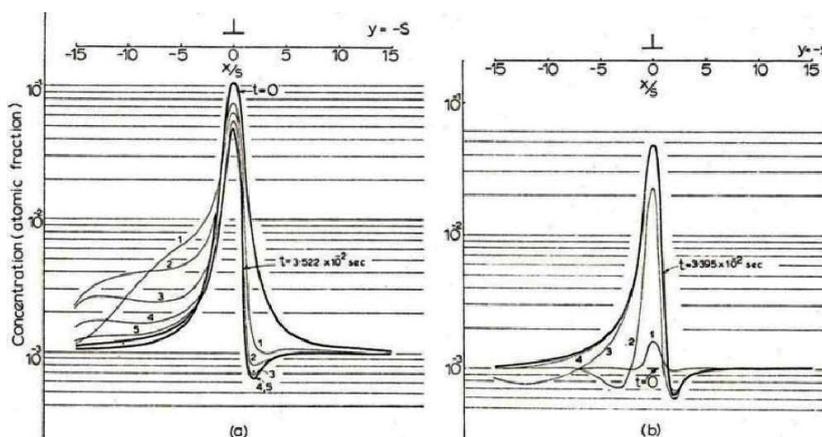


FIG. 1.34 – Calculs de variations de concentration d'atomes de carbone autour d'une dislocation coin [Yoshinaga and Morozumi, 1971].

Des calculs de changements de concentration d'atomes de carbone à  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  autour d'une dislocation coin en mouvement à  $200\text{ nm}^{-1}$  ont été effectués [Yoshinaga and Morozumi, 1971].

Sur l'image 1.34(a), on part d'une dislocation immobile (profil en gras à  $t = 0$ ), avec un profil de concentration symétrique à l'équilibre thermique. La mise en mouvement de la dislocation engendre l'évolution de la concentration (courbes 1, 2, 3, 4 et 5). On observe la formation d'une trainée derrière la dislocation et d'un creux en front de dislocation. Cette trainée se stabilise progressivement.

Sur l'image 1.34(b), la dislocation est initialement en mouvement, mais sans surconcentration d'atomes (pas d'atmosphère) initiale. L'allure est d'abord symétrique, puis une trainée se forme pour arriver au même profil stabilisé que dans la situation précédente. La dislocation a ainsi tendance à "pomper" les atomes devant elle ; et à les trainer derrière elle dans son mouvement, quelle que soit la configuration de départ.

Ainsi, dans le régime des basses températures concernant notre étude (en-dessous du domaine où se produit le phénomène de PLC), les atomes interstitiels ou substitutionnels conservent une certaine mobilité leur permettant d'atteindre les dislocations au cours d'un séjour prolongé à température ambiante. Ce type de vieillissement est appelé vieillissement statique (ou SSA : Static Strain Aging), car il ne se produit pas simultanément à la déformation. L'ancrage des dislocations par les atomes va requérir une surcontrainte afin de les mettre en mouvement.

Leur mise en mouvement massive à l'échelle microscopique peut générer dans certains matériaux une bande de localisation, appelée bande de Lüders [Lüders, 1860]. Des micrographies montrent (cf. figure 1.35) la zone du front d'une bande de Lüders dans un acier doux [Nadai, 1931]. On y voit des grains déformés présentant des bandes de glissement orientées systématiquement dans le même sens et d'autres grains non déformés. Cette observation peut être associée à un mécanisme de propagation de bande grain par grain [Soler, 1998].

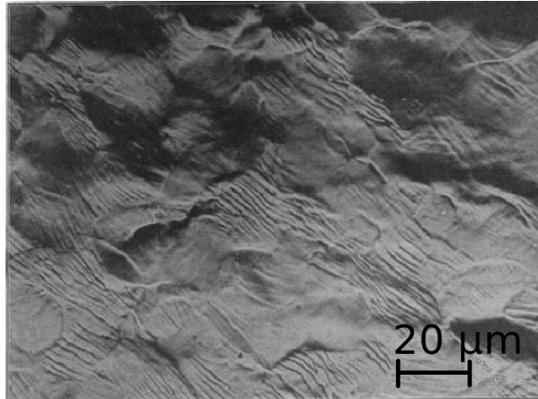


FIG. 1.35 – Essai de traction interrompu sur un acier doux. Zone du front de bande [Nadai, 1931].

L'ensemble de ces études à la fois à l'échelle macroscopique et à l'échelle microscopique est complété par les études réalisées portant sur le comportement en fatigue des métaux.

## 1.5 Comportement mécanique en fatigue

Afin d'étayer la compréhension du comportement mécanique du tantale, des études portant sur le comportement en fatigue ont été menées. L'amorçage de fissure en fatigue dans un tel matériau peut être transgranulaire à "haute" température et/ou "basse" vitesse et intergranulaire à "basse" température et/ou "haute" vitesse. Il a été observé expérimentalement qu'à température ambiante, qui est la température de transition entre le domaine des phénomènes thermiquement activés à basse température et le palier athermique à haute température (cf. figure 1.16), le tantale présente les deux modes de rupture qui cohabitent, à la fois intergranulaire et transgranulaire.

Ainsi, après avoir présenté dans cette partie des généralités sur la fatigue des métaux, nous présenterons les deux grands modes de fissuration : intergranulaires et intra- (ou trans-)granulaire, puis le cas des ruptures mixtes, déjà observées dans la littérature, dépendamment des paramètres expérimentaux.

### 1.5.1 Définitions

L'étude du comportement mécanique des métaux en fatigue fait appel à divers paramètres et grandeurs qui sont présentés ici. Pour une étude approfondie des mécanismes de rupture en fatigue des matériaux, il conviendra de se référer aux ouvrages de C. Bathias et A. Pineau [Bathias and Pineau, 2008] en français et à celui de S. Suresh [Suresh, 1998] en anglais. Pour un essai piloté en contrainte, la terminologie est détaillée sur les figures 1.36 et 1.37.

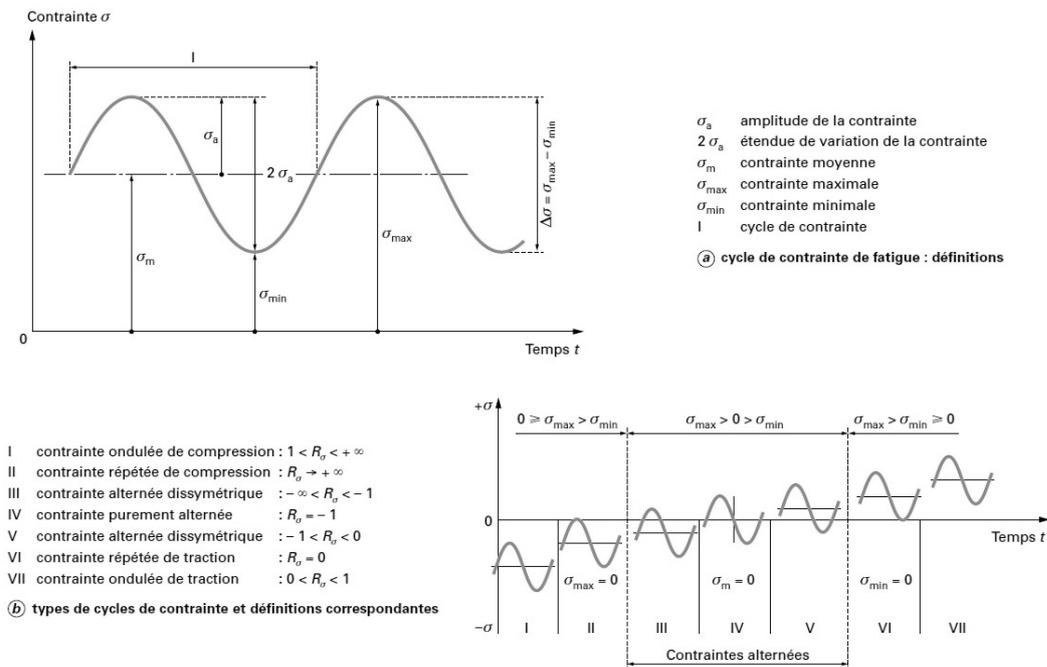


FIG. 1.36 – Définition des principaux types de sollicitations en fatigue [Rabbe et al., 2000].

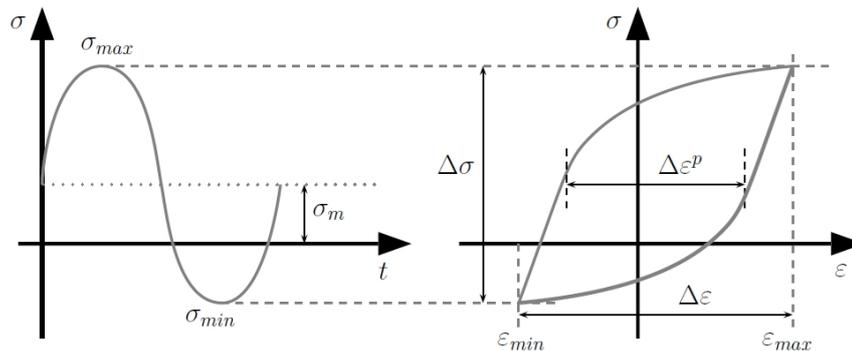
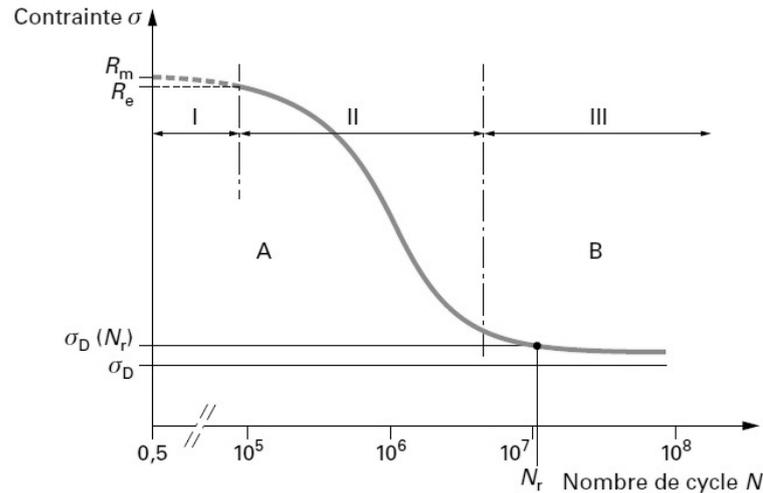


FIG. 1.37 – Évolution de la contrainte en fonction du temps (gauche) et boucle d'hystérésis correspondante (droite) [Krupp, 2007].

A partir de ces termes, on peut définir différentes grandeurs telles que :

- $\epsilon_{min}$  et  $\epsilon_{max}$  qui sont respectivement les déformations minimale et maximale atteintes sur un cycle ;
- $\frac{\Delta\epsilon}{2} = \frac{(\epsilon_{max} - \epsilon_{min})}{2}$  est l'amplitude de déformation et  $\epsilon_m = \frac{(\epsilon_{max} + \epsilon_{min})}{2}$  est la déformation moyenne ;

- $\sigma_{min}$  et  $\sigma_{max}$  qui sont respectivement les contraintes minimale et maximale atteintes sur un cycle ;
- $R = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{min}}$  est le rapport de charge tel que présenté sur la figure 1.36 (b) ;
- $\frac{\Delta\sigma}{2} = \frac{(\sigma_{max}-\sigma_{min})}{2}$  est l'amplitude de contrainte et  $\sigma_m = \frac{(\sigma_{max}+\sigma_{min})}{2}$  est la contrainte moyenne.



I	domaine plastique oligocyclique	$R_e$	limite d'élasticité
II	domaine d'endurance limitée	$R_m$	charge de rupture
III	domaine d'endurance illimitée	$\sigma_D$	limite de fatigue
A	zone de non-rupture probable	$\sigma_D(N_r)$	limite d'endurance conventionnelle à $N_r$ cycles
B	zone de rupture probable		

FIG. 1.38 – Diagramme d'endurance et courbe de Wöhler [Rabbe et al., 2000].

A partir de la fin du  $XIX^{eme}$  siècle, des études ont cherché à relier la contrainte imposée avec le nombre de cycles à rupture pour un matériau donné, notamment avec les célèbres courbes de Wöhler (également appelées courbes S-N), telles que celle présentée schématiquement sur la figure 1.38. A partir de ces courbes, trois grands domaines d'étude peuvent être distingués :

- le domaine plastique oligocyclique pour un nombre de cycles  $N < 10^5$  ;
- le domaine de l'endurance limitée, pour des durées de vie intermédiaires entre  $10^5 < N < 10^7$  cycles ;
- le domaine de l'endurance illimitée, ou fatigue à grand nombre de cycles.

Connaissant un niveau de sollicitation pour un matériau donné, on peut ainsi calculer l'ordre de grandeur de sa durée de vie, ou à l'inverse, connaissant la durée de vie recherchée, on peut déterminer le niveau de contrainte à ne pas dépasser. Ce genre de courbe est ainsi particulièrement utile pour le dimensionnement des pièces métalliques.

Il existe cependant une grande dispersion pour ce genre d'essais, et un grand nombre d'éprouvettes est nécessaire afin d'établir une valeur précise de la limite d'endurance et d'accéder à la dispersion. Le calcul d'une valeur de durée de vie et/ou du niveau de contrainte associé est ainsi généralement couplé à une probabilité de rupture.

La durée de vie  $N_f$  d'une éprouvette sollicitée en fatigue peut être décomposée en une phase d'amorçage  $N_i$  et une phase de propagation  $N_p$ . Dans le cas de sollicitation à grand nombre de cycles, c'est la phase d'amorçage  $N_i$  qui constitue la plus grande part de la durée de vie [Bathias and Pineau, 2008]. Quand l'amplitude de déformation ou de contrainte imposée augmente, le rapport  $\frac{N_i}{N_f}$  diminue et le nombre de sites d'amorçage observés en surface augmente.

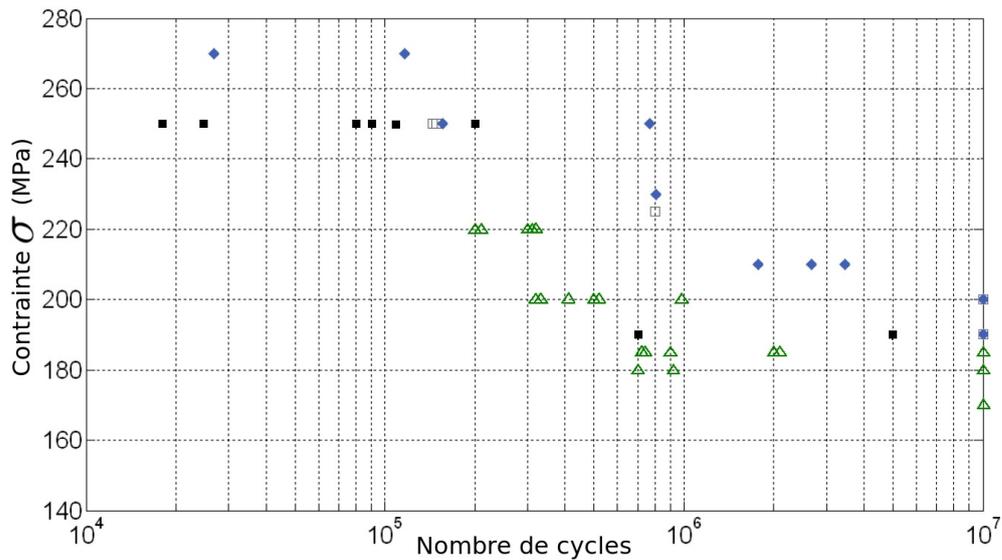


FIG. 1.39 – Courbe de Wöhler du tantale avec  $R = -1$  et  $f = 100 \text{ Hz}$  [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010].

Dans le cas du tantale, les études précédentes ont permis d'établir une courbe de Wöhler de notre matériau d'étude, proposant une limite d'endurance à 185 MPa (cf. figure 1.39).

Ces premières études macroscopiques ont été par la suite agrémentées de multiples études à l'échelle microscopiques, permettant de distinguer deux grandes familles de modes de rupture : celle par fissuration intergranulaire et celle par fissuration transgranulaire, qui sont détaillées ici.

### 1.5.2 Amorçage de fissures intergranulaires

Dans le cas des matériaux cubiques centrés, la rupture intergranulaire est typique du comportement à basse température, c'est à dire à des températures inférieures au palier athermique [Mughrabi et al., 1981, Magnin et al., 1984]. Elle est ainsi caractérisée par des fissures se propageant aux joints de grains. Un exemple typique d'amorçage de fissures de fatigue intergranulaires est visible sur la figure 1.40 pour d'autres matériaux.

Sur la figure 1.40 (a), on peut également relever un grand nombre de bandes de glissement à l'intérieur des grains, avec une surface très perturbée, mais ces bandes n'ont pas conduit à l'apparition de fissures transgranulaires.

De façon synthétique, plusieurs conditions sont à réunir pour qu'une fissure de fatigue apparaisse aux joints de grains. Tout d'abord, une forte désorientation entre les grains est nécessaire [Suresh, 1998, Kobayashi et al., 2008]. Ensuite, il faut que le système de glissement actif d'au moins un des grains soit dirigé vers l'intersection du joint de grain avec la surface [Suresh, 1998]. Enfin, une forte désorientation du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation ( $30$  à  $90^\circ$ ) est nécessaire [Suresh, 1998].

Les points triples ont un effet encore plus marqué, du fait de la concentration de contrainte qui y est localisée, engendrant de la cavitation [Kobayashi et al., 2008].

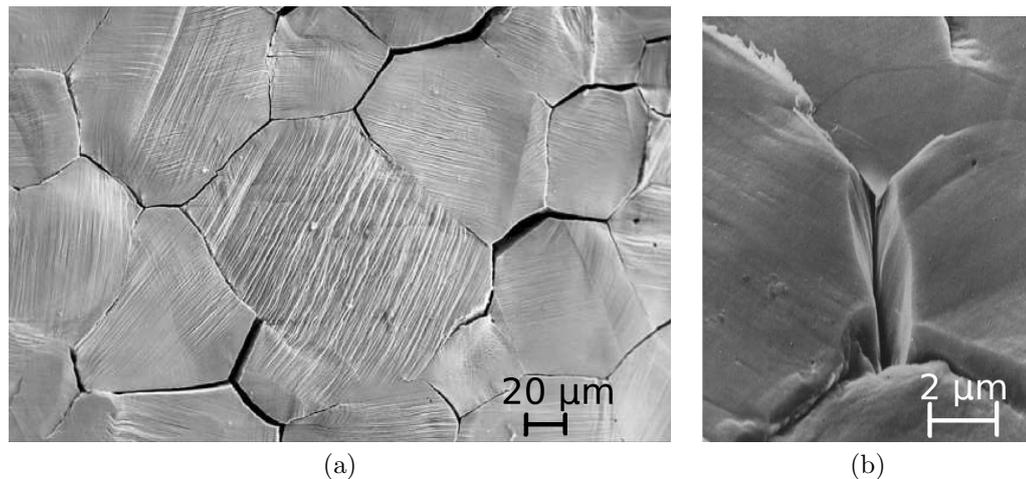


FIG. 1.40 – Images MEB d’un amorçage intergranulaire en fatigue : (a) dans du nickel [Chan, 2010], (b) dans du fer- $\alpha$  [Sommer et al., 1998].

Les fissures intergranulaires sont plus courbées, perturbées que celles transgranulaires : elles ont un caractère sinueux. Cette géométrie particulière est liée à l’incompatibilité de déformation plastique près des joints de grains [Parisot et al., 2000, Parisot et al., 2004a, Parisot et al., 2004b].

Pour les cubiques centrés, ce mode de fissuration se produit à faible et moyenne amplitude de déformation à cause de l’ancrage des lignes de glissement (ou PSB en anglais : Persistent Slip Band) aux joints de grains. Il se produit également à forte amplitude de déformation à cause des marches de surface formées aux joints de grains [Mughrabi et al., 1981].

Dans le cas du tantale sollicité à très hautes fréquences par ultrasons (20  $kHz$ ), le mode de rupture est intergranulaire, avec un amorçage en surface [Papakyriacou et al., 2001, Papakyriacou et al., 2002]. Le pilotage en déplacement par résonance a permis de mettre en évidence un adoucissement cyclique jusqu’à  $5 \cdot 10^4$  cycles environ, puis un durcissement cyclique jusqu’à la rupture se produisant à plus de  $10^8$  cycles sur l’ensemble des essais réalisés.

### 1.5.3 Amorçage de fissures transgranulaires

De manière générale, surtout pour les métaux purs, l’amorçage en fatigue se produit à la surface du matériau [Forsyth, 1951, Forsyth, 1953]. La phase d’amorçage des fissures est schématisée sur la figure 1.41. On y voit l’amorçage en surface, que nous décrirons par la suite, et les stades de propagation 1 et 2 qui n’entrent pas dans le cadre de notre étude.

Le mode de fissuration transgranulaire est typique des matériaux cubiques à faces centrées, dont le matériau “école” est le cuivre, largement étudié dans la littérature. Il est également le mode de rupture rencontré dans les monocristaux, ceux-ci n’ayant pas de joints de grain par définition. Il se caractérise par des fissures qui apparaissent dans les grains, et sont liées à l’orientation cristallographique de ces derniers.

Ce genre d’étude est très sensible à la pureté du matériau. En effet, la formation de gros précipités ou la présence d’inclusions peut changer radicalement le comportement, avec un amorçage qui peut se faire sur ces particules, parfois même sous la surface [Bathias and Pineau, 2008].

En surface, certains grains favorablement orientés pour le glissement vont accommoder la

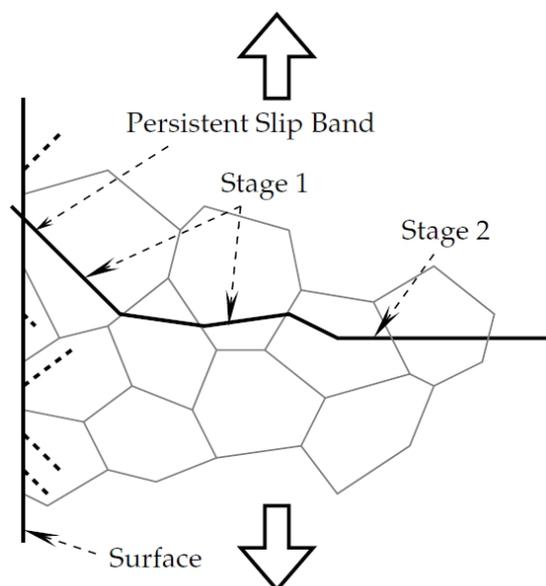


FIG. 1.41 – Représentation schématique des différents stades de propagation de fissure [Forsyth, 1963].

déformation. Ce nombre de cycle augmentant, la déformation suivant certains plans va croître, jusqu'à ce que des plans de glissement finissent par émerger hors de la surface du matériau, formant des intrusions-extrusions, comme on le voit sur la figure 1.42 (a).

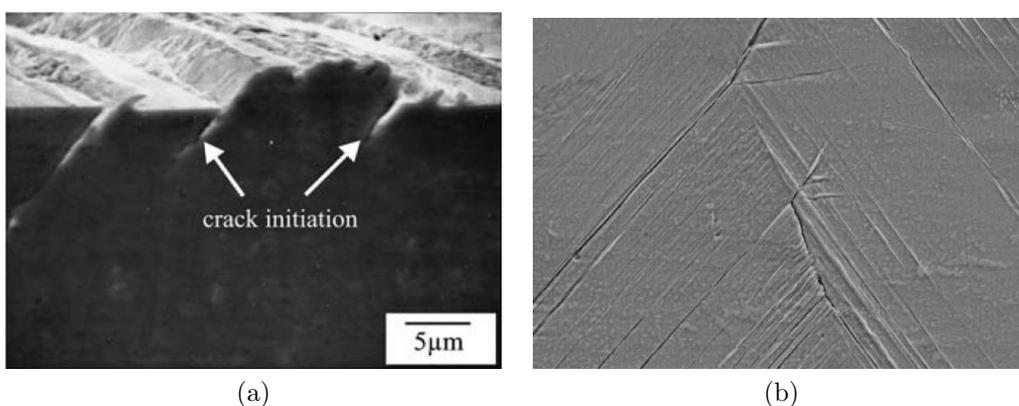


FIG. 1.42 – Amorçage de fissure à la base d'une extrusion de surface : (a) dans un monocrystal de cuivre après 60000 cycles [Ma and Laird, 1989], (b) dans un polycristal [Chan, 2010].

Les amas de plans de glissement sont appelés bandes de glissement persistantes, ou plus communément PSB (de l'anglais Persistent Slip Band) et sont en réalité composés de plusieurs milliers de plans de glissement (environ 5000 dans le Cu à température ambiante [Ma and Laird, 1989]). Un chargement monotone a tendance à former des "escaliers" ("marches"), alors qu'en fatigue, on a des intrusions-extrusions (PSBs). L'écroissage cyclique est ainsi lié à l'arrangement progressif des dislocations, jusqu'à atteindre un équilibre.

Les premiers cycles d'écroissage engendrent la formation de dipôles de dislocations coin (les diclocations vis s'annulent). Dans les veines (ou murs) de dislocations, la densité de dislocations est élevée ( $\rho_d \approx 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ), ce qui représente une distance d'environ 30 nm entre les

dislocations. Dans les canaux en revanche, c'est à dire les zones entre les murs de dislocations, la densité de dislocations est de trois ordres de grandeur inférieure à celle des veines (elles sont ainsi quasi-absentes).

Dans les BCC, les cœurs de dislocations vis ne se dissocient pas, à cause de leur friction de réseau (contrainte de Peierls) importante. A faible amplitude de déformation plastique, il n'y a donc pas d'écroissage, car seules les dislocations coins se déplacent. En revanche, si l'amplitude est plus importante, on a un mouvement des dislocations coin et des dislocations vis. Dans ce cas, on a formation de cellules, qui se manifestent à l'échelle macroscopique par de l'écroissage.

Dans le cuivre sollicité en fatigue, on assiste à une formation rapide d'extrusions, et à un développement graduel de la rugosité de surface [Suresh, 1998, Mughrabi et al., 1983]. Avant 1000 cycles, les PSBs dans le monocristal sont "lisses", puis deviennent de plus en plus perturbées, avec une rugosité finale de l'ordre de 200 nm après  $10^5$  cycles.

Dans le cas du polycristal sollicité jusqu'à rupture, les PSBs sont globalement perpendiculaires à l'axe de sollicitation [Parisot et al., 2000, Parisot et al., 2004a, Parisot et al., 2004b, Mughrabi et al., 1983]. Leur largeur de d'environ  $1 \mu\text{m}$  après  $10^4$  cycles, pour une hauteur d'environ  $1 \mu\text{m}$ . Les PSBs se transmettent de grain à grain à travers les joints de grains. A mesure que le nombre de cycles augmente, du glissement secondaire apparaît dans les PSBs qui transforme les murs de PSBs en structures de cellules. On parle alors d'écroissage cyclique "secondaire".

Il y a également un effet des lacunes dans les PSBs, qui vont coalescer [Essmann et al., 1981]. Ceci peut engendrer des vides à l'interface entre les PSBs et la matrice de l'ordre de 100 nm, étant ainsi des sites privilégiés d'initiation des fissures de fatigue, à l'interface entre les PSBs et la matrice [Priester, 2011].

Des essais en flexion rotative à 100 Hz sur des éprouvettes de tantale pur ont mis en évidence un mode de rupture transgranulaire en surface, se produisant à très grand nombre de cycles :  $2.10^8$  cycles environ [Papakyriacou et al., 2001].

L'apparition de PSBs en surface du tantale a été observé lors d'études précédentes, comme on le voit sur la figure 1.43.

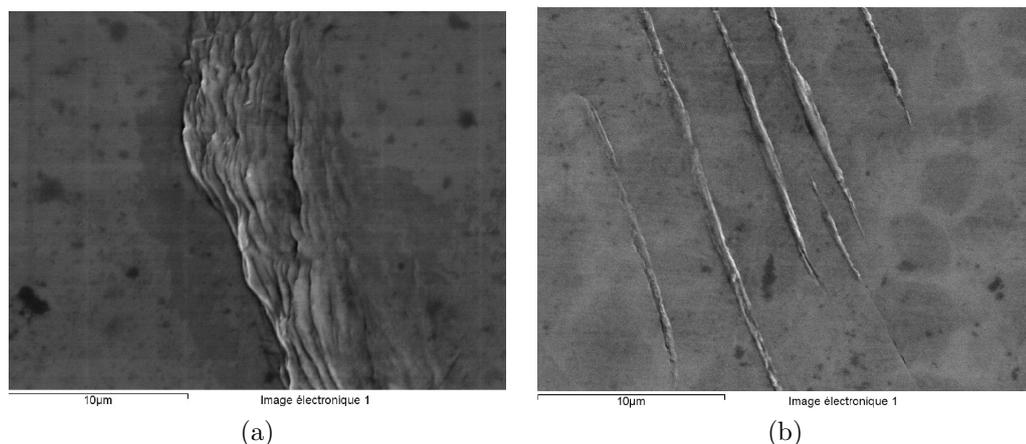


FIG. 1.43 – Bandes de glissement apparaissant à la surface d'un échantillon de tantale non-fissuré : (a) apparition de fines lignes dans la bande, (b) lignes parallèles [Guillaumin, 2009, Helstroffer, 2010].

### 1.5.4 Rupture mixte

Il arrive cependant que le matériau étudié ne présente pas qu'un seul mode de fissuration, mais les deux en même temps, comme c'est le cas du tantale utilisé dans notre étude. La particularité de ce mode de rupture réside essentiellement dans le fait que la température ambiante corresponde à la transition entre les phénomènes thermiquement activés et le palier athermique. Les deux domaines de températures ne conduisent pas au même mode de rupture, comme il a été démontré dans le cas du fer- $\alpha$  [Mughrabi et al., 1981].

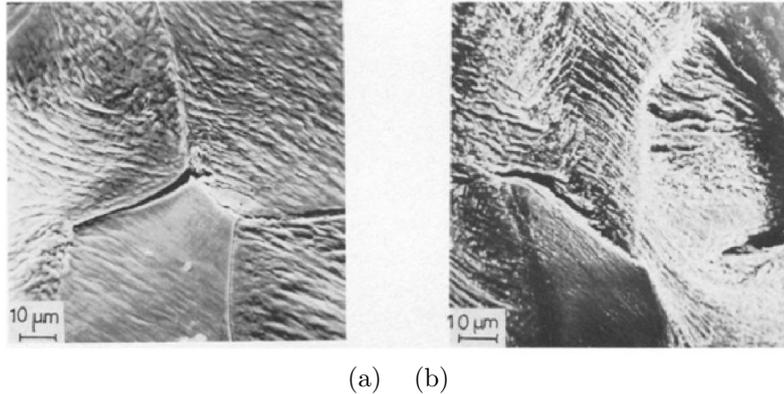


FIG. 1.44 – Initiation de fissure dans du fer- $\alpha$  polycristallin à différentes vitesses. (a) Haute vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 3,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Fissuration intergranulaire. (b) Basse vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = 3,75 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Fissuration transgranulaire [Mughrabi et al., 1981].

Pour le polycristal de fer- $\alpha$ , il y a une équivalence entre le comportement à basse température et celui à haute vitesse de déformation, associés à un mode de fissuration intergranulaire (cf. figure 1.44 (a)). A haute température, le comportement est équivalent à celui des faibles vitesses de déformation, avec une rupture transgranulaire (clivage). Dans ce cas, la fissure s'initie beaucoup plus tôt dans les bandes.

En outre, la teneur en atomes interstitiels modifie l'évolution de la structure des dislocations, et favorise un comportement proche de celui des CFC. L'ajout de 30 ppm massiques de carbone au fer- $\alpha$  a pour effet de générer beaucoup de PSBs parallèles à  $[\bar{1}01]$  (cf. figure 1.45), avec un glissement primaire dominant parallèle au vecteur de Burgers. L'aspect courbe des PSBs est caractéristique des matériaux à forte énergie de faute d'empilement, faisant intervenir du glissement dévié. De plus, s'il n'y a pas d'interstitiels dans un polycristal, il n'y aura pas formation de PSBs au cours de la sollicitation et dans ce cas la rupture est intergranulaire.

Dans le cas du tantale, des observations antérieures ont permis de mettre en évidence l'apparition de fissures mixtes conduisant à la ruine de l'éprouvette, telles que l'on voit sur la figure 1.46 [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010]. On observe des facettes correspondant aux joints de grains, ainsi que des lignes parallèles correspondant à une rupture cristallographique transgranulaire.

Ces clichés issus d'études préliminaires ont été réalisés sur des éprouvettes rompues. Par conséquent, l'amorçage de fissure n'a pas été détecté suffisamment tôt au cours de l'essai et ne permet pas de trancher sur le mode d'amorçage, ni sur le nombre de cycles nécessaires pour l'apparition de fissures. Ce faisant, il n'a pas non plus été possible d'étudier les mécanismes conduisant à l'amorçage d'une fissure, ni de quantifier la déformation cumulée conduisant à cet amorçage. La présente étude a l'ambition de combler cette lacune.

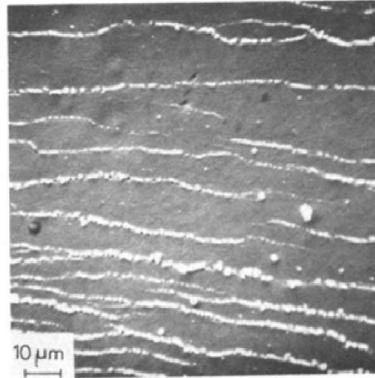


FIG. 1.45 – Apparition de PSB en surface d'un fer- $\alpha$  monocristallin dopé à 30 ppm massiques de C [Mughrabi et al., 1981].

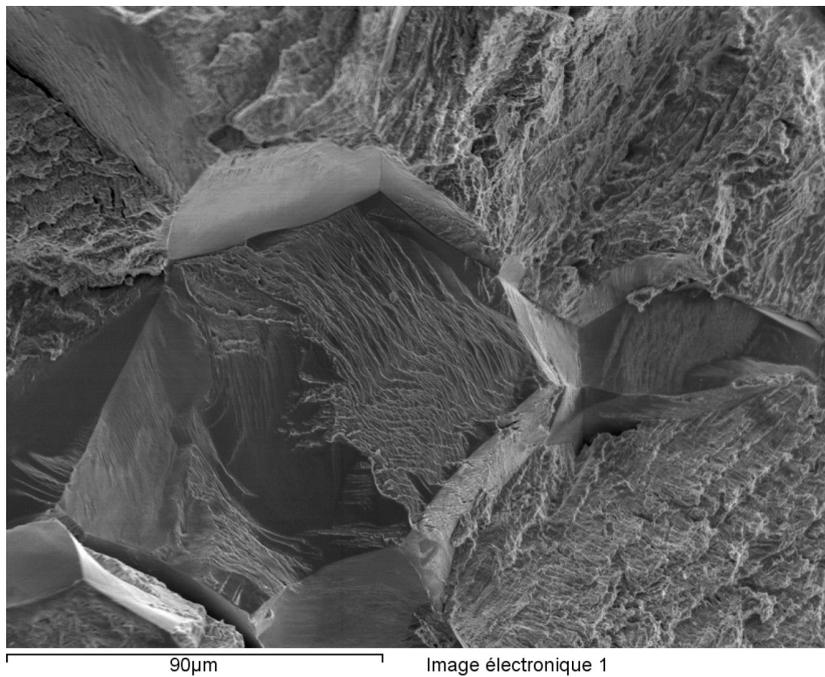


FIG. 1.46 – Image de la propagation d'une fissure mixte [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010].

## Synthèse de l'étude bibliographique

Finalement, nous avons vu que divers éléments influençaient le comportement macroscopique du tantale, tels que la teneur en impuretés, la vitesse et la température de sollicitation, la texture, etc.

Les anomalies de comportement du monocristal telles que l'écart à la loi de Schmid ont été expliquées par dissociation des cœurs de dislocations des familles  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$ . A plus hautes températures, les interactions entre les dislocations et les atomes interstitiels peuvent générer des serrations de type Portevin Le-Chatelier ; tandis qu'à basse température, un saut de propriété mécanique est expliqué par les mécanismes de Snoek.

A l'échelle du polycristal, le mécanisme de Snoek, le nuage de Cottrell et les cœurs de dislocations ont le même effet macroscopique. Il faut prendre en compte le comportement collectif des dislocations, et pas seulement leur comportement individuel. De plus, des anomalies de déformation sont observées sur certaines courbes de traction à température ambiante. Ces anomalies nous intéressent particulièrement, car elles se produisent pour de faibles amplitudes de déformation, comme c'est le cas en fatigue.

Dans ce cas, le tantale présente un amorçage de fissure mixte, c'est à dire à la fois intergranulaire (aux joints de grains) et transgranulaire (à l'interface entre les PSBs et la matrice). Cet amorçage est précédé d'une accumulation de la déformation dans les grains et aux joints de grains. L'influence du pic de traction macroscopique sur le comportement local en fatigue n'a jamais été étudiée, ni à l'échelle macroscopique ni à l'échelle microscopique, bien que les deux mécanismes soient intimement liés.

Ainsi, une modélisation des mécanismes de localisation de la déformation à température ambiante à la fois pour des sollicitations monotones et cycliques est nécessaire, permettant ainsi de faire le lien entre le comportement mésoscopique et les anomalies de comportement observées. Dans un premier temps, nous adopterons un modèle macroscopique assez simple introduisant une nouvelle variable interne de vieillissement. Le modèle est confronté aux observations expérimentales macroscopiques et mésoscopiques, couplées à différents systèmes de mesures de champs.



## Chapitre 2

# Description macroscopique du vieillissement statique et du comportement cyclique

### 2.1 Mise en évidence expérimentale du vieillissement statique et du comportement cyclique

#### 2.1.1 Réponse mécanique à température ambiante

Le matériau d'étude est un tantale commercialement pur (cf. tableau 1.4), dont la structure cristalline est cubique centrée. La figure 2.1 présente la réponse macroscopique contrainte - déformation à température ambiante pour différentes vitesses de sollicitation. Cette figure permet de relever différentes caractéristiques du comportement du tantale, à savoir la chute de contrainte associée à la plasticité, la forte sensibilité à la vitesse de déformation, la forte ductilité et enfin un écrouissage indépendant de la vitesse de sollicitation en première approximation et pour de faibles vitesses de déformation, l'adoucissement thermique étant négligeable. La présente étude se concentre sur le début de la déformation plastique, inférieure à 10 % ; là où la chute de contrainte est particulièrement significative. Dans cette partie, nous allons utiliser différentes méthodes pour tenter de montrer que certaines anomalies de comportement peuvent être interprétées comme les manifestations d'un phénomène de vieillissement statique.

Dans la partie 1.2.4, l'étude de monocristaux de tantale de différentes orientations, sollicités à la fois en traction et en compression n'a pas permis de mettre explicitement en évidence d'anomalie de comportement. On peut toutefois relever un petit plateau au début du stade I sur les courbes 8, 28 et 30 de la figure 1.11. On peut également le deviner sur les courbes de la figure 1.14 pour des essais de compression. Les échelles portant sur de très larges niveaux de déformation, l'échantillonnage des points peut avoir fait disparaître les anomalies de comportement lors des premiers instants de la déformation plastique (transition entre le stade 0 et le stade 1). Les taux de déformation mesurés sont en effet de l'ordre de 100 %, alors que le pic s'étale rarement au-delà de 1 à 2 % de déformation.

Deux géométries d'éprouvettes plates ont été utilisées (cf. figure 2.2) : une mince pour les essais monotones d'épaisseur 2,5 mm, et une épaisse pour les essais alternés de traction - compression d'épaisseur 8 mm, afin de s'affranchir des risques de flambage. Ces deux géométries d'éprouvettes sont usinées dans des tôles élaborées selon la gamme présentée dans la partie 1.3.3. Elles sont utilisées brutes d'usinage, sans traitement thermique ni polissage après usinage (sauf mention contraire).

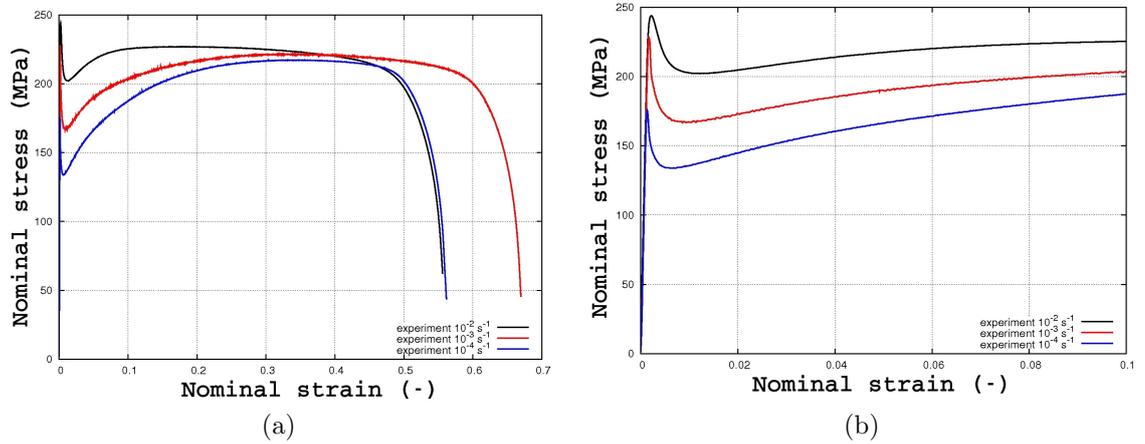


FIG. 2.1 – Essais de traction à température ambiante pour différentes vitesses de sollicitation de  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . (a) Courbe complète, (b) zoom sur les dix premiers pourcents.

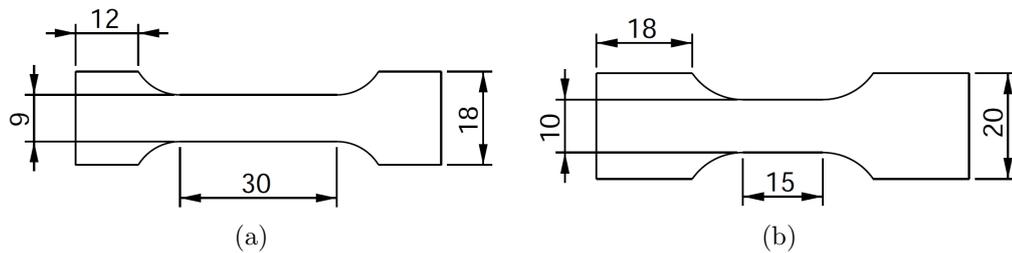


FIG. 2.2 – (a) Géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais monotones de 2,5 mm d'épaisseur ; (b) Géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais cycliques et d'inversion de la direction de sollicitation de 8 mm d'épaisseur.

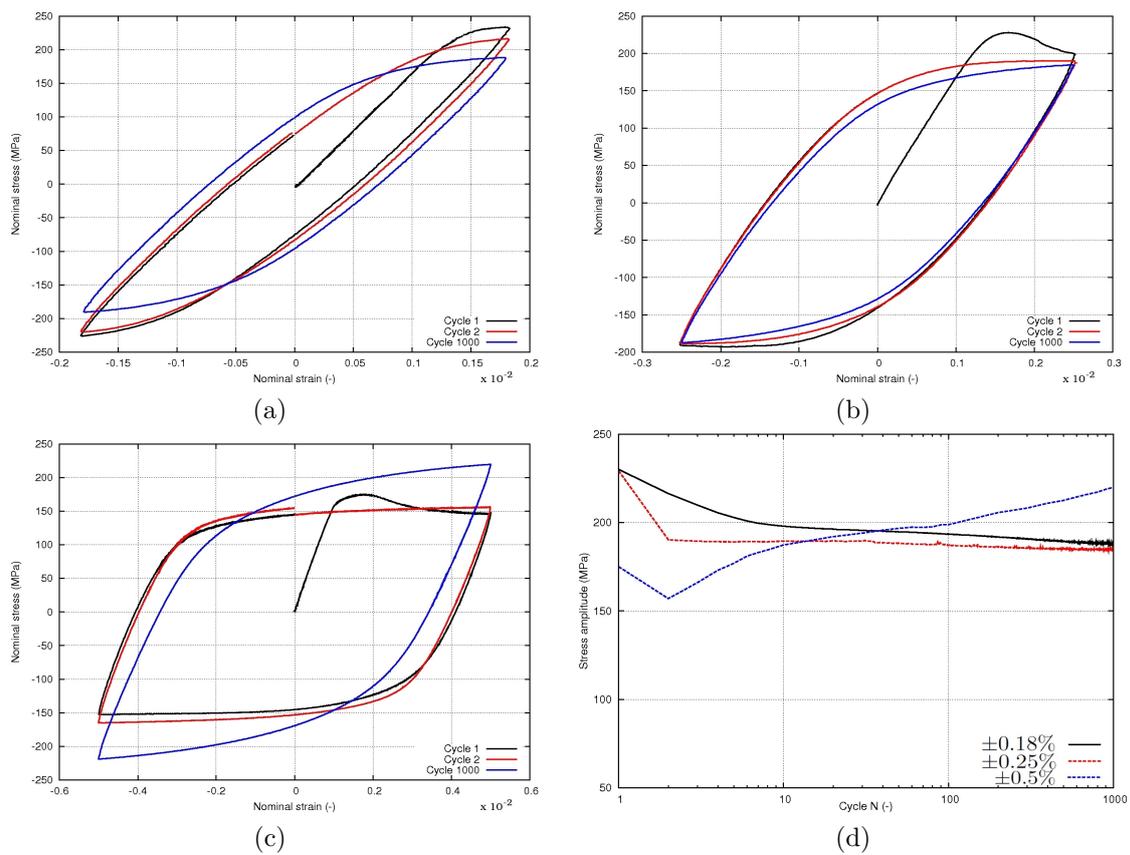


FIG. 2.3 – Boucles d'hystérésis pour différentes amplitudes de déformation : (a)  $\pm 0.18\%$ , (b)  $\pm 0.25\%$ , (c)  $\pm 0.5\%$  at  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , (d) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour les trois amplitudes de déformation imposées.

Plusieurs essais cycliques ont été réalisés, pour différentes amplitudes de déformation imposée, de  $\pm 0,18\%$  à  $\pm 0,5\%$  et à une vitesse de sollicitation de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (cf. figure 2.3). Cette figure permet de mettre en évidence une forte interaction entre le comportement cyclique et l'amplitude de déformation. En effet, lorsque l'amplitude de déformation est faible ( $\pm 0,18\%$ ), on relève un léger adoucissement cyclique. Pour une amplitude intermédiaire ( $\pm 0,25\%$ ), le comportement est stable, sans durcissement ni adoucissement cyclique. Enfin, dans le dernier cas présenté ( $\pm 0,5\%$ ), un fort écrouissage cyclique est à noter.

Cette interaction importante entre l'amplitude de déformation imposée et le comportement cyclique a déjà été observée dans les cas des matériaux cubiques centrés (comme le fer- $\alpha$  par exemple) [Mughrabi et al., 1981, Magnin et al., 1984]. Cette interaction est en réalité à relier aux différentes familles de dislocations mises en jeu lors de la déformation de la maille cubique centrée en fonction de l'amplitude de déformation.

Des observations au Microscope Électronique à Transmission (MET) du fer- $\alpha$  ont permis de montrer que pour de faibles amplitudes de déformation, la densité de dislocations augmente peu, car le glissement s'effectue selon le mode basses températures présenté sur la figure 1.8 et donc peu de sources de Frank-Read sont actives. Seuls de longs segments de dislocations vis sont actifs, présentant une faible mobilité. Ainsi, l'essentiel de la déformation cyclique est accommodée par les dislocations coin. Comme il n'y a que peu d'interaction entre les dislocations, le matériau présente peu de multiplication à l'échelle locale, ce qui à l'échelle macroscopique se manifeste par très peu d'écrouissage cyclique.

En revanche, pour des amplitudes de déformation plus importantes, les dislocations vis se multiplient beaucoup plus. En complément, des amas de dislocations coin se forment en un réseau tridimensionnel grâce au glissement secondaire. Ainsi, une forte densification de dislocation se produit, engendrant un écrouissage cyclique macroscopique [Mughrabi et al., 1981, Magnin et al., 1984, Takao and Kusukawa, 1996].

De plus, il a été démontré que l'amplitude de déformation a également une influence sur l'amorçage de fissures de fatigue [Takao and Kusukawa, 1996]. En effet, dans le cas du titane pur, une faible amplitude de déformation conduit à un amorçage transgranulaire. Pour une amplitude de déformation importante, un amorçage préférentiellement intergranulaire est relevé. Ce comportement est dû au peu de systèmes de glissement actifs dans la structure cristalline hexagonale compacte. Ainsi, l'accommodation de la déformation pour de grandes amplitudes de déformation est rendue difficile, conduisant à de fortes concentrations de contraintes aux joints de grains. De ce fait, cette intensité des champs de contrainte conduit à un amorçage de fissures intergranulaires.

En complément, d'autres études ont été faites pour la compréhension de la nature des mécanismes sous-jacents au pic de traction. Ainsi, des essais avec inversion de la direction de charge ont été réalisés dans les années 1960 dans le cas des aciers par Orowan, et seulement publiés récemment par Elliot [Elliot et al., 2004]. Ces essais sont basés sur l'étude de l'influence de la direction de sollicitation (traction ou compression dans notre cas, mais historiquement en torsion) avant et après un temps de vieillissement. Plus récemment, une étude portant sur la suppression des instabilités plastiques dans le cas de aciers ferritiques et des alliages d'aluminium AlMg a été également réalisée [Saada and Kruml, 2013].

Les essais réalisés dans la présente étude dans le cas du tantale sont résumés sur la figure 2.4. Entre chaque chargement, l'éprouvette est démontée et vieillie pendant 4 jours à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  avant d'être remontée puis sollicitée. Les essais de traction et de compression ont été effectués en utilisant un système anti-flambement comportant des interfaces revêtues de PTFE, afin d'en réduire le frottement et de ce fait l'influence du montage sur le comportement.

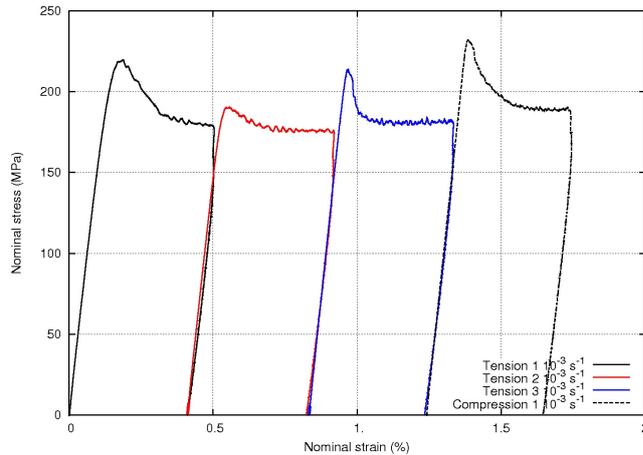


FIG. 2.4 – Inversion de la direction de déformation à température ambiante et à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les vieillissements entre les sollicitations ont été réalisés à  $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 4 jours. Les oscillations visibles sur les courbes sont dues à l’asservissement de la machine.

La figure 2.4 permet ainsi de constater que si la durée de vieillissement est suffisante, le pic de surcontrainte est systématique, quelles que soient les conditions de chargement avant et après vieillissement. Ce résultat n’est pas en accord avec les résultats des articles cités précédemment pour d’autres matériaux.

En effet, dans le cas des aciers et alliages d’aluminium, l’inversion de la direction de sollicitation après un vieillissement a pour effet de faire disparaître le pic de traction [Elliot et al., 2004, Saada and Kruml, 2013]. Cependant, pour les temps de vieillissement intermédiaires (quelques heures à  $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), l’apparition d’un pic de traction devient non-systématique dans le cas du tantale. D’autre part, les mêmes essais sur le tantale ont été réalisés sans le système anti-flambement, conduisant aux mêmes résultats. Ainsi, l’incertitude sur l’influence de ce montage sur l’apparition du pic de traction est levée.

Finalement, si les temps de vieillissement sont suffisants, à savoir 4 jours à  $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (soit environ 124 ans à température ambiante d’après les coefficients de diffusion issus de Falanga [Falanga, 1979]), l’apparition du pic de traction est systématique, quelle que soit la direction de chargement avant et après vieillissement. D’autre part, un fort adoucissement est associé au pic de traction, d’une amplitude d’environ 50 MPa, soit quasiment 20% de la limite élastique haute pour une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . D’autre part, il apparaît que sa forme diffère sensiblement de celle observée dans les mêmes conditions pour les aciers. En effet, le pic apparaît comme étant moins brutal, très “visqueux” et très progressif, en combinaison avec une forte sensibilité à la vitesse de déformation.

Par la suite, le matériau étudié est considéré comme étant suffisamment vieilli pour engendrer un pic de traction systématique, quelle que soit la sollicitation, en s’appuyant sur les résultats présentés sur la figure 2.4. En revanche, la dépendance du comportement cyclique à l’amplitude de déformation imposée (cf. figure 2.3) n’est pas étudiée par la suite.

### 2.1.2 Mesures de thermographie infrarouge - mesure du champ thermique en surface

Plusieurs expériences ont été réalisées pour une meilleure compréhension des mécanismes sous-jacents au phénomène de pic de traction, tels que les essais de traction couplés à de la

thermographie infrarouge. Bien que les informations fournies par cette technique soient extrêmement intéressantes, elles sont entachées d'une forte sensibilité aux conditions expérimentales, telles que la géométrie de l'éprouvette, de l'alignement de celle-ci dans les mors ou encore aux réglages de la machine.

La caméra thermique utilisée ici pour mesurer les champs thermiques est une FLIR SC7500, ayant une résolution spatiale de 320x256 px (soit environ 100  $\mu m/px$ ) et une précision thermique de 1 K, associé à une sensibilité pouvant atteindre 20 mK. La cadence d'échantillonnage utilisée ici est de 50 Hz. Différentes méthodes permettent de réduire les incertitudes de mesure. La première est de travailler en températures relatives et non en températures absolues. De ce fait, on s'affranchit des erreurs de mesures associées au bruit fixe de la scène thermique. De plus, l'application d'un filtre moyennant la valeur de température sur 2x2 px permet de réduire les erreurs de mesures liées au bruit discontinu.

Afin de maximiser la correspondance entre la température mesurée et la température réelle de l'objet, la surface de l'éprouvette a été peinte en noir, afin de porter l'émissivité de la surface à environ 0,96. La géométrie de l'éprouvette est rappelée sur la figure 2.2 (a). Pour plus de détails sur cette technique et sa mise en application, se reporter à des ouvrages tels que [Chrysochoos, 1987, Louche, 1999].

La loi de Planck permet de relier le rayonnement  $L^0_\lambda$  émis par un corps à sa température  $T$  pour une longueur d'onde  $\lambda$  donnée :

$$L^0_\lambda = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp(\frac{C_2}{\lambda T}) - 1} \quad (2.1)$$

avec  $C_1 = 2\pi h C_0^2$  et  $C_2 = \frac{h C_0}{k_B}$ ,  $h$  étant la constante de Planck,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $C_0$  la célérité de la lumière dans le vide.

Certains instants spécifiques de l'essai de traction ont été choisis pour présenter le champ thermique correspondant et sont reportés sur la figure 2.5. La première carte a été choisie au niveau de la contrainte maximale juste avant la chute de contrainte. La seconde scène thermique est prise pendant la chute de contrainte, tandis que les dernières sont plus éloignées du début de courbe.

La première expérience présentée sur la figure 2.6 (gauche) présente une apparition de bande de localisation assez nette, tandis que le second essai présenté (même image à droite) montre une apparition plus diffuse. Les champs présentant les vitesses de chauffage étant très bruités, ils ne sont pas présentés ici.

Un faible échauffement de l'ordre de 0,5 à 1 K est associé à la chute de contrainte pendant l'essai de traction, comme on peut le voir sur la figure 2.6. La forte conductivité thermique du tantale rend l'observation du champ thermique pour des temps longs plus complexe, car biaisée par ses effets sur la température. De plus, la vitesse d'échauffement est assez faible, montrant que la localisation de la déformation plastique n'est pas très intense, contrairement à d'autres matériaux.

Ainsi, l'observation directe d'une bande de localisation de la déformation de type bande de Lüders n'est pas systématique, bien que tous les paramètres expérimentaux aient été constants et les manipulations faites par le même opérateur. Cependant, nous ne pouvons pas catégoriquement attribuer la non reproductibilité à la méthode, car du point de vue de la réponse macroscopique, les deux pics de traction présentent des allures assez différentes, tant en terme d'amplitude de contrainte que d'étalement en déformation.

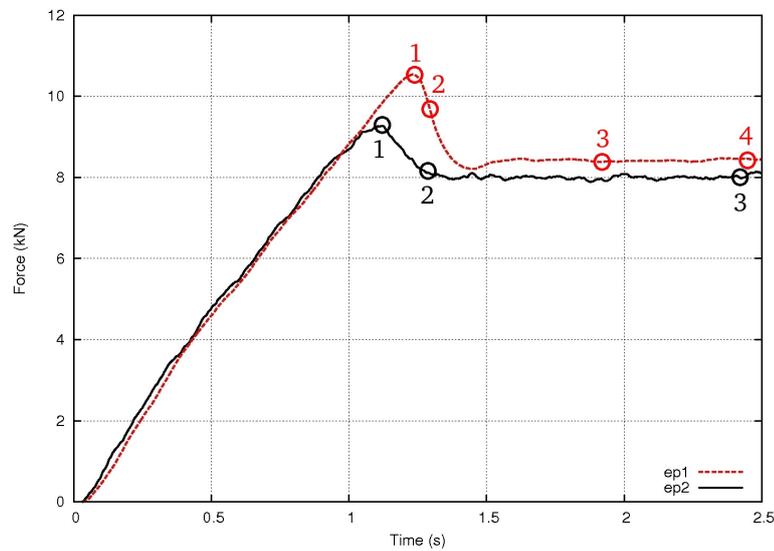


FIG. 2.5 – Réponse mécanique macroscopique associée aux champs thermiques présentés sur la figure 2.6 de deux éprouvettes de traction sollicitées à température ambiante et à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

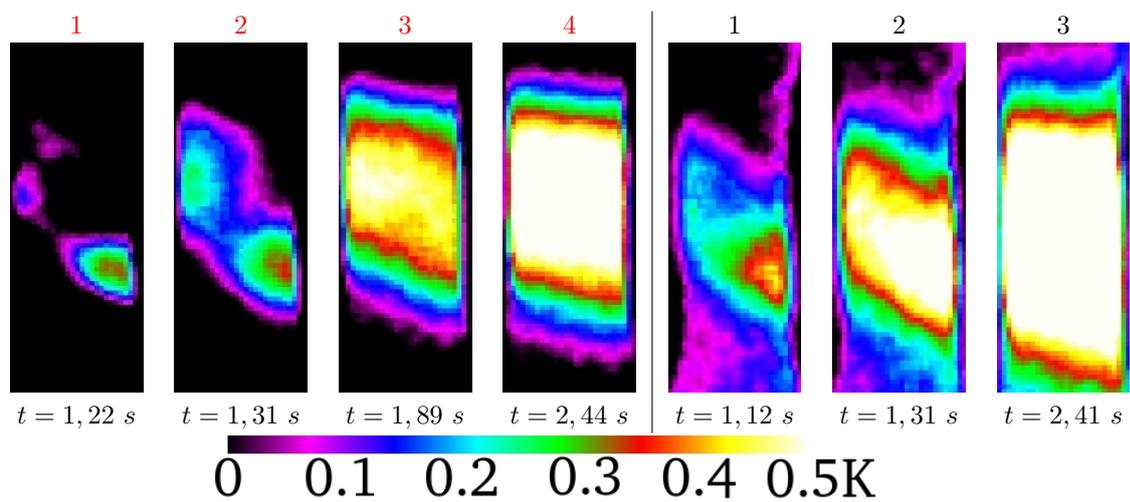


FIG. 2.6 – Évolution de la température à la surface de deux éprouvettes sollicitées en traction à température ambiante et à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Ep1 (gauche), Ep2 (droite). Taille d'image de  $9 \times 30 \text{ mm}^2$ , correspondant à la taille de la zone utile de l'éprouvette.

De plus, la conductivité thermique élevée du tantale rend l'observation des champs thermiques complexe, avec une observation non-systématique d'une bande assez diffuse de localisation de la déformation se propageant dans la zone utile de l'éprouvette. Pour cet aspect, il se peut que la forte sensibilité à la vitesse de déformation (ou en d'autres termes la viscosité) du tantale soit un élément majeur. Cette viscosité dissipe les effets très brefs et locaux tels que la propagation d'une bande de localisation de la déformation. Cette hypothèse sera explorée par la suite.

D'autre part, des observations faisant appel à de la corrélation d'images ont été effectuées pour des essais similaires à l'aide de la même géométrie d'éprouvette. Dans ce cas, il a été très difficile, voire impossible d'observer une quelconque localisation de la déformation, que ce soit sur les champs de déformation eux-mêmes, ou sur les champs de vitesse de déformation. Il se peut que ces résultats soient associés à la faible résolution du système utilisé (stéréocorrélation d'images GOM), mais également à la technique de dépouillement utilisée. Une méthode plus fine et adaptée à ces phénomènes telle que celle développée par F. Hild et G. Besnard [Besnard, 2010, Besnard et al., 2011] pourrait améliorer de manière significative la résolution spatiale des observations pour une analyse des champs de déformation plus fine.

De plus, il a été démontré dans le cas des phénomènes de vieillissement dynamique (PLC) que l'apparition de bande(s) de localisation est par ailleurs sensible à la machine d'essai elle-même [Chrysochoos, 1987, Louche, 1999]. En effet, une machine "molle" ou "rigide" ne fournira pas les mêmes manifestations du vieillissement dynamique, toutes choses étant égales par ailleurs. Cet effet peut également être déterminant dans le cas du pic de traction dans le tantale.

### 2.1.3 Observations au microscope électronique à balayage de l'apparition de lignes de glissement

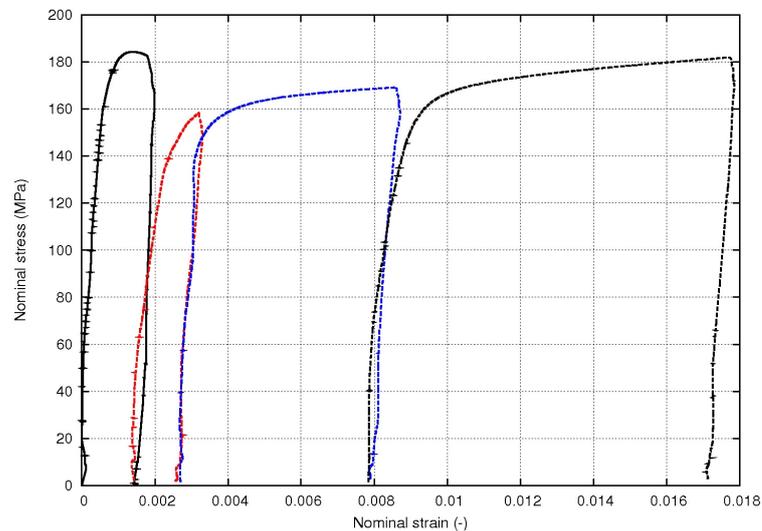


FIG. 2.7 – Essai de traction interrompu à 0,15%, 0,3%, 0,8% and 1,7% de déformation plastique macroscopique.

Un essai de traction interrompu à quatre niveaux de déformation plastique macroscopique (0,15%, 0,3%, 0,8% et 1,7%) a été effectué à température ambiante et à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La réponse macroscopique contrainte-déformation est présentée sur la figure 2.7. Les clichés ont tous été effectués pour une contrainte macroscopique nulle.

Pour cet essai, l'éprouvette de traction utilisée (cf. figure 2.2 (a)) a été polie suivant la procédure détaillée en annexe A. Malgré les précautions et le soin apportés dans la réalisation du polissage, les clichés de l'échantillon non déformé obtenus à partir d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) mettent en avant une mosaïcité (ou moiré) de surface importante. Cette caractéristique de la microstructure est associée à une recristallisation incomplète et à un écrouissage de surface dû à la rectification à la fin de l'usinage de l'éprouvette (aucun traitement thermique n'est appliqué à l'éprouvette après usinage). Ces observations ont déjà été réalisées dans des études précédentes [Kerisit, 2012]. Un polissage plus important pourrait permettre de retirer la couche superficielle écrouie.

La première décharge a eu lieu lors du début de l'adoucissement associé au pic de traction. Une bande macroscopique était alors visible à la surface de l'éprouvette, proche d'un congé de raccordement. Des clichés MEB de cette zone permettent de mettre en évidence de multiples lignes de glissement à l'intérieur des grains, alors que dans la région centrale, aucune ligne n'est relevée.

De plus, au sein même de cette bande, certains grains contiennent de multiples lignes de glissement, alors que d'autres grains adjacents n'en présentent pas (cf. figure 2.8). On retrouve ainsi les résultats issus de la littérature présentés dans le chapitre 1, notamment la figure 1.35 [Nadai, 1931, Soler, 1998]. Cette localisation est associée à la fois à l'orientation des grains et à l'effet d'environnement des grains.

Au cours des chargements suivants, le front de bande a progressivement avancé pour finalement atteindre la zone du congé de raccordement opposé. Plusieurs images successives présentées sur la figure 2.8 en divers endroits de l'éprouvette permettent de mettre clairement en évidence l'avancée de la bande de déformation au travers de la zone utile de l'éprouvette.

La figure 2.9 présente des zooms sur les clichés MEB, permettant de mettre en évidence l'avancée du front de bande de la gauche vers la droite de la zone utile de l'éprouvette. Des lignes de glissement apparaissent clairement dans certains grains, progressivement à mesure que la déformation macroscopique imposée augmente. Les matrices de plots que l'on distingue sur les figures 2.8 et 2.9 seront utilisées pour le calcul des champs de déformation dans la partie 3.3.3.

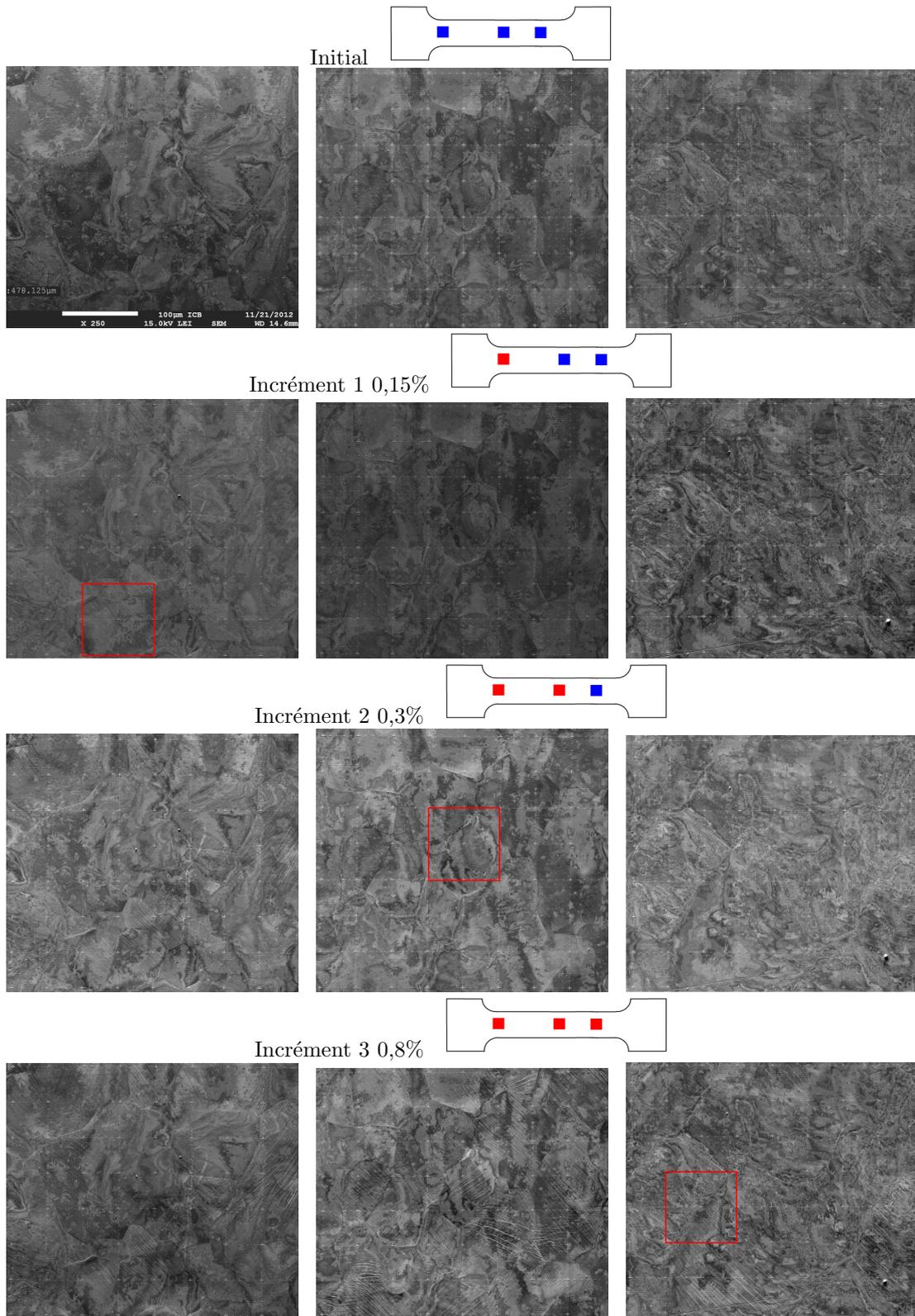


FIG. 2.8 – Clichés MEB des trois zones de  $350 \times 400 \mu\text{m}^2$  à différents niveaux de déformation plastique grille initiale sur la première ligne, puis à 0,15%, 0,3% et 0,8%. La direction de sollicitation correspond à la direction horizontale. L'avancée du front de bande est visible, et est schématiquement représentée à l'aide des carrés bleus (pas de lignes de glissement) et rouges (présence de lignes de glissement) pleins. Les encadrés rouges sur les clichés MEB sont associés aux clichés de la figure 2.9.

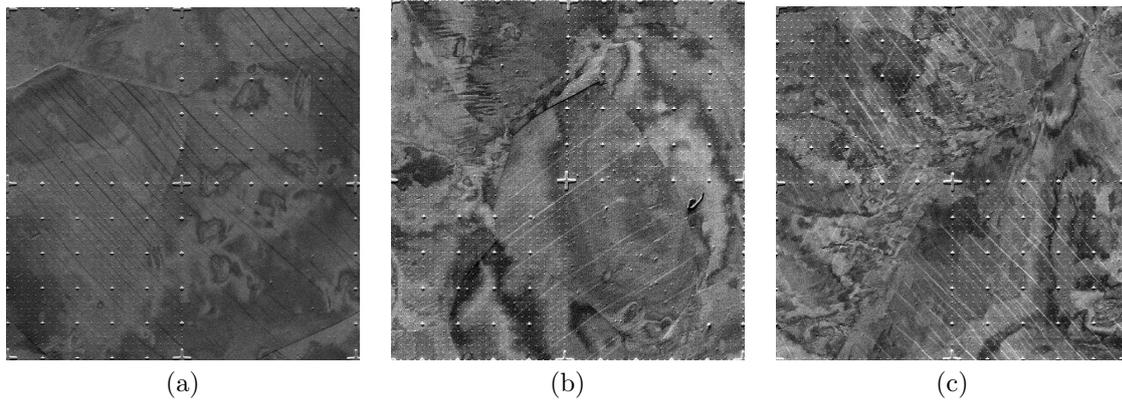


FIG. 2.9 – Zoom sur les clichés MEB des trois zones de  $100 \times 100 \mu m^2$  repérées par les encadrés rouges sur la figure 2.8 à différents incréments de déformation, permettant de mettre en évidence l’avancée de la bande de déformation. (a) Zone proche du congé gauche à l’étape 1 ( $\varepsilon_p = 0,15\%$ ), (b) zone centrale à l’étape 2 ( $\varepsilon_p = 0,3\%$ ), (c) zone proche du congé droit à l’étape 3 ( $\varepsilon_p = 0,8\%$ ).

## 2.2 Formulation du modèle et identification des paramètres

### 2.2.1 Modèle phénoménologique prenant en compte le vieillissement statique

Le modèle phénoménologique élasto-viscoplastique présenté ici est basé sur des lois empiriques, proposées pour la première fois par Penning [Penning, 1972] et qui ont par la suite été améliorées par Estrin, Kubin et McCormick (d’où le nom de modèle “EKMC”) [Kubin et al., 1984, Kubin and Estrin, 1985, Kubin and Estrin, 1989a, Kubin and Estrin, 1989b, McCormick, 1998].

Ce modèle est à la fois capable de rendre compte du pic de traction et de la sensibilité à la vitesse de déformation pour divers types de chargements mécaniques. Il présente pour originalité l’introduction d’une nouvelle variable interne appelée  $t_a$ . Cette variable représente alors le temps laissé aux atomes en solution présents dans le matériau pour diffuser le long des dislocations, qu’elles soient mobiles ou de la forêt, tel que présenté dans la partie 1.4.2. La variable est directement introduite dans un second terme d’érouissage isotrope, permettant de générer la chute de contrainte associée à l’entrée en plasticité du tantale.

La fonction de charge  $f$  s’écrit comme la somme de plusieurs contributions :

$$f(\tilde{\sigma}) = J_2(\tilde{\sigma} - \sum \tilde{X}_i) - R(p) - R_a(t_a) \quad (2.2)$$

Avec  $J_2$  le second invariant du tenseur des contraintes.

Un (ou plusieurs) érouissage(s) cinématique(s) non-linéaire(s) prennent la forme :

$$\tilde{X}_i = \frac{2}{3} C_i \tilde{\alpha}_i \quad ; \quad \dot{\tilde{\alpha}}_i = \dot{\tilde{\varepsilon}}_p - D_i \dot{p} \tilde{\alpha}_i \quad (2.3)$$

$C_i$  et  $D_i$  étant les paramètres associés à l’érouissage cinématique, dont l’indice  $i$  marque le  $i^{eme}$  érouissage cinématique utilisé. Typiquement, nous utiliserons 2 variables d’érouissage cinématique. Elles permettent d’introduire une souplesse à l’identification en utilisant des coefficients  $D_i$  d’ordres de grandeurs différents. De plus, c’est l’érouissage cinématique qui est prépondérant pour les faibles déformations et pour les chargements cycliques. Il permet en particulier de

simuler correctement l'effet Bauschinger [Besson et al., 2001].

L'érouissage isotrope est défini comme une fonction de la densité de dislocations  $\rho$  écrite sous la forme de Mecking-Kocks [Mecking, 1981] :

$$R(\rho) = \gamma\mu b\sqrt{\rho} + R_0 \quad (2.4)$$

$\gamma$  étant le coefficient d'interaction,  $\mu$  le module de cisaillement et  $b$  la norme du vecteur de Burgers.

Enfin, le second terme d'érouissage isotrope permettant de rendre compte du vieillissement (statique ou dynamique) est écrit de la manière suivante :

$$R_a(t_a) = P_1 C_s = P_1 C_m [1 - \exp(-P_2 t_a^\beta)] \quad (2.5)$$

$P_1$  est le paramètre pilotant l'amplitude du pic de traction, associé à l'ancrage des dislocations par les atomes interstitiels.  $C_m$  représente la surconcentration en atomes interstitiels présents dans le matériau au voisinage des dislocations ancrées.

Dans le cas du vieillissement statique, la variable  $t_a$  a une valeur initiale  $t_{a0}$  élevée, correspondant à un état complètement ancré, ou encore complètement vieilli, en accord avec les essais de vieillissement présentés précédemment, notamment sur la figure 2.4. À l'inverse, une application au vieillissement dynamique requiert une valeur initiale  $t_{a0}$  faible (cf. équation (2.6)) [Graff et al., 2004, Graff et al., 2005, Graff, 2006]. D'autre part, un paramètre  $t_w$  défini comme le temps d'attente des dislocations devant un obstacle est introduit.

La loi d'évolution de  $t_a$  s'écrit :

$$\dot{t}_a = 1 - \frac{t_a}{t_w} \quad ; \quad \text{avec} \quad t_w = \frac{\omega}{\dot{p}} \quad \text{et} \quad t_a(t_0) = t_{a0} \quad (2.6)$$

où  $p$  est la déformation plastique cumulée.

La loi d'écoulement plastique est déduite de la loi de normalité et s'écrit :

$$\dot{\tilde{\epsilon}}_p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \tilde{\sigma}} \quad ; \quad \dot{p} = \dot{p}_0 \sinh \left\langle \frac{f(\tilde{\sigma})}{\sigma_0} \right\rangle \quad (2.7)$$

D'autre part, la loi d'évolution de la densité de dislocations s'écrit comme une fonction de la vitesse de déformation plastique cumulée  $\dot{p}$  :

$$\dot{\rho} = A \left[ 1 - \frac{\rho}{B} \right] \dot{p} \quad (2.8)$$

Des lois plus sophistiquées sont disponibles, mais l'absence d'observations au MET ne nous permet pas d'être précis sur les valeurs de  $\rho$ . Ainsi, l'évolution de la densité de dislocations dépend d'un terme de création des dislocations  $A$  et d'un terme d'annihilation  $\frac{A\rho}{B}$ .

## 2.2.2 Application au cas de la traction simple

La réduction des équations présentées dans la partie précédente au cas unidimensionnel permet de mieux cerner et quantifier les contributions des différents érouissages, notamment de la cinétique du terme de vieillissement.

La contrainte s'écrit sous la forme :

$$\sigma(p) = \sum X_i(p) + R_0 + R(p) + R_a(t_a) + \sigma_v; \quad (2.9)$$

La contribution de la contrainte visqueuse  $\sigma_v$  s'écrit à l'aide de l'hypothèse  $\dot{p} \approx \dot{\epsilon} = cst.$  :

$$\sigma_v = \sigma_0 \operatorname{asinh}\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{p}_0}\right) \quad (2.10)$$

$X_i(p)$  sont les termes d'écroissage cinématiques obtenus à l'aide de la forme différentielle suivante :

$$\frac{d\alpha_i}{dp} + D_i \alpha_i = 1 \quad (2.11)$$

Ainsi, nous pouvons déduire :

$$X_i(p) = \frac{2}{3} \frac{C_i}{D_i} [1 - \exp(-D_i p)] \quad (2.12)$$

D'autre part,  $R$  retranscrit l'écroissage isotrope associé à l'évolution de la densité de dislocations et s'obtient par l'intégration de l'équation suivante :

$$\dot{\rho} = A \left[1 - \frac{\rho}{B}\right] \dot{p} \quad (2.13)$$

$$\frac{d\rho}{dp} + \frac{A}{B} \rho = A \quad (2.14)$$

Ce terme devient donc :

$$\rho(p) = (\rho_{ini} - B) \exp\left(-\frac{A}{B} p\right) + B \quad (2.15)$$

Finalement, il s'écrit :

$$R(p) = \gamma \mu b \sqrt{(\rho_{ini} - B) \exp\left(-\frac{A}{B} p\right) + B} + R_0 \quad (2.16)$$

Enfin, le terme d'écroissage associé au vieillissement  $R_a(t_a)$  peut s'écrire directement sous la forme :

$$R_a(t_a) = P_1 C_s = P_1 C_m [1 - \exp(-P_2 t_a^\beta)] \quad (2.17)$$

$t_a$  est obtenu par l'intégration de l'équation 2.6 en supposant que  $\dot{p} = cst.$ , d'où l'on déduit  $p = \dot{p}(t - t_0)$ . Par conséquent, on peut écrire :

$$\dot{t}_a + \frac{\dot{p}}{\omega} t_a = 1 \quad (2.18)$$

D'où l'on déduit :

$$t_a(t) = \frac{\omega}{\dot{p}} + C \exp\left(-\frac{\dot{p}(t - t_0)}{\omega}\right) \quad (2.19)$$

Or,  $t_a(t_0) = t_{a0}$ , d'où l'on déduit  $C = t_{a0} - \frac{\omega}{\dot{p}}$

On obtient ainsi l'équation intégrée sous la forme :

$$t_a(t) = t_{a0} \exp\left(-\frac{\dot{p}(t - t_0)}{\omega}\right) + \frac{\omega}{\dot{p}} (1 - \exp\left(-\frac{\dot{p}(t - t_0)}{\omega}\right)) \quad (2.20)$$

On remplace dans l'expression 2.20  $\dot{p}(t - t_0)$  par  $p$  pour finalement obtenir :

$$t_a(p) = t_{a0} \exp\left(-\frac{p}{\omega}\right) + \frac{\omega}{\dot{p}} (1 - \exp\left(-\frac{p}{\omega}\right)) \quad (2.21)$$

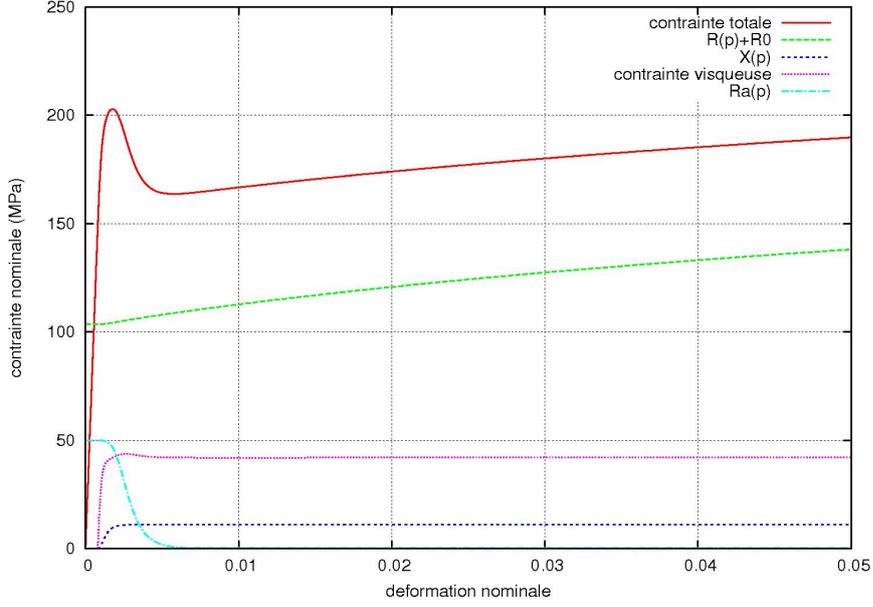


FIG. 2.10 – Simulation d'un essai de traction à  $\varepsilon = 10^{-2} s^{-1}$  à l'aide de la loi unidimensionnelle, permettant de retranscrire les contributions des différents termes d'écroutissage : isotrope, cinématique et associé au vieillissement statique.

On introduit  $t_a(p)$  de l'équation 2.21 dans l'équation 2.17 ce qui permet finalement d'écrire :

$$\sigma(p) = \sigma_0 \operatorname{asinh}\left(\frac{\dot{p}}{\dot{p}_0}\right) + \frac{2}{3} \frac{C}{D} [1 - \exp(-Dp)] + R_0 + \gamma \mu b \sqrt{(\rho_{ini} - B) \exp\left(-\frac{A}{B}p\right) + B + P_1 C_m [1 - \exp(-P_2 t_a(p)^\beta)]} \quad (2.22)$$

Les expressions analytiques des différentes contributions à la contrainte macroscopique précédemment énoncées peuvent être tracées en fonction de la déformation nominale tel que présenté sur la figure 2.10 en utilisant les paramètres de la section 2.2.3. On voit que le pic de traction est bien associé au terme  $R_a$ .

### 2.2.3 Résultats de l'identification

L'identification des paramètres de la loi de comportement a été effectuée en utilisant plusieurs essais de traction à différentes vitesses de déformation, ainsi qu'à partir d'un essai d'écroutissage cyclique à  $\pm 0,2\%$  à température ambiante. L'ensemble des paramètres issus de cette identification est reporté dans le tableau 2.1.

$\dot{p}_0$	$5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$	$C_1$	$360 \cdot 10^3 MPa$	$P_2$	$0,005 s^{-\beta}$
$\sigma_0$	$14 MPa$	$D_1$	$3100$	$\beta$	$0,666$
$\mu$	$69000 MPa$	$C_2$	$550 MPa$	$\omega$	$4 \cdot 10^{-4}$
$A$	$3 \cdot 10^{13} m^{-2}$	$D_2$	$2$	$C_m$	$1$
$B$	$5 \cdot 10^{15} m^{-2}$	$\rho_{ini}$	$10^{13} m^{-2}$	$t_{a0}$	$5 \cdot 10^4 s$
$\gamma$	$0,13$	$P_1$	$70 MPa$	$R_a$	$1 MPa$

TAB. 2.1 – Paramètres du modèle EKMC identifiés pour le tantale.

Parmi les paramètres présentés ici, plusieurs sont issus de la littérature sur le tantale. Ainsi, le paramètre pilotant l'écroissage isotrope a été fixé à  $\gamma = 0,13$  d'après [Wasserbach, 1996]. De plus, la valeur initiale de la densité de dislocation  $\rho_{ini} = 10^{13} m^{-2}$  est issue d'études précédentes [Wasserbach, 1996, Hosseini and Kazeminezhad, 2009, Norlain, 1999].

La valeur de  $\beta = \frac{2}{3}$  pilote la pente de la partie décroissante du pic et a été fixée en se basant sur les travaux de J. Friedel [Friedel, 1964]. Le paramètre  $\omega_1 = 4 \cdot 10^{-4}$  est fixé à une valeur en accord avec la littérature [Graff et al., 2004, Wang et al., 2011, Marais et al., 2012].  $P_1 = 70$  MPa contrôle la contribution du vieillissement à la contrainte d'écoulement, pilotant ainsi directement l'amplitude du pic de traction. La valeur du temps de vieillissement initial  $t_{a0}$  est choisie pour assurer un pic suffisamment marqué et est en accord avec la littérature [Marais et al., 2012].  $P_2 = 0.005 s^{-\beta}$  pilote la valeur à saturation de l'écroissage associé au vieillissement  $R_a(t_a)$ . Il est fixé de manière à assurer une surcontrainte  $R_a$  faible lorsque le désancrage est effectué.

D'un point de vue microscopique, le premier terme d'écroissage cinématique utilisé ici, saturant rapidement, correspond à l'empilement des dislocations pour des interactions à courte distance dans les grains, tandis que le second terme, saturant lentement, correspond aux interactions à longue distance.

Les réponses macroscopiques contrainte-déformation issues de la simulation pour les essais monotones à différentes vitesses, ainsi que pour le chargement cyclique ont été tracées sur la figure 2.11. Elles sont tout à fait en accord avec les essais correspondants. Ainsi, la sensibilité à la vitesse de déformation est bien retranscrite, tout comme le pic de traction. De plus, l'effet Bauschinger important est bien rendu par le modèle. D'autre part, le faible durcissement cyclique pour les faibles amplitudes de déformation est bien rendu par le modèle. Cependant, la sensibilité du comportement cyclique à l'amplitude de déformation (cf. figure 2.3 (d)) n'est pas rendu par le modèle.

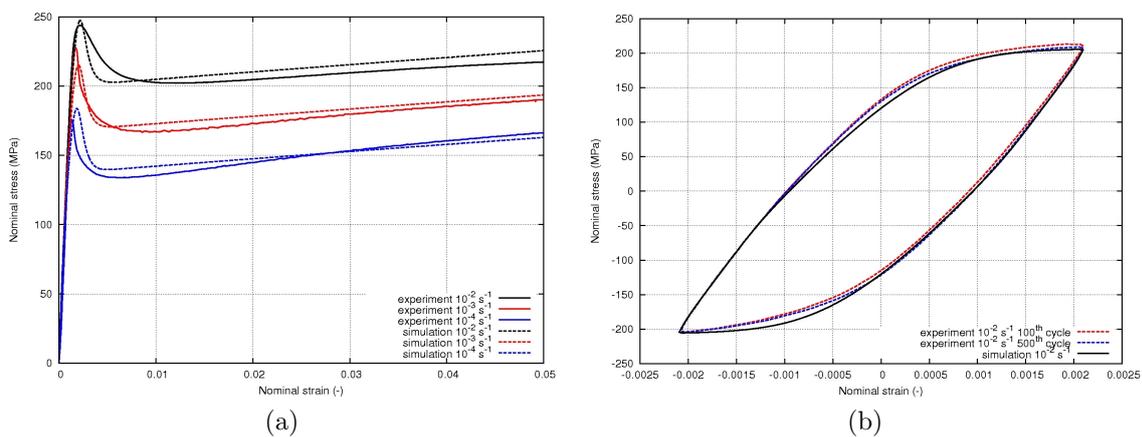


FIG. 2.11 – Restitution de l'essai (a) de traction et (b) d'écroissage cyclique à température ambiante pour des vitesses de sollicitation allant de  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$  à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$ . Confrontation à l'expérience.

D'autre part, il est possible de mieux comprendre l'évolution de la variable  $t_a$  en simulant un essai de vieillissement intercalé entre deux essais de traction, tel qu'il a été présenté précédemment.

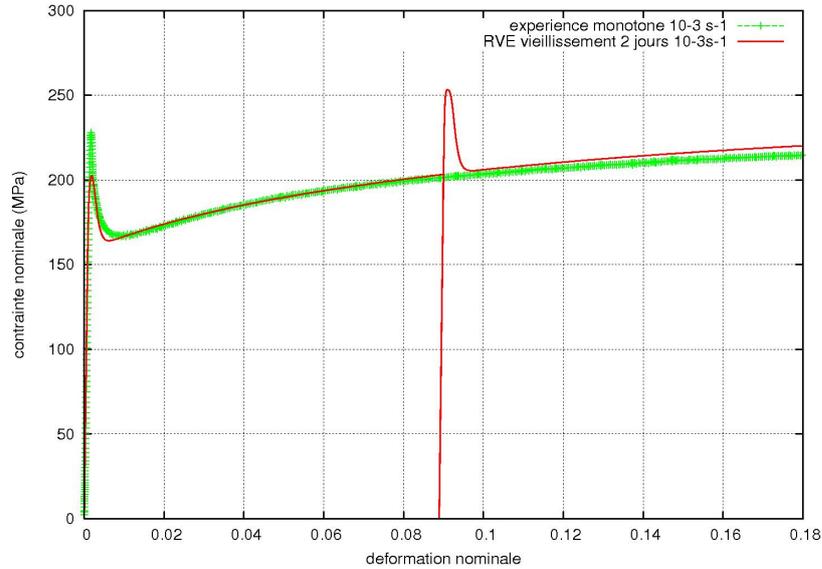


FIG. 2.12 – Simulation d’un essai de traction suivi d’un vieillissement de deux jours à charge nulle avant un second chargement en traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L’essai monotone pour la même vitesse est également superposé.

Après deux jours de vieillissement (cf. figure 2.12), la valeur de vieillissement est de  $t_a = 1,728 \cdot 10^5 \text{ s}$ , ce qui a pour effet d’engendrer un pic de contrainte correspondant à un état complètement ancré, comme observé précédemment (cf. figure 2.4) et également dans la littérature [Norlain, 1999].

Dans le cas particulier de notre étude, les fronces présentées dans le chapitre précédent (cf. partie 1.4, en particulier la figure 1.30), ont été déterminées en utilisant les paramètres identifiés pour le tantale. La fronce tracée dans l’espace  $(\sigma, p, \dot{p})$  est présentée sur la figure 2.13. En particulier, le diagramme présentant la contrainte  $\sigma$  en fonction de la vitesse de déformation  $\dot{p}$  présente le “S” caractéristique de la transition entre les modes traînage et friction.

Cependant, pour les plus faibles vitesses de déformation (hors de notre domaine d’intérêt car pour des vitesses inférieures à  $\dot{\epsilon} = 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ), la description du mode traînage des dislocations n’est pas en accord avec la théorie. En effet, le volume d’activation associé à ce mode de glissement  $V_{a2}$  est nul. Ce modèle est cependant suffisant pour une bonne description du comportement macroscopique à température ambiante, notamment pour le pic de traction, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.

## 2.3 Discussion

### 2.3.1 Effet des paramètres de viscosité sur la localisation de la déformation

Expérimentalement, nous avons vu qu’une bande de localisation peut se propager le long de la zone utile d’une éprouvette (partie 2.1.3). L’hypothèse d’une influence de la viscosité a été formulée, appelant certaines investigations afin d’évaluer sa vraisemblance. En effet, la viscosité peut empêcher la formation d’une bande en réduisant fortement la dépendance des résultats vis-à-vis du maillage [Forest, 1996, Besson et al., 2001]. Cette dépendance est due à la perte d’ellipticité des équations du problème.

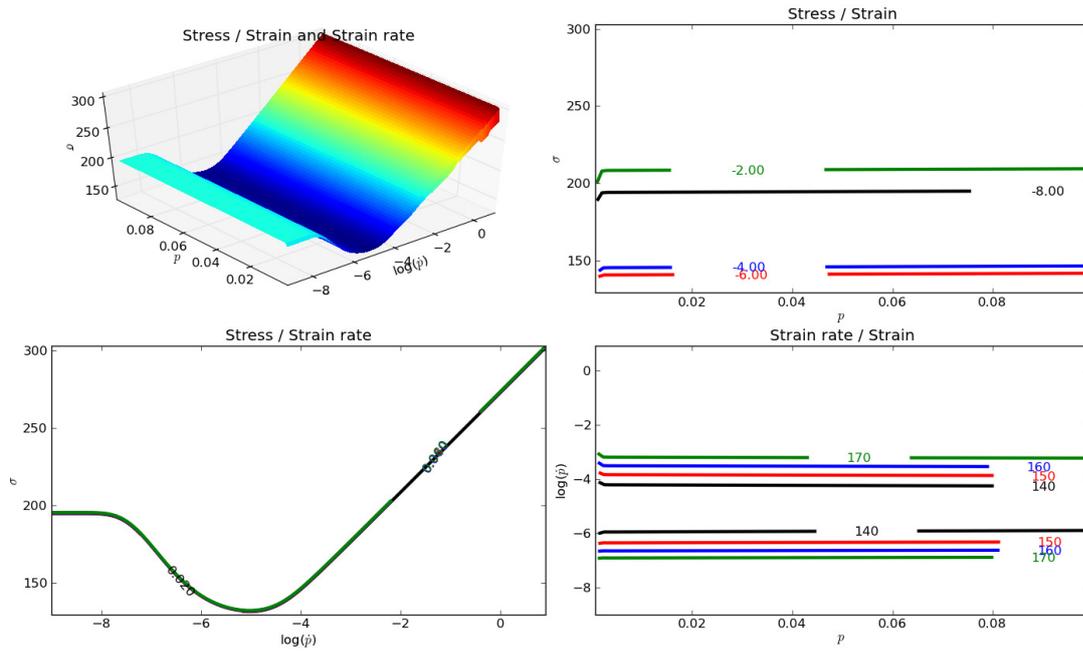


FIG. 2.13 – Friction des modes de glissement des dislocations pour le modèle EKMC avec les paramètres identifiés pour le tantale à température ambiante et pour de faibles vitesses de déformation.

Ainsi, plusieurs simulations par éléments finis 2D ont été effectuées, utilisant le modèle et l'ensemble des paramètres répertoriés dans le tableau 2.1, à l'exception d'un paramètre de viscosité  $\sigma_0$ , dont l'influence sur le comportement local et global est testée ci-après. Ces simulations sont effectuées en contraintes planes, utilisant un maillage composé de 1774 éléments quadratiques et 10458 degrés de liberté. L'utilisation d'éléments quadratiques permet de rendre l'orientation de la bande quasi-indépendante du maillage [Besson et al., 2001]. La méthode d'intégration utilisée pour ces simulations est de type *Runge-Kutta* explicite.

Certains instants particuliers des simulations ont été choisis, afin d'en présenter les champs de déformation et de vitesse de déformation correspondants, et sont précisés sur la figure 2.14.

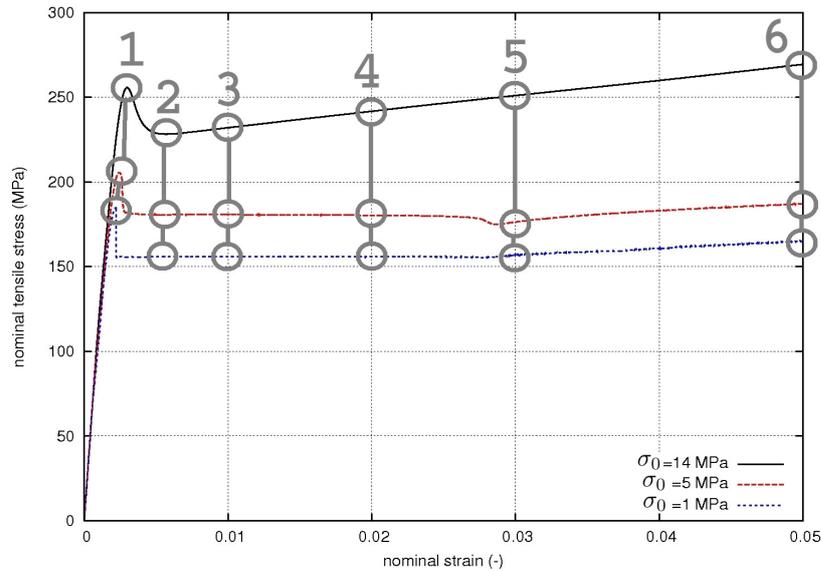


FIG. 2.14 – Simulations d’essais de traction : cartes sélectionnées pour l’analyse des champs de surface.

D’après les champs fournis par le calcul et reportés sur la figure 2.15, une faible sensibilité à la vitesse de déformation ( $\sigma_0 = 1$  MPa, correspondant à un comportement élasto-plastique) conduit à un pic de traction très pointu, dont l’origine se trouve dans la propagation d’une bande de localisation de la déformation très marquée. Cette bande se propage le long de l’éprouvette à la manière d’une bande de Lüders, puis les champs de déformation et de vitesse de déformation deviennent homogènes. Ce type de comportement mécanique est caractéristique des matériaux tels que les aciers, où le pic de traction est particulièrement acéré, et suivi d’un plateau de Lüders [Marais et al., 2012].

La viscosité intermédiaire ( $\sigma_0 = 5$  MPa) présentée ici caractérise le cas limite où deux bandes apparaissent de chaque côté de la zone utile de l’éprouvette, avec une localisation plus diffuse que dans le cas précédent. Les deux fronts de bandes finissent par se rejoindre au centre de l’éprouvette, avant d’entrer dans le régime de l’écrouissage homogène.

Pour la valeur la plus haute ( $\sigma_0 = 14$  MPa), correspondant à la valeur identifiée pour le tantale à température ambiante, il n’y a pas de propagation de bande de déformation. Le champ de déformation présenté est homogène et s’intensifie progressivement, tandis que le champ de vitesse de déformation plastique est constant tout au long de la simulation.

De plus, la forme du pic de traction change. Quand la viscosité  $\sigma_0$  est faible, le pic de traction est très abrupt et suivi d’un plateau de Lüders pendant la propagation de la bande de localisation de la déformation. En revanche, lorsque  $\sigma_0$  augmente, la forme du pic devient de plus en plus arrondie, sensible à la vitesse de déformation.

Cette observation est cohérente avec les champs mesurés de thermographie infrarouge (cf. figure 2.6). En effet, pour le premier essai présenté, une bande de localisation de la déformation est observée, et le pic macroscopique associé est pointu (cf. figure 2.5), tandis que dans le second cas, l’absence de bande est associée à un pic de plus faible amplitude et plus étalé.

En revanche, les paramètres identifiés ne permettent pas de générer une localisation de la déformation. L’effet régularisateur de la viscosité est principalement en cause, pouvant expliquer l’apparition sporadique d’une bande de localisation de la déformation. De plus, la viscosité

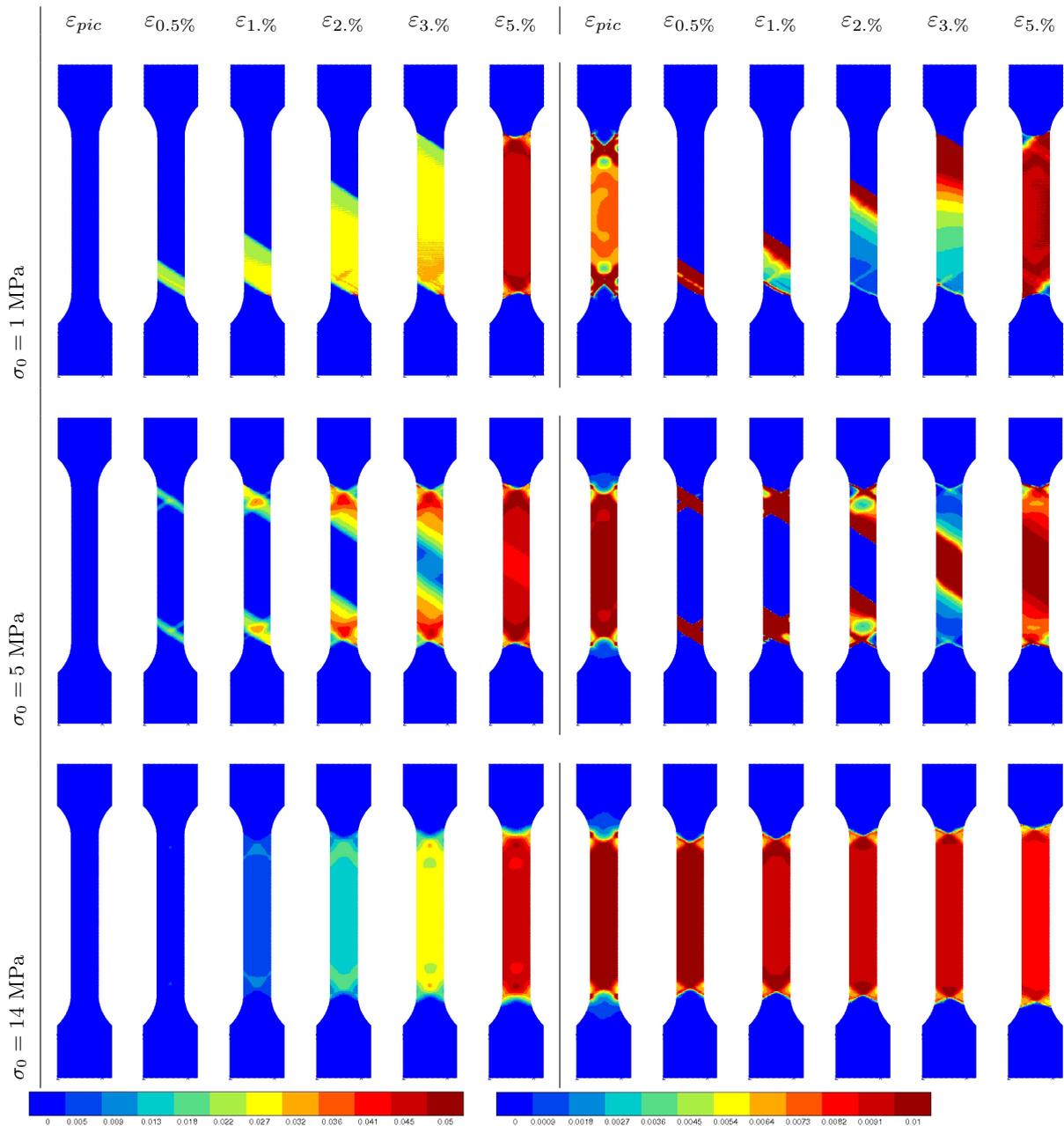


FIG. 2.15 – Déformation plastique  $p$  (gauche) et vitesse de déformation plastique  $\dot{p}$  (droite) durant la simulation d'un essai de traction à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour trois valeurs de paramètres de viscosité et les six niveaux de déformation spécifiés sur la figure 2.14. La simulation est effectuée sur une éprouvette comportant 1774 éléments quadratiques et 10458 degrés de liberté (ddl).

semble également à l'origine de l'aspect atypique du pic de traction comparé au cas bien connu des aciers. L'effet régularisateur de la viscosité se manifeste de la même manière que l'introduction d'une longueur interne dans les milieux de Cosserat, tant pour l'intensité de la bande que pour l'allure du pic de traction [Besson et al., 2001].

### 2.3.2 Effet du désalignement de l'éprouvette sur la localisation de la déformation

Dans le cadre d'études des anomalies de comportement, de faibles perturbations dans le protocole expérimental peuvent changer de manière radicale le comportement local du matériau, tandis que la réponse macroscopique n'est que peu affectée. Afin de valider ce constat de manière numérique, plusieurs simulations ont été effectuées en utilisant les paramètres identifiés, y compris cette fois le paramètre  $\sigma_0$  (cf. tableau 2.1).

Le maillage 3D utilisé ici a une épaisseur de 5 mm et comporte ainsi 7096 éléments pour un total de 99171 ddl. Au premier incrément de la simulation, un faible désalignement perpendiculaire à la direction de sollicitation d'intensité variable a été introduit, représentant un faible changement de l'alignement de l'éprouvette au moment du montage de celle-ci dans les mors. Les résultats principaux émanant de cette série de simulations sont présentés sur la figure 2.17.

Certaines cartes intéressantes ont été extraites du calcul complet (cf. figure 2.16) et sont présentées sur la figure 2.17. La première carte choisie présente les champs de surface juste avant le pic de contrainte macroscopique. Sur cette carte, on peut constater que la localisation de la déformation est apparue, et ce avant la fin du domaine élastique macroscopique dans le cas du désalignement le plus important. Pour les autres cartes, on constate que lorsque le désalignement augmente, la localisation de la déformation devient de plus en plus prononcée.

Ainsi, des bandes de localisation apparaissent à chaque congé de raccordement, simultanément et symétriquement. L'apparition proche de ces congés est due à la concentration de contrainte engendrée par la variation géométrique.

Le début de la chute de contrainte se produit à l'instant où la bande de localisation a traversé la largeur de l'éprouvette, et où la déformation devient homogène dans cette section de l'éprouvette. La chute de contrainte associée au désancrage des dislocations (et donc à la chute de la valeur de l'écrouissage  $R_a$  associé au vieillissement) devient ainsi généralisée (carte 2).

Pendant la chute de contrainte macroscopique, la bande de localisation se propage progressivement, au travers de la longueur utile de l'éprouvette (carte 3), à la manière d'une bande de Lüders. De plus, on peut remarquer que le front de bande est plus net, moins diffus dans le cas du désalignement le plus important, avec un gradient marqué et court. Enfin, la quatrième carte présentée correspond au régime de l'écrouissage homogène.

En parallèle, la forme du pic de traction change en fonction du désalignement de l'éprouvette. Quand le désalignement augmente, le pic perd en amplitude de contrainte et devient de plus en plus étalé en déformation. Ce constat est rigoureusement opposé à celui effectué en se basant sur les images issues de la thermographie (cf. figure 2.6). En effet, dans ce cas, l'absence de bande de localisation est associée à un pic plus étalé et dont l'amplitude de contrainte est plus faible.

Ainsi, bien que la simulation d'un désalignement de l'éprouvette dans les mors au moment du montage ait permis de mettre en évidence son influence sur la localisation de déformation, sa manifestation macroscopique n'affiche pas une tendance complètement en accord avec l'expérience. Cependant, c'est un résultat important dans la mesure où les paramètres du modèle

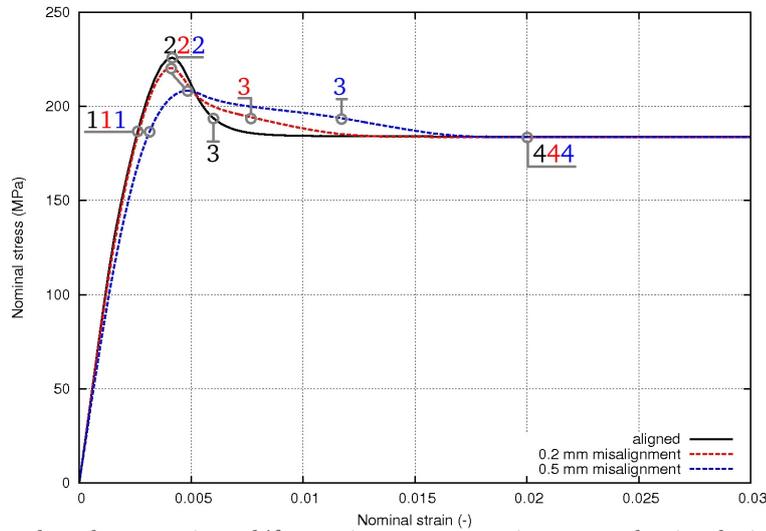


FIG. 2.16 – Courbes de contrainte-déformation macroscopique pour la simulation d'un essai de traction à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  d'un maillage 3D pour trois valeurs de désalignement : aligné, 0,2 mm (soit  $0,4^\circ$ ) et 0,5 mm (soit  $1^\circ$ ), montrant les cartes sélectionnées pour la figure 2.17.

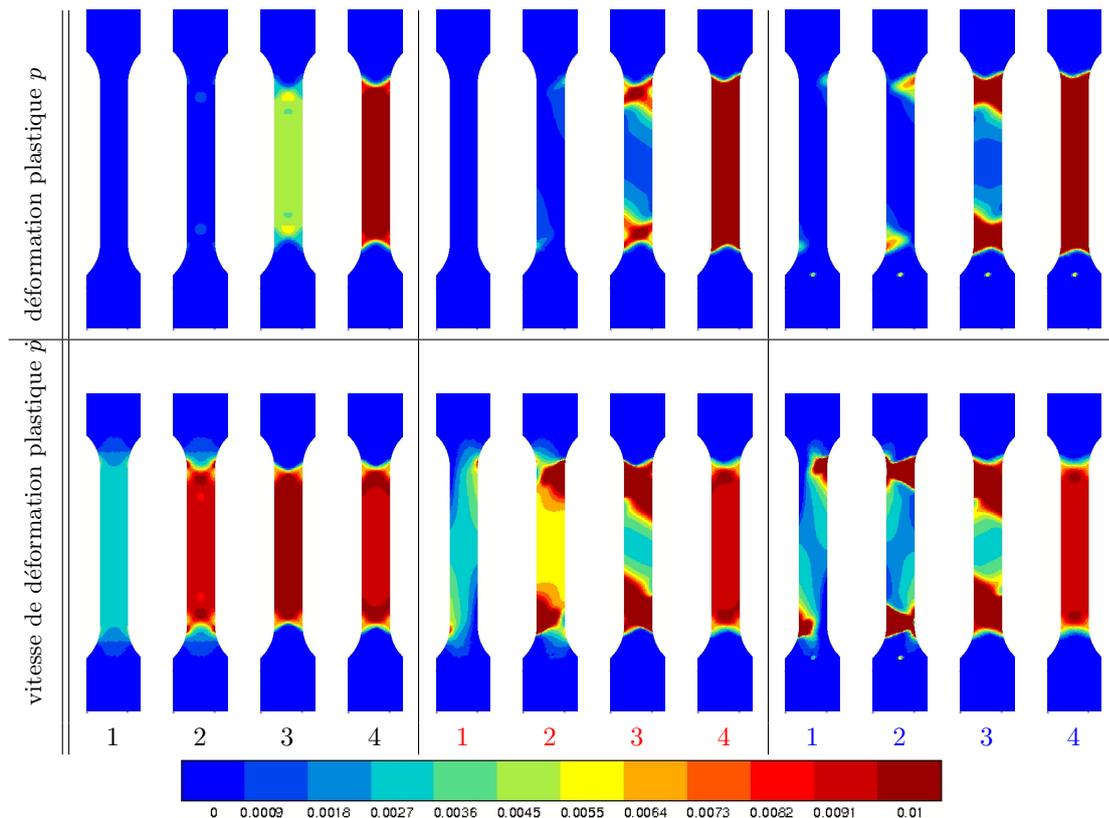


FIG. 2.17 – Déformation plastique  $p$  (haut) et vitesse de déformation plastique  $\dot{p}$  (bas) pendant l'essai de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour trois désalignements : (gauche) aligné, (centre) 0,2 mm de désalignement (soit  $0,4^\circ$ ), (droite) 0,5 mm de désalignement (soit  $1^\circ$ ) et pour quatre niveaux de déformations d'après la figure 2.16.

EKMC identifiés combinés à certaines conditions d'origine expérimentale permettent de rendre compte à la fois du pic de traction et de la localisation de la déformation à l'échelle locale.

### 2.3.3 Calcul de la dissipation plastique

Afin de pouvoir confronter les résultats issus de la simulation avec ceux provenant de la thermographie infrarouge, un post-traitement a été implémenté pour plusieurs calculs présentés précédemment. Pour simplifier, l'hypothèse d'un processus adiabatique a été formulée. Ainsi, ce post-traitement reste valable seulement pour les plus faibles valeurs de déformations, là où la conduction et la convection restent négligeables, ou pour les fortes vitesses de déformation.

Ainsi, le calcul du champ thermique est basé sur l'équation de la chaleur, à savoir :

$$\rho\dot{\psi} + \rho\dot{T}s + \rho T\dot{s} = \sigma : \dot{\varepsilon} \quad (2.23)$$

avec  $\rho = 16,6 \times 10^6 \text{ g.m}^{-3}$  la masse volumique du tantale.

En utilisant l'énergie libre de Helmholtz  $\psi = e - Ts$  et en négligeant les termes de couplage thermo-élastiques, l'équation 2.23 devient :

$$\rho C\dot{T} = \sigma : \dot{\varepsilon}^p \quad (2.24)$$

avec  $C = 0.14 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$  la capacité calorifique du tantale.

Finalement, l'incrément local de température associé à la déformation plastique entre deux instants de calcul est calculé en utilisant l'approximation suivante :

$$\Delta T = \frac{\bar{\sigma}}{\rho C} \Delta \varepsilon^p \quad (2.25)$$

avec  $\bar{\sigma}$  la contrainte moyenne en chaque point entre deux incréments de temps.

Ainsi, les champs thermiques prédits à partir du modèle EKMC peuvent être comparés à ceux issus de la thermographie infrarouge. Pour ce faire, l'effet du désalignement de l'éprouvette sur le champ thermique a été testé et est présenté sur la figure 2.18.

À la lumière de ces figures, il apparaît que lorsque l'éprouvette est alignée, le champ thermique est homogène dans l'ensemble de la longueur utile de l'éprouvette, engendrant un échauffement de l'ordre de 1 K. D'autre part, quand le désalignement augmente, la valeur maximale de l'échauffement reste relativement faible (inférieure à 1,5 K), mais le champ thermique est radicalement modifié : la localisation de la déformation associée au pic de traction engendre un champ hétérogène. Une bande de localisation se propage alors le long de l'éprouvette, à la manière de ce qui a été observé expérimentalement par thermographie infrarouge sur la figure 2.5. En revanche, deux bandes symétriques apparaissent dans la simulation, là où une seule a été observée expérimentalement.

Cependant, les niveaux de température associés à l'apparition et à la propagation de la bande de déformation sont en accord avec la thermographie infrarouge. Ils viennent ainsi étayer l'hypothèse de l'influence des conditions aux limites de montage de l'éprouvette sur l'apparition sporadique d'une bande de localisation ; bien que les réponses macroscopiques en terme d'amplitude et d'étalement de pic soient contradictoires.

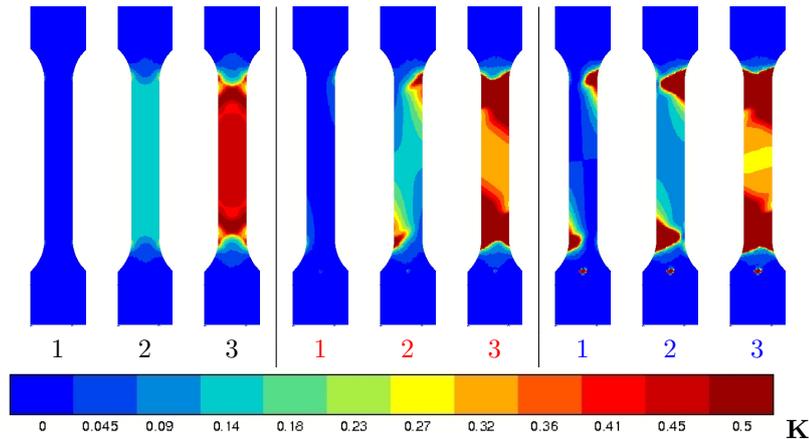


FIG. 2.18 – Élévation de température par rapport à la température initiale pendant un essai de traction à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour trois désalignements : (gauche) aligné, (centre) 0,2 mm de désalignement, (droite) 0,5 mm de désalignement et pour quatre niveaux de déformations d'après la figure 2.16.

## Conclusions

Finalement, plusieurs expériences faisant appel à différents outils tels que la thermographie infrarouge ou la microscopie électronique à balayage ont permis de mettre en évidence et de comprendre le phénomène de pic de traction, la sensibilité à la vitesse de déformation, la forme particulière du pic et l'apparition non-systématique d'une bande de localisation de la déformation. Si le temps de vieillissement est suffisant, le pic de traction apparaît systématiquement, quelle que soit la direction de chargement avant et après vieillissement. De plus, une interaction entre l'amplitude de déformation et le comportement cyclique du tantale a été mise en évidence, en accord avec la littérature, mais n'a pas été prise en compte dans la modélisation.

Les observations au MEB de la surface d'une éprouvette fine ont permis de constater l'apparition de lignes de glissement au sein d'un front de bande se propageant progressivement le long de la longueur utile de l'éprouvette, fournissant une preuve de l'existence possible d'une bande de localisation de la déformation dans le tantale.

D'autre part, un modèle phénoménologique EKMC prenant en compte le vieillissement statique et la sensibilité à la vitesse de déformation a été identifié dans le cas du tantale. Ce modèle restitue de manière acceptable le comportement macroscopique pour différentes conditions de chargements, mais n'est pas à même de capturer l'effet de localisation de la déformation, du fait de l'effet régularisateur de la viscosité.

En revanche, au travers de diverses simulations, il a été démontré que le modèle, bien qu'assez simple, est capable de partiellement restituer la complexité du pic de traction. Ces simulations ont prouvé que de faibles variations dans la mise en place de l'éprouvette peuvent changer radicalement le comportement local sans modifier significativement le comportement global.

Cependant, les tendances macroscopiques en terme d'amplitude de contrainte et d'étalement du pic sont assez contradictoires, même si tous deux captent les mêmes mécanismes. Ainsi, pour une description plus fine et une meilleure compréhension des phénomènes de localisation de la déformation, l'étude est maintenant poursuivie à une échelle plus fine.



## Chapitre 3

# Approche polycristalline du vieillissement

### Introduction

Dans le chapitre précédent, les images MEB ont permis d'observer l'apparition et la propagation d'une bande de localisation de la déformation. D'autre part, ces clichés ont montré qu'une forte hétérogénéité de déformation était présente au sein même de cette bande. L'adoucissement associé au pic ainsi que l'hétérogénéité de déformation observée posent le problème des mécanismes régissant la déformation à l'échelle de la microstructure polycristalline.

En conséquence, deux approches menées en parallèle sont présentées dans le présent chapitre : d'une part, des éprouvettes de traction comportant des matrices de plots permettant de quantifier les déformations en surface à l'échelle locale ont été utilisées pour des essais monotones, et d'autre part des simulations ont été effectuées avec un modèle de plasticité cristalline prenant en compte le vieillissement appliqué à des géométries d'agrégats polycristallins spécifiques. L'influence de la prise en compte du vieillissement dans le modèle de plasticité cristalline est étudiée pour une sollicitation en traction ainsi que pour une simulation pilotée en contrainte. Enfin, une confrontation volontairement qualitative des champs de déformation de surface entre simulation et expérience est réalisée.

### 3.1 Modèle de plasticité cristalline

#### 3.1.1 Loi monocristalline

Afin de compléter l'approche macroscopique présentée dans le chapitre 2 portant sur la modélisation du comportement viscoplastique avec vieillissement du tantale, une approche polycristalline est adoptée. Celle-ci permet de bien rendre compte du comportement macroscopique sous des chargements quasi-statiques, tout en donnant accès aux champs mécaniques locaux. Les anomalies de comportement observées ont en effet une influence sur les champs locaux, que seule la prise en compte explicite de la microstructure permet de quantifier.

Ainsi, cette démarche sera particulièrement intéressante en complément de l'étude macroscopique dans l'optique du dimensionnement en fatigue. Des grandeurs locales pourront être utilisées pour établir un critère d'amorçage de fissure de fatigue, en comparaison avec les études locales expérimentales menées en parallèle (chapitre 4).

Pour cette approche, le matériau d'étude est considéré comme hétérogène. Ses propriétés

varient sur une distance caractéristique largement inférieure à l'échelle du Volume Élémentaire Représentatif (VER). Dans le cas des polycristaux, cette distance correspond à la taille de grain. Celui-ci est caractérisé par sa morphologie, son orientation cristallographique et sa loi de comportement.

Dans la littérature, divers modèles ont été développés, à la fois pour rendre compte du comportement des monocristaux et pour restituer le comportement macroscopique des polycristaux. Les modèles de monocristaux se divisent en deux grandes familles : les modèles quasi-physiques basés sur les densités de dislocations et les modèles phénoménologiques basés sur des variables internes d'écrouissage.

Les premiers utilisent des paramètres matériaux issus de grandeurs physiques, mais fonctionnent mal pour les chargements cycliques. Par exemple, le modèle de Tabourot-Teodosiu [Teodosiu et al., 1993, Tabourot et al., 1997] ne fonctionne bien que pour des monocristaux (notamment de cuivre) sous un chargement monotone. D'autre part, le modèle de Déprés [Depres et al., 2008], issu de la Dynamique Discrète des Dislocations (DDD), introduit un écrouissage cinématique permettant de rendre compte du chargement cyclique. Il introduit de nombreuses familles de dislocations, notamment des dislocations géométriquement nécessaires (GND), qui rendent complexe l'identification des paramètres.

Les modèles phénoménologiques utilisent des paramètres matériaux issus d'une identification inverse et présentent une meilleure réponse dans le cas de chargements cycliques. Le modèle de Peirce [Peirce et al., 1983] introduit un écrouissage calculé à partir des cissions critiques, mais ne comporte pas d'écrouissage cinématique. Il ne convient donc pas aux cas des sollicitations cycliques. Le modèle de Méric-Cailletaud introduit à la fois un écrouissage isotrope et un écrouissage cinématique, permettant d'étudier un large spectre de sollicitations [Méric and Cailletaud, 1991]. La force de ce modèle réside dans son bon compromis entre la richesse d'informations obtenues et les coûts de calculs, tout en assurant une bonne restitution dans le cas de chargements cycliques. Il permet également d'étudier explicitement la déformation dans les grains.

Les premiers modèles de polycristaux introduits sont des modèles dits "à champs moyens" ou "modèles d'homogénéisation" et sont basés sur la transition entre l'échelle mésoscopique et l'échelle macroscopique. Dans le modèle de Taylor-Lin [Taylor, 1938, Lin, 1957], la déformation dans les grains est supposée uniforme et égale à la déformation macroscopique et ne prend pas en compte l'élasticité. Ce modèle ne convient donc pas à une étude locale de la déformation. D'autre part, le modèle de Kröner [Kröner, 1961] est basé sur une approche statistique du problème d'Eshelby [Eshelby, 1957]. Il fonctionne bien seulement pour les premiers instants de l'écoulement plastique. D'autre part, ces deux modèles introduisent un terme de contrainte locale trop élevé.

Le modèle de Hill [Hill, 1965] introduit un opérateur élastoplastique tangent à l'échelle locale et a été intégré dans le cas d'une inclusion sphérique et de l'élasticité homogène isotrope par Berveiller - Zaoui [Berveiller and Zaoui, 1979]. Ce modèle fonctionne bien en traction monotone, et peut ainsi être utilisé pour une première identification des paramètres de loi monocristalline.

Enfin, la "règle en  $\beta$ " est basée sur une approche phénoménologique et reproduit fidèlement le comportement macroscopique pour différents types de sollicitations, mais néglige l'aspect géométrique et spatial des grains et ne prend pas en compte les effets de voisinage [Cailletaud, 1987, Pilvin, 1990, Pilvin, 1994, Pilvin and Cailletaud, 1990, Cailletaud and Pilvin, 1994].

L'augmentation des capacités de calcul permet désormais de modéliser explicitement la microstructure. Il est ainsi possible, à partir de la génération d'agrégats polycristallins, de rendre compte du comportement macroscopique tout en ayant accès aux grandeurs locales, introdui-

sant des valeurs hétérogènes [Barbe, 2000, Barbe et al., 2001, Barbe et al., 2001, Gérard, 2008]. Pour ce type de modèle, le choix du modèle monocristallin dépend de l'approche adoptée et du type de sollicitation envisagé.

N'ayant pas accès au comportement local des monocristaux de tantale dans les conditions de l'étude pour de faibles taux de déformation, une approche inverse est nécessaire. D'autre part, le modèle doit être capable de bien restituer le comportement sous des chargements cycliques. Ainsi, le comportement viscoplastique de chaque grain choisi est de type Méric-Cailletaud, dans le cadre des petites perturbations.

Le tenseur de déformation s'écrit comme la somme d'une contribution élastique et d'une contribution plastique :

$$\dot{\tilde{\epsilon}} = \dot{\tilde{\epsilon}}^e + \dot{\tilde{\epsilon}}^p \quad (3.1)$$

Le comportement élastique pour les grains est de type cubique. La matrice d'élasticité est alors définie dans la base cristalline ( $[100], [010], [001]$ ) par trois coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  comme présentés dans le tableau 1.2 partie 1.1.

$$\tilde{\mathbf{C}} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

La partie plastique de la déformation dépend des contributions des glissements plastiques de tous les systèmes.

Il est issu de l'hypothèse que le glissement est le mode de déformation prédominant :

$$\dot{\tilde{\epsilon}}^p = \sum_s \tilde{M}^s \dot{\gamma}^s \quad (3.3)$$

Le tenseur d'orientation  $\tilde{M}^s$  est défini par la normale au plan de glissement et la direction du glissement suivant l'équation 3.4.

Tenseur d'orientation de chaque système s'écrit donc :

$$\tilde{M}^s = \frac{1}{2} (\bar{n}^s \otimes \bar{m}^s + \bar{m}^s \otimes \bar{n}^s) \quad (3.4)$$

Les systèmes de glissement choisis sont de la famille  $\{110\}\langle 111 \rangle$ , constituant ainsi 12 systèmes potentiellement activables. Comme nous l'avons vu dans la partie 1.2.1, le glissement se produit sur ces plans à température ambiante ( $\psi = 0$ ). Il est également possible de considérer les systèmes  $\{112\}\langle 111 \rangle$  voire  $\{123\}\langle 111 \rangle$ , mais les calculs n'en auraient été que plus lourds. De plus, il a été démontré par Zouhal et al. que le nombre de systèmes de glissement actifs dans les polycristaux de cuivre tend vers 1 au bout de quelques centaines de cycles à  $\frac{\Delta \epsilon}{2} = 0,2\%$  [Zouhal et al., 1996].

La loi d'écoulement viscoplastique est de type Sellars-Tegart :

$$\dot{\nu}^s = \dot{\nu}_0 \sinh \left( \frac{|\tau^s - X^s| - r^s - R_a^s}{\sigma_0} \right) \quad (3.5)$$

Le terme d'écrouissage isotrope de type Méric-Cailletaud suit une loi d'évolution non-linéaire :

$$r^s = bQ \sum_r h^{sr} \rho^r \quad (3.6)$$

où  $b$  et  $Q$  sont des constantes et  $h^{sr}$  la matrice d'interaction.

Dans l'équation 3.6, le terme d'écroissage isotrope dépend de la densité de dislocations  $\rho$ , contrairement au chapitre précédent où la dépendance à la densité de dislocations est écrite sous la forme de Mecking-Kocks [Mecking, 1981]  $\sqrt{\rho}$ . C'est une variante simplificatrice introduite par les mécaniciens, équivalente à celle formulée dans le modèle de Méric-Cailletaud [Méric and Cailletaud, 1991] et a déjà été utilisé sous cette forme par ailleurs [Guilhem, 2011, Fivel and Forest, 2004a].

$$\dot{\rho}^s = (1 - b\rho)\dot{v}^s \quad (3.7)$$

Le terme d'écroissage cinématique est un outil performant pour la description du phénomène de Bauschinger et s'écrit :

$$X^s = c\alpha^s \quad (3.8)$$

et suit la loi d'évolution :

$$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\alpha^s\dot{v}^s \quad (3.9)$$

Le paramètre  $d$  pilote la vitesse de saturation de l'écroissage cinématique et  $\frac{c}{d}$  est la valeur à saturation de l'écroissage cinématique.

La surface de charge est basée sur la cission résolue  $\tau^s$  et est calculée pour chaque système  $s$  à partir du tenseur des contraintes  $\tilde{\sigma}^g$  et du tenseur d'orientation  $\tilde{M}^s$  issu de la loi de Schmid (bien que les matériaux cubiques centrés ne la respectent pas vraiment, comme nous l'avons vu dans le chapitre 1). C'est cependant la formulation la plus usuelle et celle que nous adoptons pour des raisons de simplicité.

$$\tau^s = \tilde{\sigma}^g : \tilde{M}^s = \frac{1}{2}\tilde{\sigma}^g : (\bar{n}^s \otimes \bar{m}^s + \bar{m}^s \otimes \bar{n}^s) \quad (3.10)$$

$$\dot{\gamma}^s = \dot{v}^s \operatorname{sgn}(\tau^s - X^s) \quad (3.11)$$

Le modèle a été enrichi par l'ajout d'un autre écroissage isotrope associé au vieillissement, introduit sur les systèmes de glissement, semblable à celui utilisé dans le modèle macroscopique. L'introduction d'une variable interne de temps de vieillissement  $t_a$  permet ainsi de rendre compte du pic de traction sur l'agrégat. Pour des raisons de simplicité, un seul  $t_a$  a été introduit, et non 12. La même valeur de temps initial de vieillissement  $t_{a0}$  a été choisie pour tous les systèmes sans distinction.

$$R_a^s = P_1[1 - \exp(-P_2 t_a^\beta)] \quad (3.12)$$

Le paramètre de vieillissement suit la loi d'évolution suivante :

$$\dot{t}_a = 1 - \frac{t_a}{t_w} \quad (3.13)$$

avec  $t_w = \frac{\omega}{\dot{\varepsilon}_{cum}^p}$  et  $t_a(t=0) = t_{a0}$

La déformation plastique équivalente au sens de von Mises s'écrit :

$$\varepsilon_{eq}^p = \sqrt{\frac{2}{3}} \tilde{\varepsilon}^p : \tilde{\varepsilon}^p \quad (3.14)$$

De même, la vitesse de déformation plastique équivalente s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^p = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\varepsilon}^p : \dot{\varepsilon}^p} \quad (3.15)$$

Ce modèle a été choisi pour sa capacité à améliorer la connaissance des indicateurs pertinents pour la mise en place d'un critère de fatigue, avec un bon ratio entre la richesse du modèle et le temps de calcul. Il reste toutefois rudimentaire et d'autres façons d'introduire le vieillissement au niveau des systèmes de glissement demeurent à explorer.

### 3.1.2 Identification

L'identification directe des paramètres du modèle nécessite des résultats d'essais mécaniques sur des monocristaux, ce qui est difficilement réalisable. De ce fait, une identification par méthode inverse sur des essais de traction uniaxiale et les cycles stabilisés des essais de fatigue sur polycristal a été réalisée.

Afin de contrôler l'impact d'autres paramètres géométriques sur la réponse macroscopique des agrégats, différentes simulations ont été réalisées pour plusieurs tailles d'agrégats, de 50 à 250 grains, pour différentes densités de maillages et différents tirages aléatoires d'orientations.

Une taille d'agrégat suffisante est nécessaire afin d'assurer un comportement proche de celui d'une éprouvette complète. Ici, un agrégat de minimum 50 grains et comportant 3 grains dans l'épaisseur est le minimum pour assurer une réponse macroscopique homogénéisée identique à la réponse macroscopique [Zeghadi, 2005]. De plus, les différents tirages d'orientations sur un agrégat de 250 grains ne font varier la réponse macroscopique que de 20 MPa maximum (soit  $\pm 5\%$ ) pour un essai de traction jusqu'à 5% de déformation.

Enfin, la densité de maillage influence peu la réponse macroscopique, de l'ordre de 10 MPa de dispersion pour un essai de traction jusqu'à 5% de déformation, toutes choses étant égales par ailleurs. De ce fait, il est possible d'adapter la densité de maillage en fonction de l'étude menée : des maillages grossiers ont été utilisés pour l'identification, diminuant les temps de calculs et la quantité de données stockées, alors que des agrégats finement maillés ont été utilisés afin de réaliser les analyses des champs de surface présentés ci-après.

$\dot{\nu}_0$	$5 \cdot 10^{-5} s^{-1}$	$C_1$	$360 \cdot 10^3 MPa$	$P_1$	$40 MPa$
$\sigma_0$	$5 MPa$	$D_1$	8000	$P_2$	$0,005 s^{-\beta}$
$Q$	$1 MPa$	$C_2$	$250 MPa$	$\omega$	$5 \cdot 10^{-4}$
$b$	1,5	$D_2$	1,5	$\beta$	0,666
$h_i$	1			$t_{a0}$	$5 \cdot 10^4 s$

TAB. 3.1 – Paramètres du modèle de Méric-Cailletaud avec le terme de vieillissement identifiés pour le tantale.

Les paramètres identifiés rassemblés dans le tableau 3.1 sont assez proches de ceux du modèle macroscopique présenté dans le chapitre 2, tableau 2.1. Deux écrouissages cinématiques sont utilisés, tandis qu'un faible écrouissage isotrope subsiste. Les paramètres liés au vieillissement statique sont quasi-identiques à ceux du modèle macroscopique.

Les coefficients de la matrice d'interaction  $h_i$  ont tous été fixés à la même valeur de 1, afin de ne favoriser aucun système par rapport à un autre (écrouissage latent uniforme). Pour d'autres matériaux tels que les aciers, une matrice complète avec différentes valeurs en fonction des types d'interactions peut être adoptée [Guilhem, 2011].

D'autre part, il a été montré que le choix de paramètres de la matrice d'interaction peut générer différents types de localisation dans les monocristaux : bandes de glissement, bandes en genou, ou bandes de cisaillement [Forest, 1998]. Si tous les termes de la matrice sont égaux  $h_i = 1$ , un écrouissage isotrope apparaît, associé à la formation de bandes non cristallographiques. Dans le cas du tantale, le glissement dévié facile peut mener à la formation de ce genre de bandes non cristallographiques, confortant le choix des coefficients de la matrice d'interaction.

Dans le cas du tantale, la courbe d'écrouissage cyclique à  $\pm \frac{\Delta \varepsilon}{2} = 0,2 \%$  se stabilise rapidement et permet d'identifier les paramètres cinématiques. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, cette amplitude de déformation n'engendre pas de durcissement ou d'adoucissement cyclique. Le dixième cycle simulé a été choisi comme étant le cycle stabilisé, car peu d'écrouissage isotrope a été introduit et sa saturation est rapide, conformément à l'expérience pour cette amplitude de déformation.

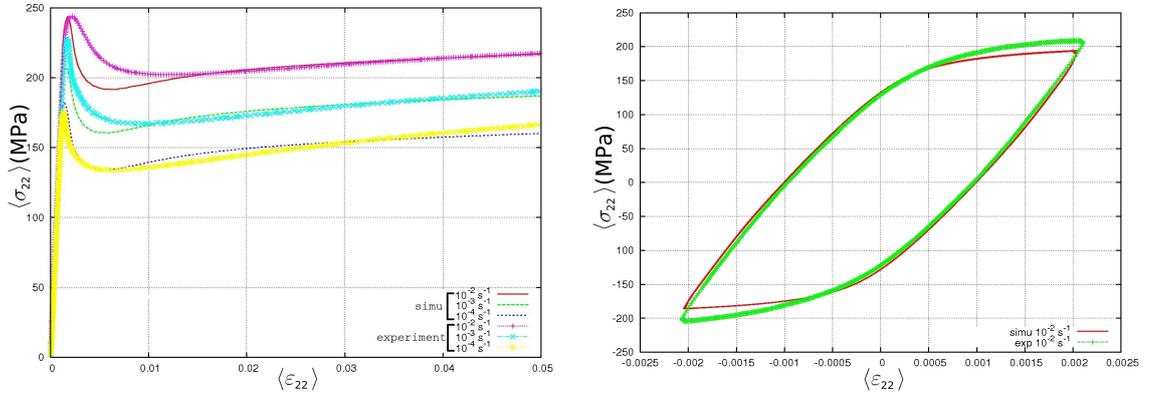


FIG. 3.1 – Simulations monotones et cycliques à température ambiante de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pour un agrégat semi-périodique. Comparaison à l'expérience.

Les résultats de l'identification sont présentés sur la figure 3.1. La réponse macroscopique est acceptable, tant en traction uniaxiale que pour la restitution du comportement cyclique. L'allure du pic de traction est différente de celle du modèle macroscopique, à cause des interactions entre les différents grains au moment de la chute de contrainte associée au désancrage. De plus, le début de l'écrouissage est moins linéaire dans le cas polycristallin. En effet, le franchissement du seuil de plasticité est plus progressif que dans le cas macroscopique du fait des différentes orientations cristallines des grains.

Cette identification inverse ayant permis de restituer la réponse macroscopique du tantale polycristallin, il va désormais être possible d'accéder aux champs mécaniques locaux et de les comparer à ceux issus de l'expérience présentés ci-après.

## 3.2 Étude de la microstructure

### 3.2.1 Principe de fonctionnement des moyens expérimentaux utilisés

L'étude macroscopique a montré l'existence d'une bande de déformation hétérogène qui se propage le long de la zone utile de l'éprouvette. Cette bande, associée au pic de traction est identifiée comme une manifestation du vieillissement statique. Les observations présentées jusqu'ici n'ont pas permis de quantifier la déformation locale engendrée par le passage de cette bande, ni l'hétérogénéité de déformation que cette dernière génère. Une investigation utilisant

des moyens plus performants permettra de lever ces interrogations.

Le moyen servant de base aux observations de la microstructure est un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Les images sont construites en se basant sur le principe des interactions électron-matière. Un faisceau d'électrons frappe la surface de l'échantillon, et un détecteur vient récupérer les électrons qui n'ont pas été absorbés. En fonction de l'énergie d'impact du faisceau primaire, les électrons pénètrent plus ou moins profondément dans la matière, tel que schématisé sur la figure 3.2.

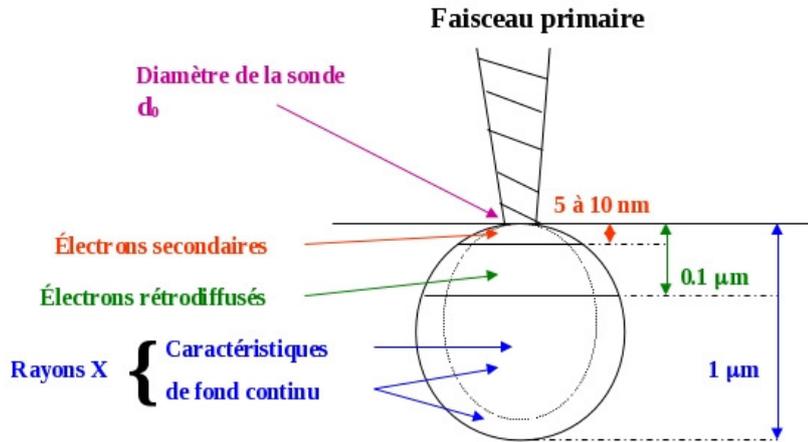


FIG. 3.2 – Schéma représentatif de l'interaction électrons-matière.

Les électrons secondaires permettent de faire ressortir la topologie de la surface du matériau, car ils ont la plus faible pénétration. Les électrons rétrodiffusés permettent quant à eux de recueillir des informations sur la chimie de la zone étudiée par contraste de numéro atomique. En fonction des informations recherchées, les deux types d'électrons ont été utilisés.

Il est également possible par la diffraction des électrons rétrodiffusés (ou EBSD : Electron Back Scattered Diffraction) de récupérer des informations très riches sur la texture du matériau. En effet, la diffraction des rayons X ou des neutrons donne une mesure globale de la distribution des orientations dans le polycristal, alors que l'EBSD permet de la corrélérer à la microstructure, éventuellement pour différents niveaux de déformations dans le cas d'essais de traction interrompus.

L'inclinaison de l'échantillon à  $70^\circ$  par rapport à l'incidence normale permet une émission maximale d'électrons rétrodiffusés. Pour augmenter la résolution spatiale, le détecteur EBSD est couplé à un MEB (JEOL JSM-7600F) disposant d'un canon à émission de champ (FEG : Field Emission Gun). On obtient ainsi une résolution de l'ordre de 20 à 50 nm.

Une partie des électrons incidents frappant la surface de l'échantillon remplit la condition de Bragg ( $2d_{(hkl)} \sin \theta_{(hkl)} = n \cdot \lambda$ ) avec les différentes familles de plans atomiques.  $d_{(hkl)}$  représente la distance entre deux plans diffractants,  $\theta_{(hkl)}$  l'angle de diffraction associé,  $\lambda$  la longueur d'onde et  $n$  l'ordre de diffraction.

Ces électrons diffractés par une famille de plans donnée forment deux cônes de diffraction fortement ouverts. Leur intersection avec l'écran fait apparaître des paires de lignes de Kikuchi. Ces bandes observées sont ainsi simplement des traces des plans diffractants. Dans la région où est focalisé le faisceau, plusieurs familles de plans font diffracter les électrons rétrodiffusés. Ainsi, plusieurs paires de bandes se forment, permettant de remonter à l'orientation cristallographique de la zone étudiée (cf. figure 3.3). Ici, les bandes sont bien nettes et

facilement indexables par le logiciel, signe d'un polissage de qualité ce qui autorise une relativement grande vitesse de balayage en mode EBSD.

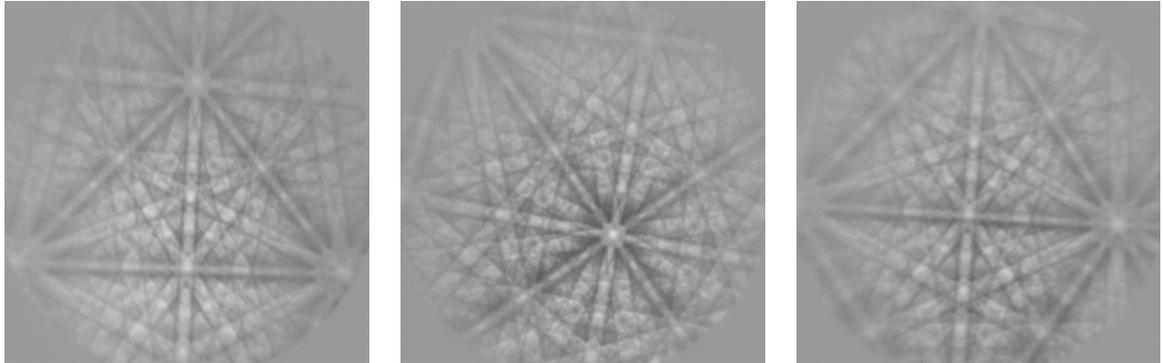


FIG. 3.3 – Diagrammes de Kikuchi de la microstructure initiale du tantale.

Un grain d'un polycristal recristallisé et non déformé est caractérisé par une orientation cristalline principale; tandis qu'un grain déformé présentera une dispersion, voire un gradient d'orientation au sein du grains, facilement quantifiable. Dans notre cas, on pourra étudier l'évolution des désorientations dans un grain particulier en fonction de la déformation plastique cumulée, que ce soit pour des essais monotones ou de fatigue.

Il est alors possible de réaliser des simulations par éléments finis basées sur des modèles microstructuraux complexes en utilisant les données obtenues telles que la morphologie des grains, la texture cristallographique, *etc.* Il est également possible de comparer les résultats des simulations avec les données expérimentales recueillies, nonobstant les temps importants d'analyse qui en découlent.

### 3.2.2 Images de la microstructure du matériau d'étude

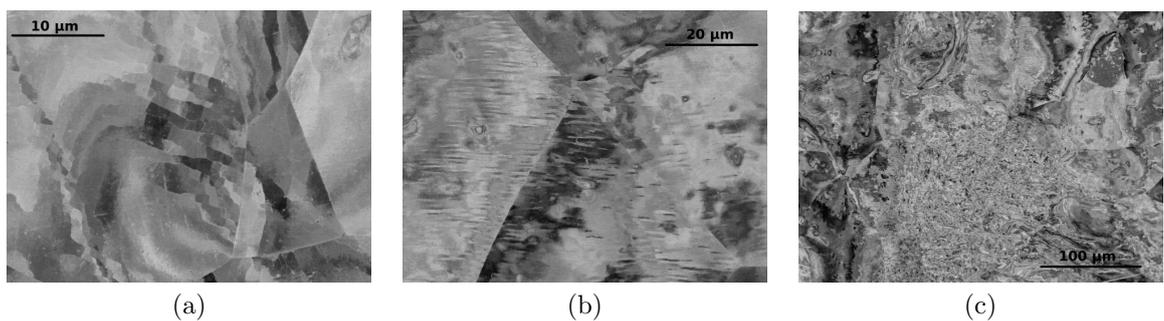


FIG. 3.4 – Clichés MEB en électrons secondaires de différentes zones de la microstructure du tantale avant sollicitation.

Les premiers clichés réalisés sur le matériau d'étude montrent que la microstructure n'est pas complètement recristallisée (cf. figure 3.4). Le matériau présente des zones fortement désorientées, complètement incohérentes, semblables à un magma (3.4 (c)). Il y a également des sous-structures lamellaires à l'intérieur de certains grains (3.4 (a)), qui semblent parfois traverser ce qui apparaît comme étant un joint de grain (3.4 (b)). Des cartographies EBSD de ces zones n'ont rien permis de mettre en évidence, chaque pixel correspondant à une orientation

complètement différente. Ainsi, aucun grain ne peut être identifié.

Ces observations ont déjà été effectuées pour d'autres études sur la recristallisation du tantale déformé [Norlain, 1999, Houillon, 2009, Kerisit, 2012]. Un polissage important a été nécessaire afin de retirer l'érouissage de surface, certainement dû à l'usinage (jusqu'à environ 300  $\mu m$  dans l'épaisseur). Le protocole de polissage est détaillé dans le tableau A.1, reporté en annexe A. Lorsque ce protocole est respecté, l'intégralité des zones érouies et/ou partiellement recristallisées est retirée. Les cartographies obtenues sont alors celles présentées ci-après sur la figure 3.5.

### 3.2.3 Texture du matériau d'étude : clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés

Les cartographies EBSD réalisées sur le matériau avant sollicitation nous fournissent des informations précieuses pour la suite de notre étude en terme de texture locale et de morphologie de la microstructure. La taille de grain est assez importante, de l'ordre de 100  $\mu m$ . Dans d'autres études sur le même matériau, la taille de grain moyenne était de l'ordre de 50 à 70  $\mu m$  [Buy, 1996, Frénois, 2001, Houillon, 2009].

Ces différentes tailles de grains sont attribuables aux différentes épaisseurs de tôles utilisées, induisant des taux de déformation différents au cours de la gamme d'obtention des flans et donc une recristallisation différente, même si les paramètres du traitement thermique de recristallisation restent inchangés.

Les grains sont quasi-équiaxes sur l'ensemble de la surface analysée. On remarque également la présence de certains joints de grains assez courbés, témoignant d'une recristallisation complète mais opérée dans des conditions non optimales (cf. figure 3.5). L'observation de la surface ne permet pas de mettre en évidence de direction privilégiée, la gamme d'obtention faisant intervenir des laminages croisés. D'autre part, des analyses EBSD de sections d'une éprouvette n'ont pas révélé de morphologie particulière.

La désorientation aux joints de grain est importante (cf. figure 3.6), avec très peu de sous-joints restants (0,4% sur la zone analysée sur la figure 3.5), indiquant une nouvelle fois une recristallisation conforme aux spécifications.

De plus, la distribution de l'orientation des grains (Grain Orientation Spread : GOS, traduisant la moyenne de l'écart d'orientation d'un pixel par rapport à l'orientation moyenne du grain) reportée sur la figure 3.7 ne montre que deux grains dont la désorientation interne est supérieure à 1,5 °, situés dans les zones où des sous-joints sont encore présents. Ces valeurs restent cependant très faibles et permettent de ne considérer qu'une orientation par grain à l'état initial.

La distribution de l'orientation des grains est calculée de la manière suivante : pour chaque pixel de la cartographie EBSD, on définit une orientation  $g$  à partir des angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  telle que :

$$g = \begin{bmatrix} \cos\varphi_1\cos\varphi_2 - \sin\varphi_1\sin\varphi_2\cos\phi & \sin\varphi_1\cos\varphi_2 + \cos\varphi_1\sin\varphi_2\cos\phi & \sin\varphi_2\sin\phi \\ -\cos\varphi_1\sin\varphi_2 - \sin\varphi_1\cos\varphi_2\cos\phi & -\sin\varphi_1\sin\varphi_2 + \cos\varphi_1\cos\varphi_2\cos\phi & \cos\varphi_2\sin\phi \\ \sin\varphi_1\sin\phi & -\cos\varphi_1\sin\phi & \cos\phi \end{bmatrix} \quad (3.16)$$

L'orientation moyenne d'un grain  $\bar{g}$  composé de  $N$  points de mesure est donc définie telle que :

$$\bar{g} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N g_i \quad (3.17)$$

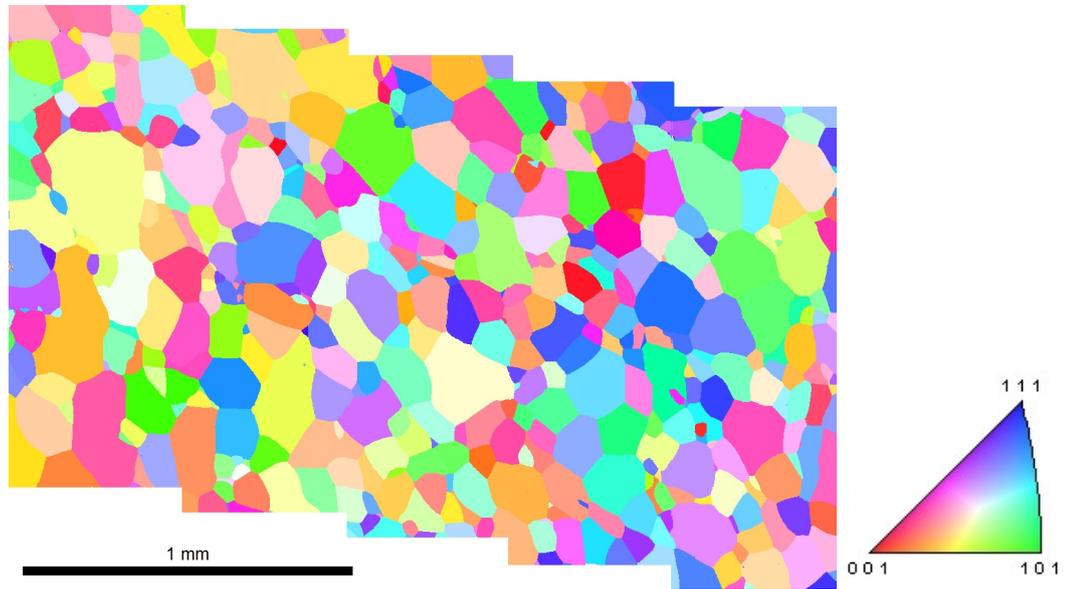


FIG. 3.5 – Cartographie EBSD du matériau d'étude sur une large zone située au centre d'une éprouvette de traction (cf. figure 2.2 (a)).

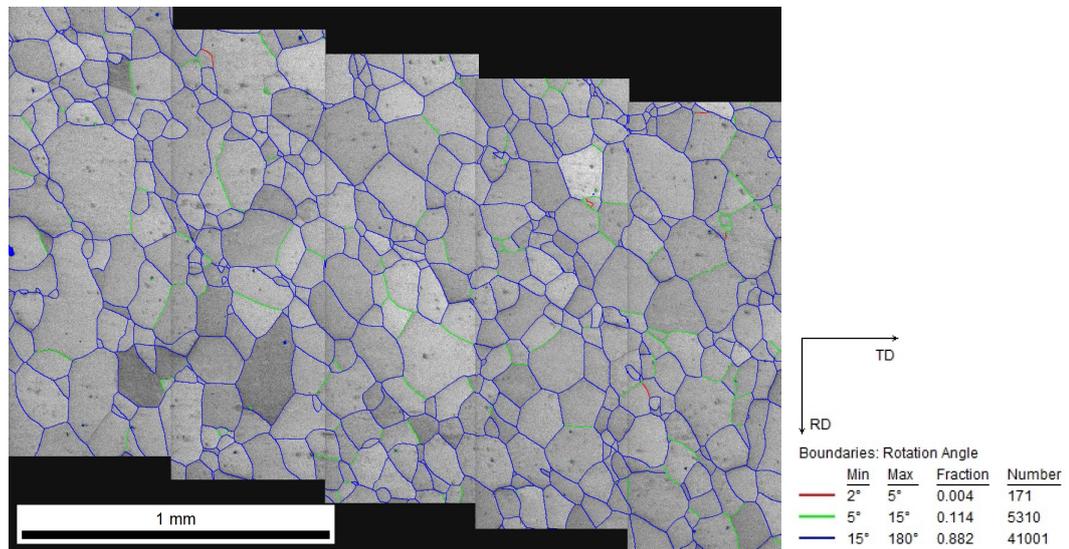


FIG. 3.6 – Désorientations aux joints de grains du matériau d'étude sur une large zone située au centre d'une éprouvette de traction (cf. figure 2.2 (a)).

Ainsi la distribution d'orientation moyenne pour un grain donné comportant  $N$  points de mesure s'écrit à partir des équations 3.16 et 3.17 :

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [g_i \cdot \bar{g}^{-1} - I] \quad (3.18)$$

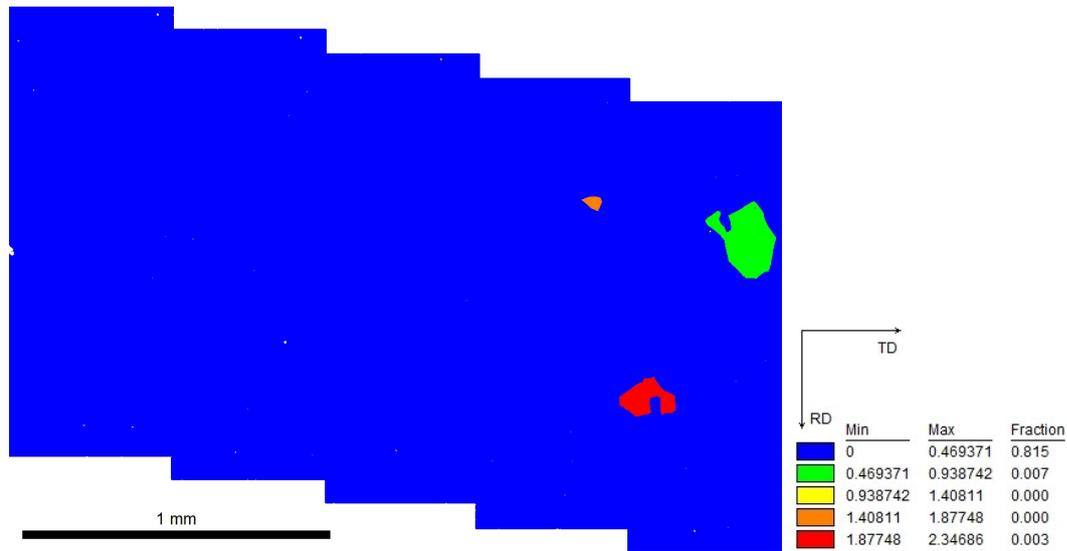


FIG. 3.7 – Distribution d'orientation des grains (GOS) du matériau d'étude sur une large zone située au centre d'une éprouvette de traction (cf. figure 2.2 (a)).

L'analyse des figures de pôle sur les fichiers bruts ne permet pas de mettre en évidence une texture marquée (figure 3.8). De ce fait, l'hypothèse d'une texture isotrope avec une seule orientation par grain est adoptée pour le reste de l'étude, notamment pour les calculs d'agrégats polycristallins.

### 3.3 Mesures des champs de déformation de surface

Dans cette partie, deux échelles d'études, associées à deux méthodes de dépouillement seront utilisées. Tout d'abord, une large zone de  $400 \times 400 \mu m^2$  est étudiée pour un essai de traction interrompu en utilisant un logiciel de corrélation d'images (Vic-2D). Les images (d'une résolution d'environ  $100 \text{ nm}/px$ ) sont réalisées dans le MEB JEOL présenté précédemment. Les champs de déformation de surface permettront d'avoir accès aux tendances de déformation à l'échelle locale et à des données statistiques sur une large zone.

Ensuite, une zone plus petite mesurant  $50 \times 50 \mu m^2$  est étudiée en utilisant un programme Matlab développé par T. Paris [Paris, 2008]. Cette étude particulière sera focalisée sur des zones spécifiques, telles que des joints de grains ou des zones comportant de nombreuses lignes de glissement. L'analyse qualitative des évolutions relatives des déformations permettra d'identifier l'hétérogénéité de déformation à l'échelle locale, là où la résolution de la corrélation d'images est insuffisante.

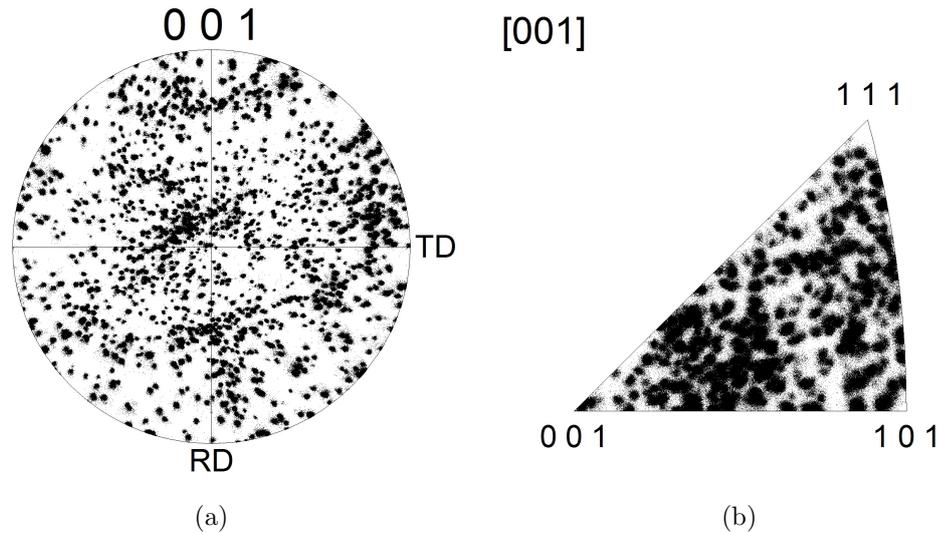


FIG. 3.8 – Figures de pôle inverse directe (a) et inverse (b) suivant  $[001]$  du matériau d'étude sur une large zone située au centre d'une éprouvette de traction (cf. figure 2.2 (a)).

### 3.3.1 Principe de la corrélation d'images

A partir d'images successives d'une même zone à des instants différents, il est possible de construire les champs de déplacement des points d'une grille. Pour ce faire, l'utilisation de la corrélation d'images est un outil efficace. Cette technique est basée sur la définition d'un domaine en chaque point de la grille de l'image de référence qui sera recherché dans la deuxième image. Pour la construction des cartes, le mode séquentiel est utilisé : c'est la première image (état non déformé) qui sert de référence pour chaque calcul de champ de déplacement (à l'inverse du mode incrémental, qui prend à chaque incrément de déformation l'image de l'incrément précédent comme référence). Les grandes lignes détaillant le principe de la méthode sont présentées ci-après. Pour une étude approfondie, se référer à [Grédiac and Hild, 2011].

Trois étapes successives permettent de passer de la mesure à la déformation. Tout d'abord, le dépouillement commence par une mesure des déplacements à partir des images successives. Elle est la somme du champ exact, d'une erreur aléatoire et d'une erreur systématique. Cette dernière est généralement très faible, souvent négligée grâce aux outils de filtrage.

Ensuite, un filtrage des déplacements est opéré, afin d'atteindre un compromis entre la diminution de l'effet de bruit et la perte d'information liée à un trop fort lissage. Ce filtrage d'effectue par l'utilisation d'une fonction d'interpolation des niveaux de gris, qui peut être bilinéaire, bicubique ou d'ordre encore supérieur.

Enfin, on opère la dérivation des déplacements pour obtenir les déformations. Cette opération se fait généralement grâce aux calculs des déformations de Green-Lagrange. en chaque point de calcul, les composantes de déformation sont calculées à partir des valeurs de déplacement  $u$  et  $v$  des quatre points voisins. Un filtre assure un moyennage spatial supplémentaire. Trois grandes familles de dérivation existent :

- les différences finies : opération de discrétisation des opérateurs de dérivation entre les points de données
- les méthodes de traitement d'images : utilisation d'un noyau de convolution pour la reconstruction des déformations
- les méthodes d'interpolation / approximation : projection des mesures sur une base fonctionnelle (en général par la minimisation d'un critère aux-moindres carrés), faisant porter

la dérivation que sur les fonctions de la base

La taille du domaine utilisé pour la corrélation entre la configuration de référence  $f$  et la configuration déformée  $g$ , également appelée imagette, dépend du contraste de l'image. Elle est aussi un compromis à trouver entre la résolution autorisée par le logiciel (Vic-2D), et l'incertitude de mesure. Elle doit également être adaptée aux capacités du MEB utilisé pour capturer les images, dont la résolution peut être faible. Dans le cas d'une matrice régulière, la taille de l'imagette est proche du pas entre deux motifs. Les plots présents ne sont pas utilisés pour la corrélation d'images, qui utilise les niveaux de gris.

La détermination du champ de déplacement entre la configuration de référence et déformée se fait par le biais de la minimisation d'un coefficient de corrélation. Le critère le plus simple et le plus classique est l'écart quadratique des images. Les MEB ne permettent pas de garantir la stabilité de la conversion en niveaux de gris à l'origine du contraste de l'image, introduisant un biais important si l'on utilise ce critère. Il est possible d'opter pour une mesure de ressemblance prenant en compte la variation de contraste et de luminosité des images entre les deux configurations. Dans de bonnes conditions, on obtient ainsi un coefficient de corrélation de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  (0 corrélation parfaite, 1 pas de lien entre les deux images).

La méthode la plus évoluée par vic-2D (mais qui augmente les temps de calcul) est la ZNSSD : Zero-mean Normalized Sum of Squared Differences, qui tient compte à la fois du facteur d'échelle d'éclairage et d'un décalage des niveaux de gris. Ce critère est recommandé pour les images MEB avec de fortes variations de niveaux de gris. Le coefficient de corrélation entre une configuration de référence  $f$  et une configuration déformée  $g$  en tout point de calcul s'écrit alors sous la forme :

$$C = 1 - \frac{\sum[(f - \bar{f}) - (g - \bar{g})]^2}{\sqrt{\sum[(f - \bar{f}) - (g - \bar{g})]^2}} \quad (3.19)$$

$\bar{f}$  et  $\bar{g}$  sont les valeurs moyennes de  $f$  et  $g$  pour une configuration donnée.

Pour faciliter la convergence du calcul du champ de déplacement entre les deux configurations, vic-2D propose par ailleurs une définition semi-automatique d'un point de référence, ou germe pour faciliter la construction du champ de déplacement du centre de chaque imagette.

Les incertitudes associées au calcul des champs de déformations à partir de clichés MEB sont liées à trois sources principales : le grandissement, le balayage et la dérive du faisceau. Dans tous les cas, l'erreur cumulée maximale est de l'ordre de 1 pixel [Allais et al., 1994, Doumalin, 2000, Racine, 2005]. D'autre part, les mouvements hors-plan et l'alignement du système d'observation par rapport à la surface sont également une source d'erreur non-négligeable.

D'un point de vue numérique, la fonction de forme choisie ainsi que la méthode d'interpolation des niveaux de gris (ou coefficient de corrélation) dans la procédure de corrélation induisent également un biais dans le calcul de la déformation.

L'augmentation de la taille de l'imagette permet de diminuer l'erreur de mesure, mais également la résolution spatiale de mesure, car le déplacement (et la déformation) est moyenné sur une plus grande surface (cf. figures 3.9 et 3.11). L'influence de la taille de l'imagette sur les champs de déformation calculés a notamment été étudiée par Bodelot [Bodelot, 2008, Bodelot et al., 2011].

Entre les deux tailles d'imagettes (100 pixels représentant environ  $10 \mu\text{m}$  et 50 pixels représentant environ  $5 \mu\text{m}$ ) pour une même zone et pour une même déformation macroscopique, les

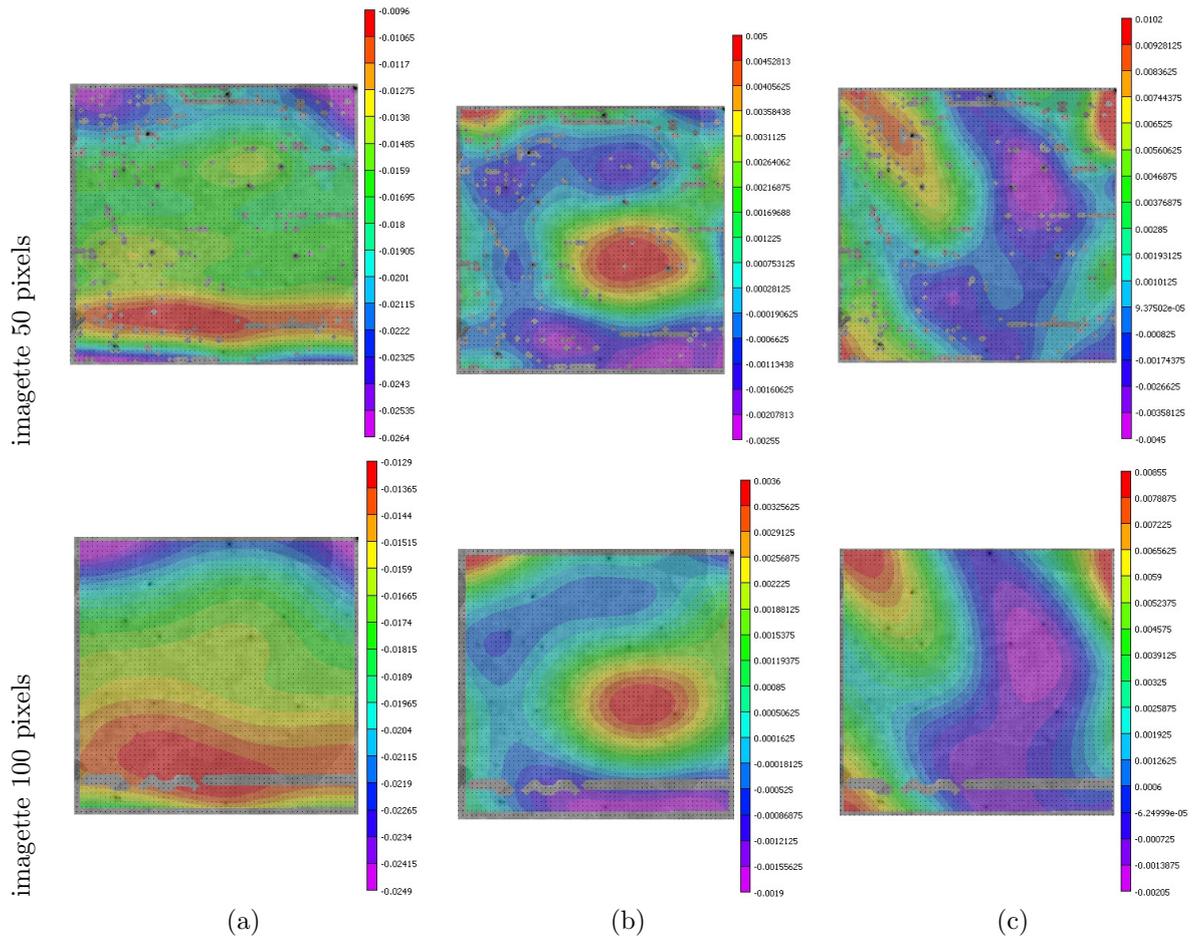


FIG. 3.9 – Comparaison des champs de déformation d'une zone de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  en fonction de la taille d'imagette pour  $\varepsilon_{macro} = 2,4\%$  dans la direction 2. (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$ .

déformations  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  suivent les mêmes tendances (cf. figure 3.9). De plus, on relève les mêmes ordres de grandeurs des minima, maxima et valeurs moyennes à quelques pourcents près (cf. figure 3.10). La résolution spatiale diminue quand la taille d’image augmente, mais la convergence est plus facile. De plus, l’incertitude de mesure diminue (cf. figure 3.11). Ce faisant, une partie de l’information intragranulaire est perdue, mais la corrélation est plus facile.

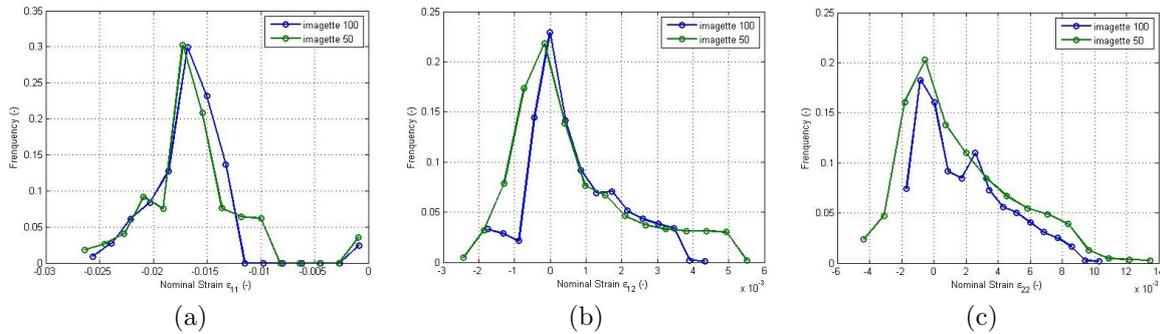


FIG. 3.10 – Analyse statistique des champs de déformation en fonction de la taille d’image pour  $\varepsilon_{macro} = 2,4\%$  dans la direction 2. (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$ .

Le logiciel ne donne de valeurs d’erreurs que sur les déplacements sous forme d’erreur absolue exprimée en pixels appelée “sigma”. Par défaut, le logiciel supprime les résultats où l’erreur dépasse 0,1 pixel. Sur la figure 3.11, on voit que l’erreur en pixels sur la mesure des déplacements est de l’ordre de 0,031 pixel pour l’image de 50 pixels, mais cette dernière est divisée d’un facteur deux lorsque la taille d’image passe à 100 pixels. Cette analyse permet également de révéler que l’erreur est la plus grande aux joints de grains, car c’est là que le contraste varie le plus d’une image à l’autre. Elle peut également être importante au niveau des bords de la zone d’analyse, du fait du manque de points pour le calcul des déformations.

De plus, il est important de remarquer que les déplacements hors plan sont négligés, induisant inévitablement une erreur de mesure des déformations  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$ . Elles ont été quantifiées, notamment par Sutton [Sutton et al., 2008], qui propose une méthode pour s’en affranchir. Cependant, les niveaux de corrections apportés restent inférieurs à la précision de la corrélation d’images et ne seront donc pas considérés ici, bien qu’ayant probablement une influence dans le cas de l’étude en fatigue.

Finalement, la corrélation d’images a pour avantage d’offrir une méthode rapide sur beaucoup de points de mesure avec une bonne précision de mesure si la taille d’image est suffisante. En revanche, elle présente l’inconvénient d’être sensible aux mouvements hors plan et à l’alignement du système par rapport à la surface ainsi qu’aux variations de luminosité et de contraste, bien qu’il existe des techniques pour s’en affranchir par le biais du coefficient de corrélation. Enfin, l’utilisation d’une grille ou de matrices de plots comme motif de base pour la corrélation d’images a pour effet de limiter la résolution spatiale.

### 3.3.2 Champs de déformation calculés à partir d’un motif aléatoire

Un essai de traction interrompu dans la direction horizontale (direction 2) a été réalisé à  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  et à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ . L’essai de traction a d’abord été effectué sur une machine électromécanique *Zwick* 100 kN. L’éprouvette a ensuite été démontée et placée dans un MEB afin de réaliser les clichés avant d’être remontée pour poursuivre l’essai. Les champs de déformation expérimentaux d’une zone de  $400 \times 400\ \mu\text{m}^2$  pour différents niveaux de déformation (0,6 %, 1,2% et 2,4%) ainsi que leur analyse statistique sont reportés ci-après. Les clichés servant de base pour la corrélation d’images ont été effectués à contrainte nulle, en électrons rétrodiffusés

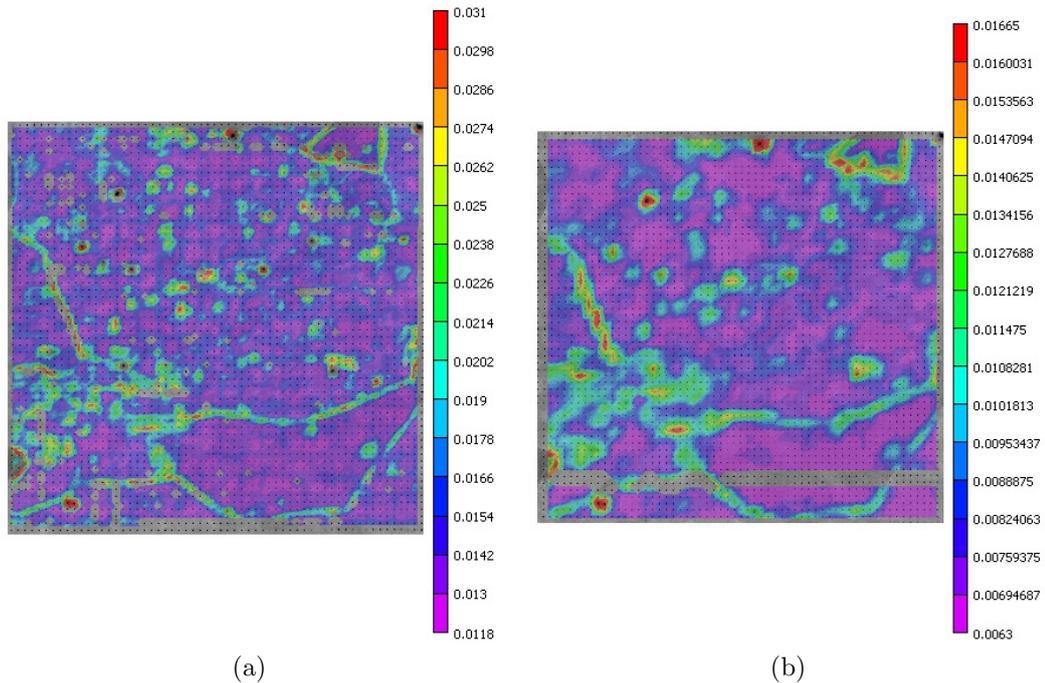


FIG. 3.11 – Comparaison de l’erreur associée aux calculs des champs de déformation d’une zone de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  en fonction de la taille d’imagette pour  $\varepsilon_{macro} = 2,4\%$ . (a) imagette de 50 pixels, (b) imagette de 100 pixels.

et avec une résolution d’environ  $100 \text{ nm}/px$ . C’est le contraste de niveaux de gris de l’image (et donc également la présence des plots de nickel) qui sert à la corrélation d’image, aucun mouchetis n’ayant été déposé. Tout d’abord, la figure 3.12 présente l’évolution des déformations locales calculées par le logiciel de corrélation d’images. La taille des imagettes assez importante a pour inconvénient de ne pas permettre l’accès aux déformations intragranulaires, mais permet cependant une bonne analyse à l’échelle de quelques grains. En effet, la déformation devient de plus en plus hétérogène, particulièrement pour la déformation  $\varepsilon_{12}$ .

La déformation se présente suivant de larges bandes qui se développent progressivement quelle que soit la composante étudiée. La résolution est cependant suffisante pour faire apparaître des zones avec des gradients de déformation importants (surtout pour la composante  $\varepsilon_{12}$ ) dans des zones proches de points triples et de joints de grains. La méthode présentée dans la partie suivante permet d’avoir accès à des champs de déformation dans des zones spécifiques telles que les joints de grains.

L’analyse statistique des déformations de surface issues de la corrélation d’images est reportée sur les figures 3.13 et 3.14. On peut ainsi relever que la déformation  $\varepsilon_{22}$  augmente progressivement. Lorsque la déformation macroscopique imposée est de  $\varepsilon_{macro} = 1,2\%$ , la valeur moyenne est d’environ  $2,5\%$ . La valeur moyenne finale de la composante  $\varepsilon_{22}$  est d’environ  $4,8\%$  pour une valeur maximale de  $6,5\%$  pour une déformation macroscopique imposée  $\varepsilon_{macro} = 2,4\%$ . La taille de la zone étudiée est encore trop faible pour être représentative du comportement macroscopique.

Ainsi, l’augmentation progressive de la déformation suivant la direction de sollicitation suit bien la tendance de la déformation macroscopique imposée, bien que les valeurs brutes ne soient pas corrélation directe. En effet, lorsque la déformation macroscopique double (on passe de  $1,2$  à  $2,4 \%$ ), la composante  $\varepsilon_{22}$  moyenne double également (passant de  $2,5$  à  $4,8 \%$ ).

D’autre part, la déformation dans la direction transverse  $\varepsilon_{11}$  évolue également suivant la même

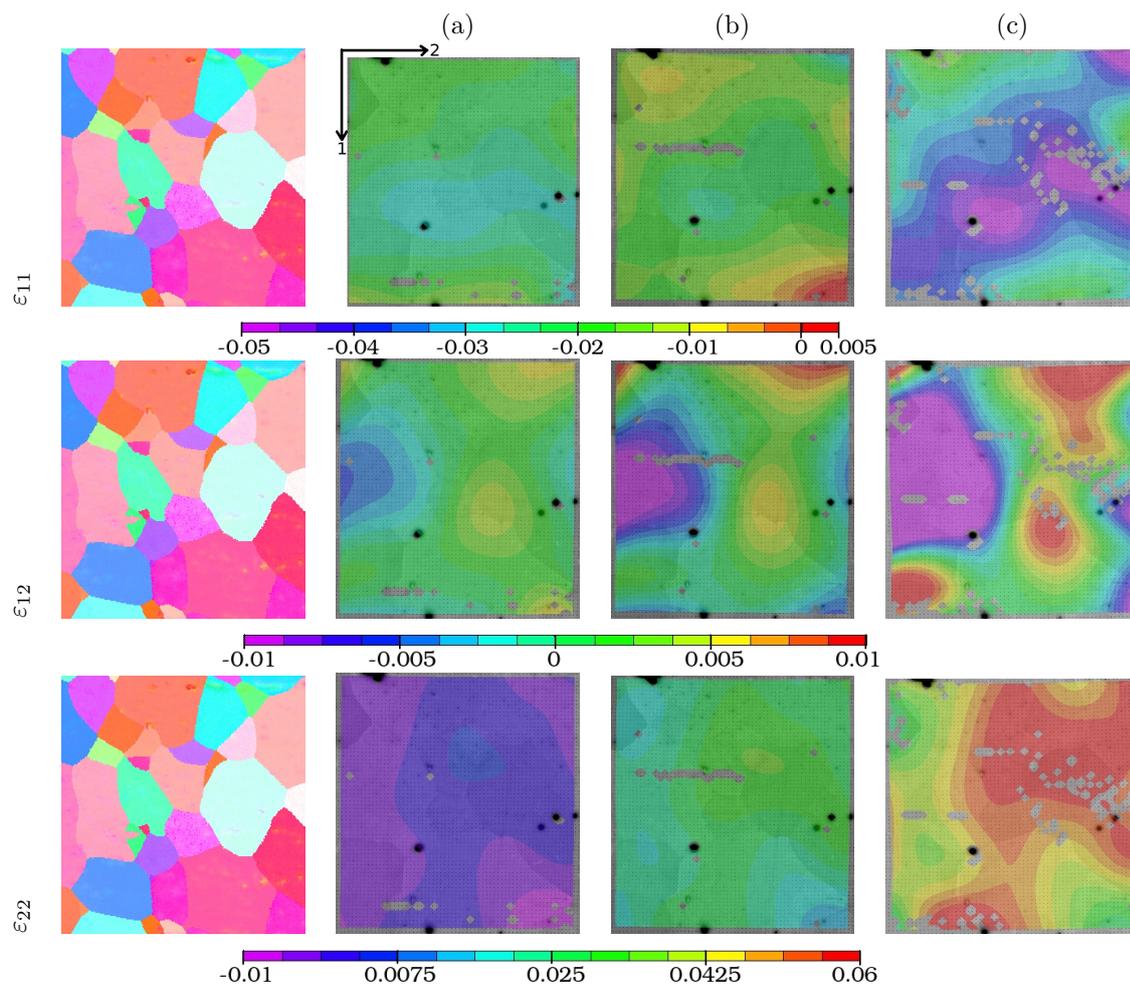


FIG. 3.12 – Evolution de la déformation locale d'une zone de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  pour un essai de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) Step 1  $\epsilon_{macro} = 0,6\%$ , (b) Step 2  $\epsilon_{macro} = 1,2\%$ , (c) Step 3  $\epsilon_{macro} = 2,4\%$ . La direction de sollicitation correspond à la direction 2.

tendance, avec une valeur moyenne augmentant (en valeur absolue) lorsque la déformation macroscopique augmente.

Ces valeurs sont en accord avec certaines études de la littérature, où des déformations maximales de l'ordre de 10 % ont été relevées localement par corrélation d'images pour une déformation macroscopique de 1,3 % [Kuo et al., 2008]. Dans ce cas, les valeurs moyennes de déformations étaient également largement supérieures à la déformation macroscopique imposée. Cependant, la sollicitation était de déformation plane et non de traction uniaxiale.

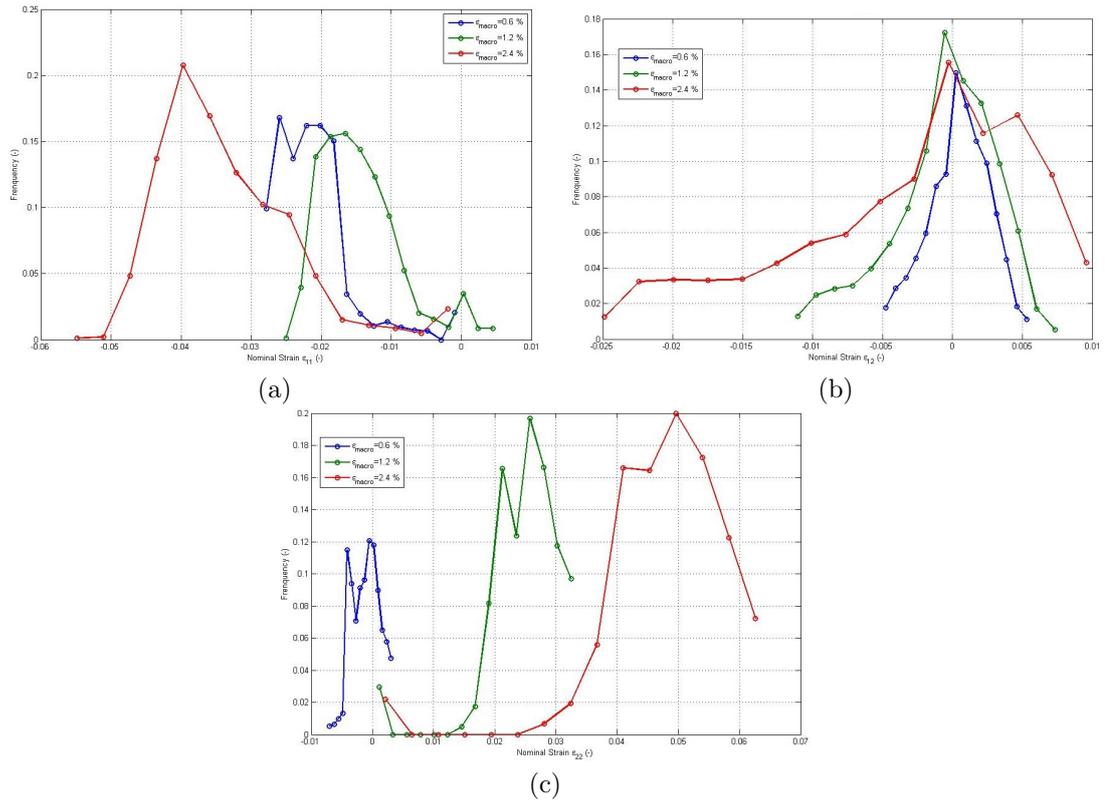


FIG. 3.13 – Histogrammes de la déformation lors d'un essai de traction (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$ , (c)  $\varepsilon_{22}$  en surface.

Finalement, cette première technique utilisant un motif aléatoire permet de bien capter les tendances d'évolution de la déformation. Malgré la résolution spatiale assez faible, l'hétérogénéité de déformation sous forme de bande est mise en évidence. Cette hétérogénéité est associée à des gradients de déformation importants. Bien que les valeurs absolues mesurées ne soient pas en accord avec les valeurs de déformations macroscopiques imposées, les tendances sont les bonnes et l'évolution relative de la déformation locale est cohérente.

### 3.3.3 Champs de déformation calculés à partir d'un motif régulier

La taille d'imagette nécessaire à la minimisation de l'erreur de mesure et permettant la convergence des calculs étant importante (de l'ordre de  $10 \mu m$ ), une autre méthode a été utilisée pour l'étude qualitative de l'hétérogénéité de déformation à l'échelle de certaines singularités géométriques, telles que les joints de grains ou encore les lignes de glissement apparaissant pro-

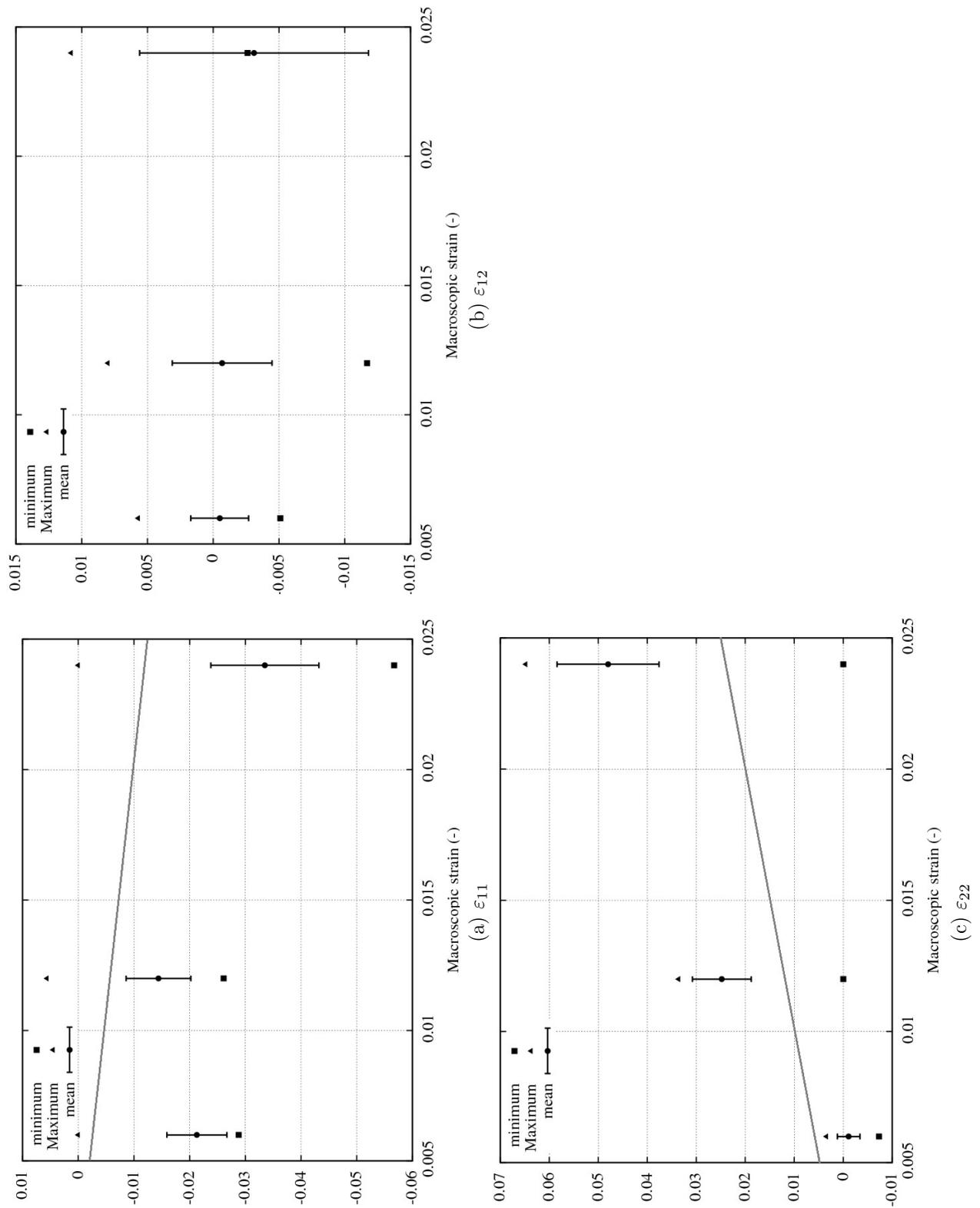


FIG. 3.14 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques pour les trois niveaux de déformation. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type. Les droites grises correspondent à l'évolution de la déformation théorique d'un VER.

gressivement dans certains grains favorablement orientés.

Un essai de traction interrompu à quatre stades de déformation plastique différents (0,15%, 0,3%, 0,8% et 1,8% ) a été réalisé à  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  et à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  (cf. figure 3.15). Les essais mécaniques présentés ci-après ont été réalisés sur une machine électro-mécanique *Zwick* 100 kN sur une éprouvette plate de  $15\text{ mm}$  de longueur utile et de section  $8 \times 3\text{ mm}^2$  (comme présenté dans le chapitre 2 figure 2.2). La zone d'étude mesure  $50 \times 50\mu\text{m}^2$ , soit une surface 64 fois plus petite que celle analysée en corrélation d'images. L'ensemble des clichés MEB présentés ici, dont ceux servant au calcul des déformations locales, ont été réalisés à contrainte nulle.

La première décharge a été effectuée au tout début de l'adoucissement lié au pic de traction. Deux bandes de déformation macroscopiques étaient alors visibles à la surface de l'éprouvette polie, proches des congés de raccordement de la zone utile de l'éprouvette. Les images MEB de ces zones mettent en évidence un grand nombre de lignes sombres dans les grains ; tandis que le centre de l'éprouvette restait vierge (cf. figures 2.8 et 2.9).

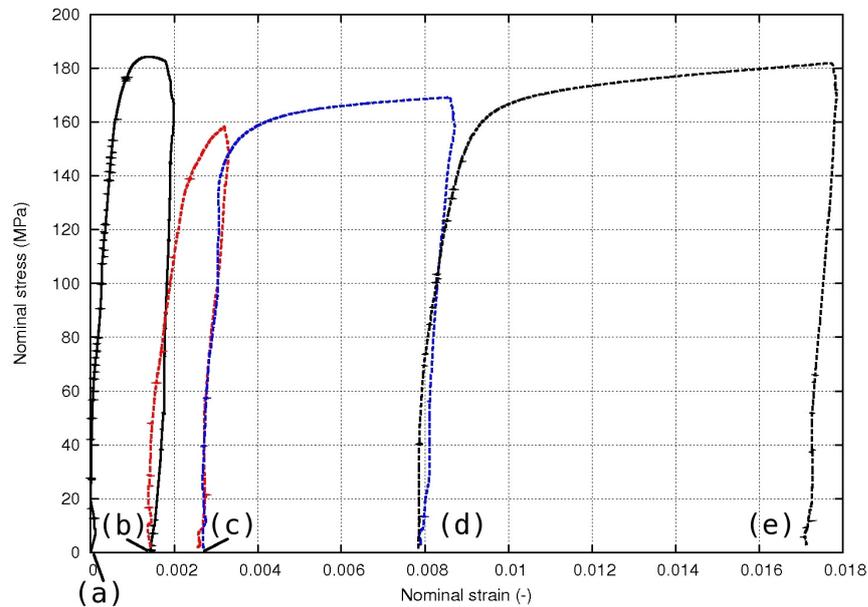


FIG. 3.15 – Essai de traction interrompu à 0,15%, 0,3%, 0,8% et 1,8% de déformation plastique macroscopique.

De plus, au sein même des zones déformées, certains grains sont restés non déformés (cf. figure 2.8). Cette localisation de la déformation peut-être à la fois due à l'orientation des grains et à l'effet de voisinage.

Afin d'étudier les déformations à l'échelle locale, des matrices de plots ont été réparties à la surface de l'éprouvette. Le protocole d'élaboration des matrices ainsi que leurs caractéristiques sont reportés en annexe A. Les zones présentées ici ont été choisies afin d'étudier l'hétérogénéité de déformation aux joints de grains ainsi que dans une zone présentant des lignes de glissement émergeant à la surface.

Les champs de déplacement sont calculés à partir des déplacements des marqueurs. Les déformations locales peuvent ensuite être déterminées par une dérivation discrète, connaissant le champ de déplacement des points de la grille entre deux états. Les détails de la méthode de calcul des déformations à partir du déplacement des marqueurs est présentée dans l'annexe A.5.

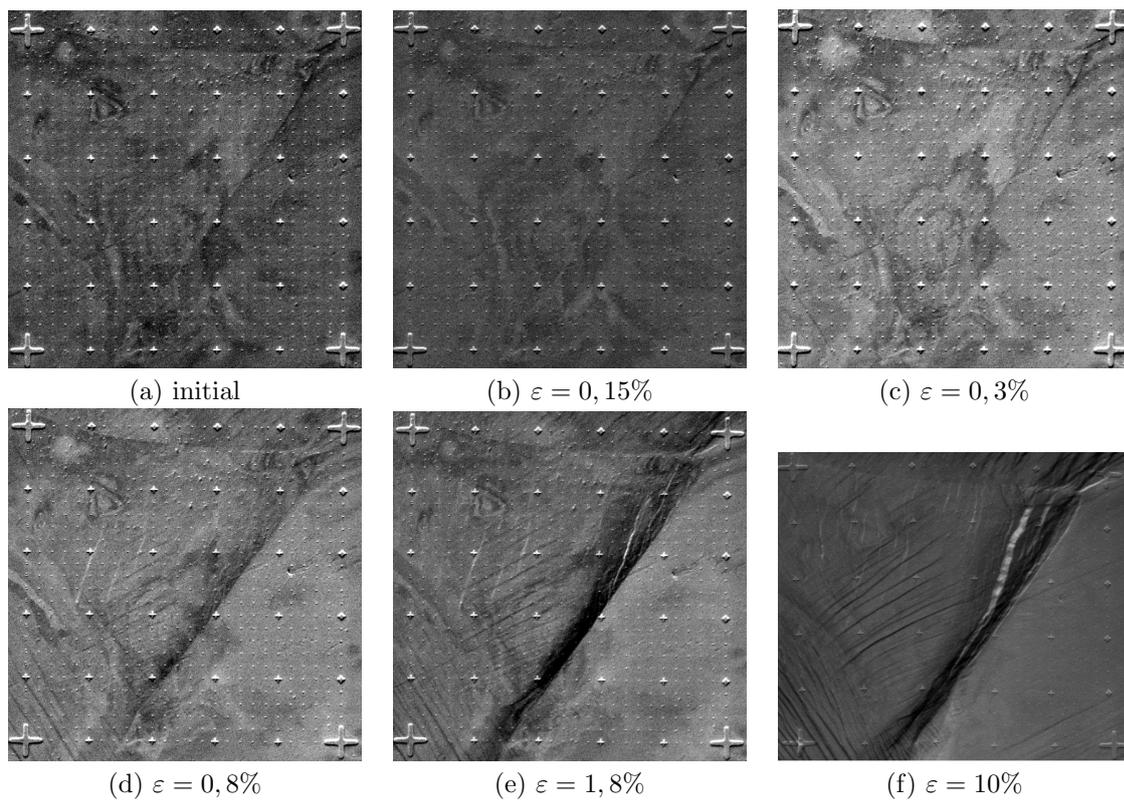


FIG. 3.16 – Images MEB en électrons secondaires d’une matrice de  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  à différents niveaux de déformation : (a) matrice initiale, (b) 0,15%, (c) 0,3%, (d) 0,8%, (e) 1,8% et (f) 10% de déformation plastique macroscopique. La direction de sollicitation correspond à l’horizontale. La distance entre les “grosses” croix est de  $50 \mu\text{m}$ , celle entre les “petites” croix est de  $10 \mu\text{m}$ , et la distance entre les plots est de  $2 \mu\text{m}$ . Les plots mesurent  $200 \text{ nm}$  de diamètre.

Tout d'abord, une matrice présentant un joint de grain fortement désorienté par rapport à la direction de sollicitation, mesurant  $50 \times 50 \mu m^2$  et distante d'environ  $3 mm$  d'un congé de raccordement a été choisie. L'évolution de cette zone pour chaque niveau de déformation est présentée sur la figure 3.16. La mosaïcité (ou moiré) évoquée plus haut reste observable sur ces clichés, du fait d'un polissage initial insuffisant (une faible couche écrouie subsiste en surface). Cette mosaïcité n'empêche pas la formation de lignes de glissement, comme on le constate sur les clichés 3.16 (d), (e) et (f).

Les deux premiers incréments de déformation macroscopique ( $\varepsilon = 0,15\%$  et  $\varepsilon = 0,3\%$ ) ne suffisent pas pour faire apparaître des lignes de glissement dans cette zone, tandis qu'après  $0,8\%$  de déformation plastique macroscopique, des lignes sombres et fines (associées à des bandes de glissement) apparaissent dans le grain de gauche. Deux systèmes de glissement semblent actifs, tandis qu'aucune activité plastique n'est détectable dans le grain de droite (en tout cas pas sous forme de lignes de glissement émergent à la surface). Après  $1,8\%$  de déformation, la région proche du joint de grain est complètement déformée, et les plots deviennent difficilement visibles. En revanche, le grain de droite ne présente toujours pas de lignes de glissements, signe d'une faible activité plastique. L'essentiel de la déformation de cette région est accommodée dans la zone proche du joint de grain. Enfin, après  $10\%$  de déformation, la région proche du joint de grain est encore plus déformée, creusée, et révèle un point triple en haut à droite de la matrice. À ce point convergent de nombreuses lignes de glissement parallèles. Le grain de droite présente cette fois-ci quelques lignes de glissement.

La distribution locale de la déformation pour les quatre incréments de déformation est présentée sur la figure 3.17. La direction verticale correspond à la direction 1, et la direction 2 est celle de sollicitation. D'après ces cartes, la déformation est essentiellement localisée dans la région du joint de grain, là où la déformation  $\varepsilon_{22}$  dépasse d'un ordre de grandeur la déformation macroscopique imposée. Les mesures sont assez bruitées, mais cependant en accord avec la littérature, où la déformation microscopique dans la direction de sollicitation est 10 fois supérieure à la valeur macroscopique imposée [Doumalin, 2000, Clair, 2011].

Le joint de grain est finalement affaïssé (cf. figure 3.16 (f)). De plus, il faut garder à l'esprit que la déformation hors plan n'est pas quantifiée ici, et peut induire un biais important dans les mesures de déformation calculées. Certaines zones avec  $\varepsilon_{11} < 0$  semblent apparaître dans la direction 1, dont l'origine se trouve certainement plus suite à un problème dans le calcul des déformations que dans un réel comportement du matériau. En effet, leur localisation spatiale varie au cours de l'essai et semblent correspondre à certaines lignes de plots mal indexés.

Il est intéressant de noter que les différents marqueurs ont très bien adhéré et résisté à la surface, bien qu'ils soient cisailés avec la déformation importante. D'autre part, les cartes de déformations pour  $\varepsilon_{macro} = 10\%$  n'ont pas pu être calculées, la routine utilisée ne convergeant plus pour des déformations locales aussi importantes.

L'analyse statistique de l'évolution de la déformation dans cette zone (reportée sur la figure 3.18) nous renseigne davantage à la fois sur la dispersion des valeurs de déformation dans la zone d'intérêt, mais également sur la valeur moyenne de déformation à chaque incrément de déformation. Le suivi statistique de la déformation  $\varepsilon_{22}$  (figure 3.18 (c)), parallèle à la direction de sollicitation, suit bien la tendance de la déformation macroscopique imposée.

D'après les histogrammes présentés sur la figure 3.18 et leur analyse reportée sur la figure 3.19, on note que la déformation  $\varepsilon_{22}$ , correspondant à la direction de sollicitation a un maximum qui augmente fortement, avec une valeur de  $15\%$  pour une déformation imposée de  $1,8\%$ . On note par ailleurs que la déformation moyenne pour cette matrice suit bien la tendance de la déformation macroscopique imposée ( $\varepsilon_{22, moy} = 1,77\%$ ).

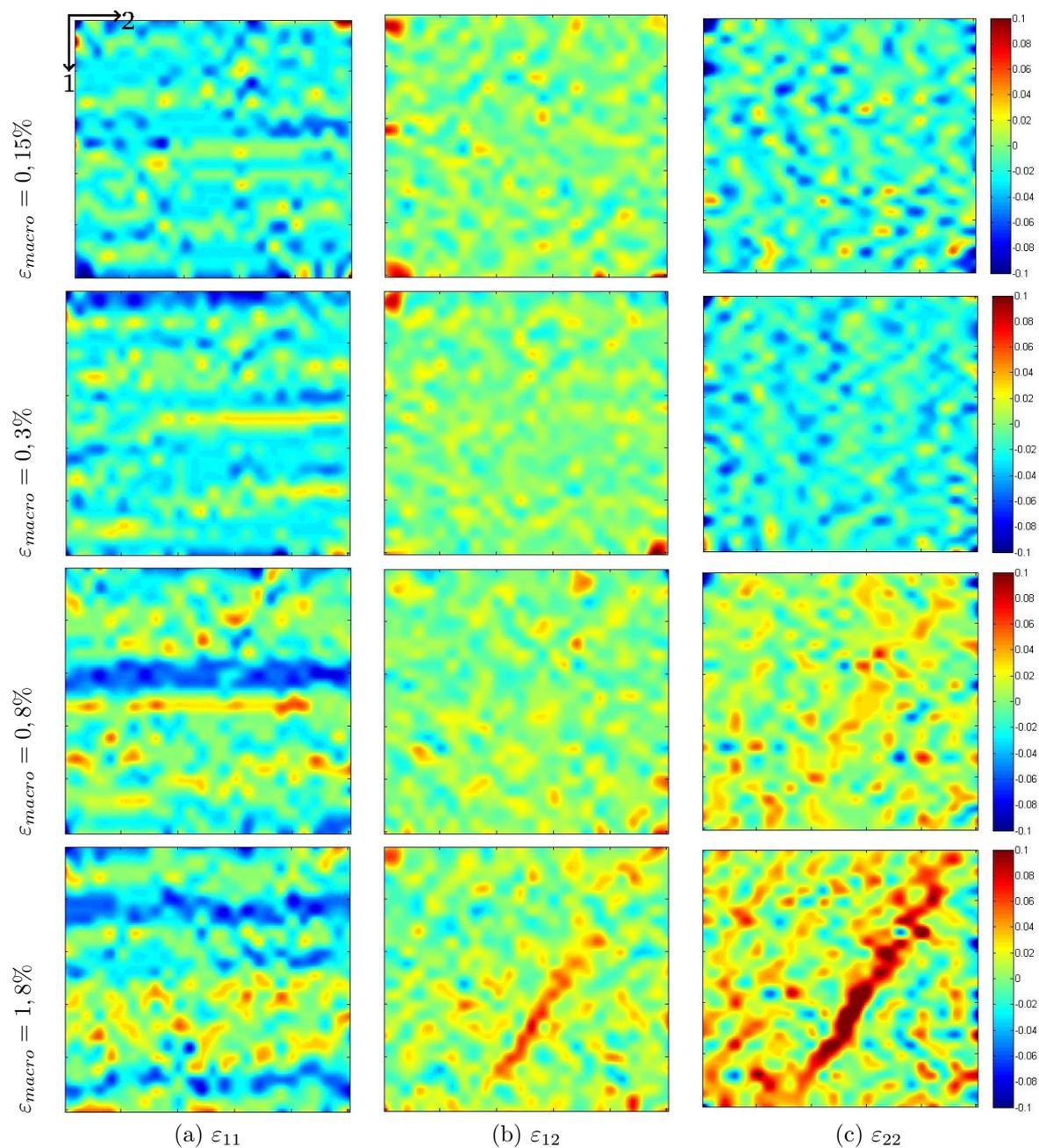


FIG. 3.17 – Cartographie des déformations (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$  d'une matrice de  $50 \times 50 \mu m^2$  présentée sur la figure 3.16 pour les quatre niveaux de déformation imposés. La direction de sollicitation correspond à la direction 2.

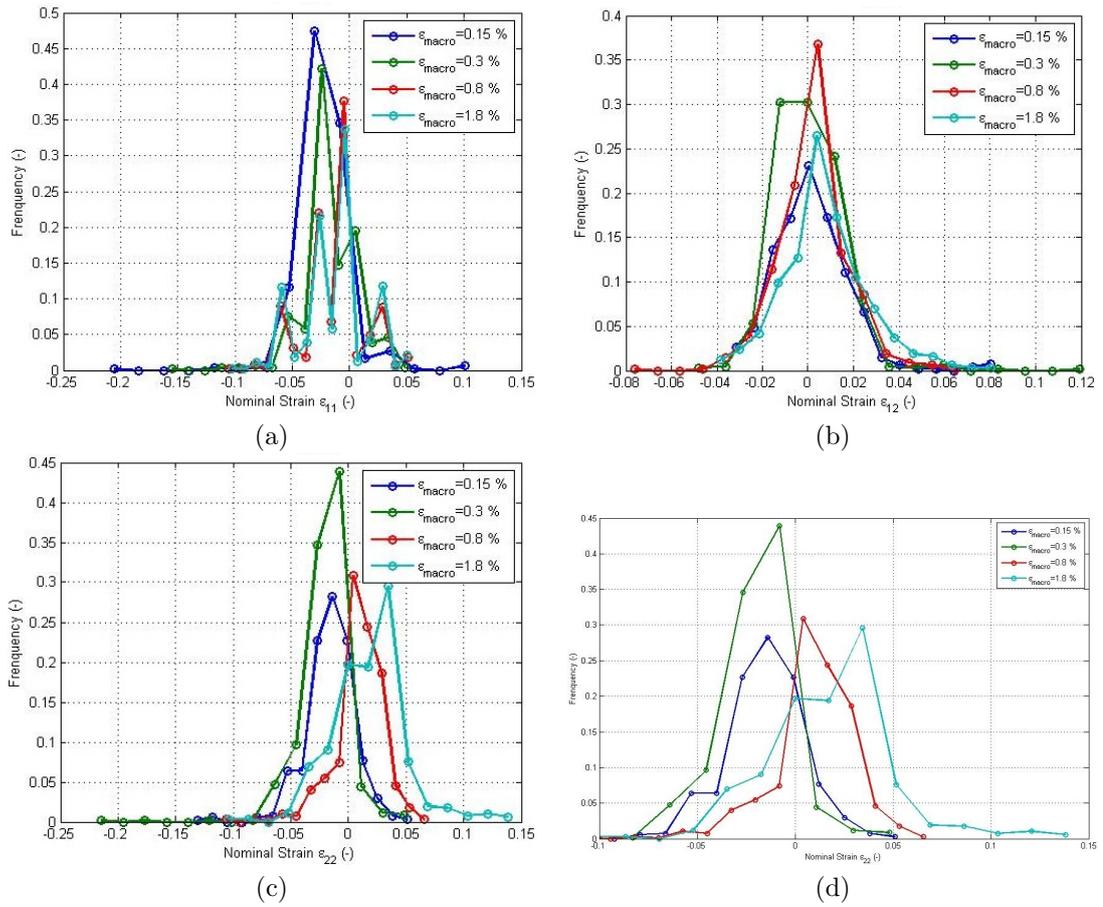


FIG. 3.18 – Histogrammes des composantes du tenseur des déformations (a)  $\epsilon_{11}$ , (b)  $\epsilon_{12}$ , (c)  $\epsilon_{22}$  et (d) zoom sur  $\epsilon_{22}$  d'une matrice de  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  à quatre niveaux de déformation plastique macroscopique.

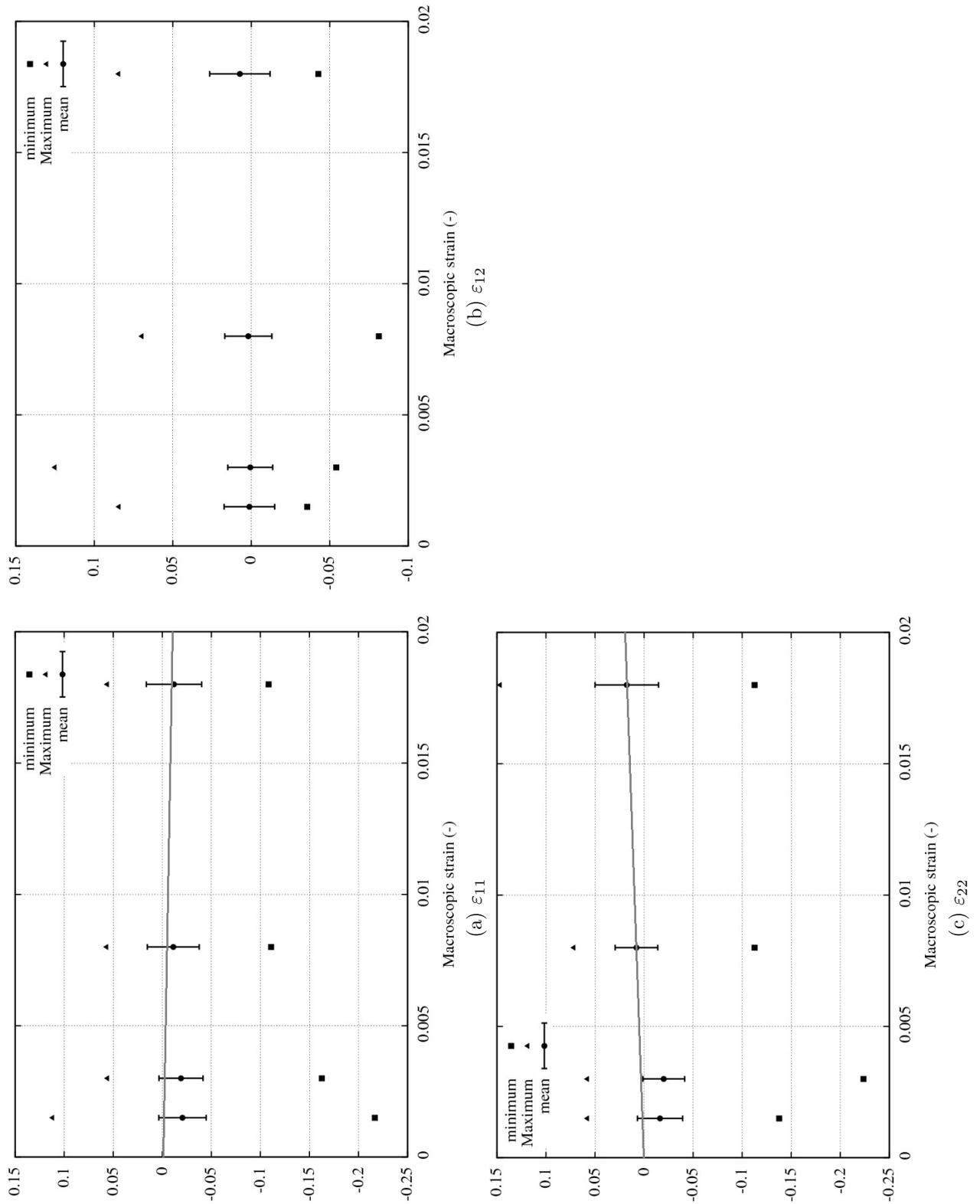


FIG. 3.19 – Evolution des grandeurs statistiques caractéristiques pour les quatre niveaux de déformation. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type. Les droites grises correspondent à l'évolution de la déformation théorique d'un VER.

Les valeurs moyennes des composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{12}$  évoluent peu, et les écarts-types n'augmentent pas vraiment. En effet, ce sont les valeurs maximales (les queues de gaussienne) qui augmentent fortement. Les valeurs absolues sont à considérer avec prudence, mais on constate cependant que leur tendance durant les quatre incréments de déformation est à l'augmentation.

Ces mesures restent entachées de fortes incertitudes, notamment à cause de la résolution assez faible pour l'estimation automatisée de la position des barycentres des plots. Ceci peut induire des erreurs dans les calculs de déformation importantes. En effet sur ces clichés, il y a 20 pixels entre 2 plots. Une erreur de positionnement d'un plot de 1 pixel induit donc une erreur de 5% pour le calcul de la déformation de part et d'autre de ce plot. Cette erreur est très importante, de l'ordre de grandeur des déformations mesurées. D'autre part, l'effondrement progressif du joint de grain induit un biais qui peut conduire à une erreur importante dans l'évaluation des déformations locales.

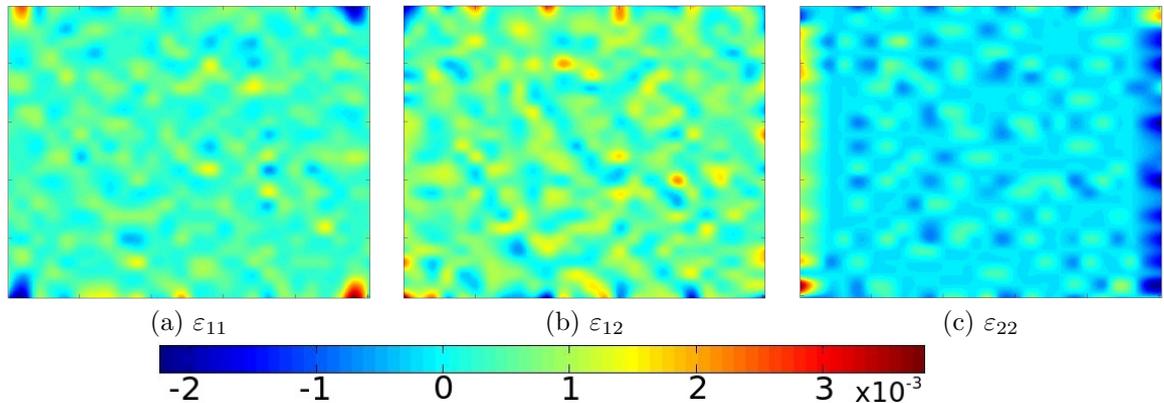


FIG. 3.20 – Détermination des déformations d'une matrice de 50x50  $\mu\text{m}^2$  pour un mouvement de corps rigide induit par une rotation de 1°. (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$ .

Afin de tester la robustesse de la routine utilisée ici, un calcul des déformations pour un mouvement de corps rigide a été effectué. Pour ce faire, une rotation de 1° a été appliquée à une grille, et la procédure de calcul appliquée normalement entre cette grille et l'image non pivotée. Les résultats sont présentés sur la figure 3.20. Les déformations maximales calculées sont de l'ordre de  $10^{-3}$ , ce qui est tout à fait acceptable pour des valeurs telles que celles présentées ici. D'autre part, ces artefacts sont situés essentiellement aux bords, et affectent peu la compréhension des mécanismes mis en évidence sur ces cartes.

Finalement, il apparaît que les valeurs absolues de mesures sont peu fiables pour les faibles déformations, mais en revanche les évolutions relatives semblent pertinentes. Elles nous renseignent ainsi sur l'évolution de l'hétérogénéité de déformation à l'échelle locale.

Nous avons choisi d'étudier une autre zone avec une topologie fortement perturbée (figure 3.21). Des lignes de glissement intenses et courbes sont clairement visibles et caractéristiques des matériaux à forte énergie de faute d'empilement, facilitant le glissement dévié [Magnin et al., 1984, Suresh, 1998]. Ces lignes s'intensifient progressivement à mesure que la déformation augmente. Elles sont ainsi de plus en plus nombreuses et de plus en plus hautes, présentant de nombreux décrochements en "escalier". On remarque que le contraste entre les marqueurs et les lignes de glissement est très faible, nécessitant un pointage manuel des barycentres de plots pour le calcul du champ de déplacement.

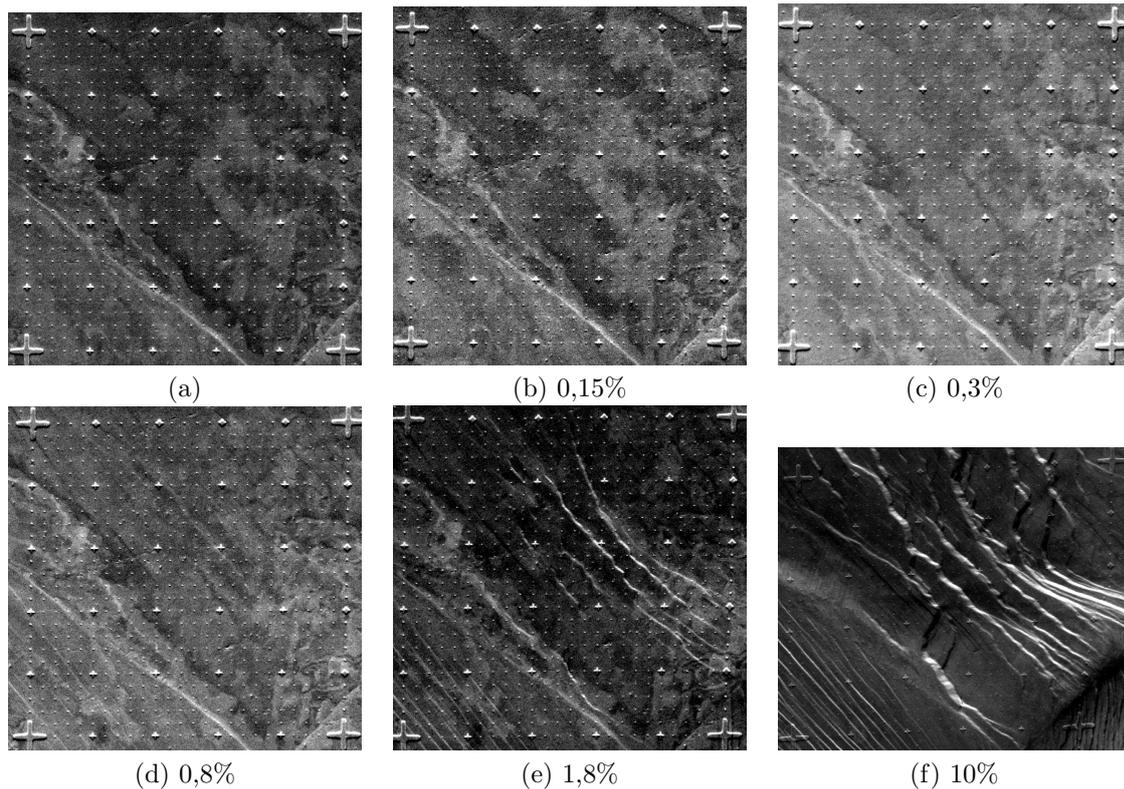


FIG. 3.21 – Images MEB d'une matrice de  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  à différents niveaux de déformation : (a) matrice initiale, (b) 0,15%, (c) 0,3%, (d) 0,8%, (e) 1,8% et (f) 10% de déformation plastique macroscopique. La direction de sollicitation correspond à l'horizontale. La distance entre les "grosses" croix est de  $50 \mu\text{m}$ , celle entre les "petites" croix est de  $10 \mu\text{m}$ , et la distance entre les plots est de  $2 \mu\text{m}$ .

Sur la figure 3.22, on voit que les déformations  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  sont localisées dans la zone où les bandes sont les plus intenses, avec des valeurs de déformation supérieures à 10%. Cependant, la résolution offerte par la matrice de plots est insuffisante pour parvenir à recueillir des données plus locales à l'échelle de ces bandes.

Comme dans le cas précédent, la valeur moyenne de la composante  $\varepsilon_{22}$  suit la tendance de la déformation macroscopique imposée, comme on le voit sur les figures 3.23 et 3.24. On relève des valeurs de déformation locale maximale supérieure à 10% pour une déformation macroscopique de 1,8 %. La déformation  $\varepsilon_{22}$  se présente sous forme de bandes parallèles, que l'on peut associer aux lignes de glissement. D'autre part, les valeurs moyennes des composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{12}$  évoluent peu.

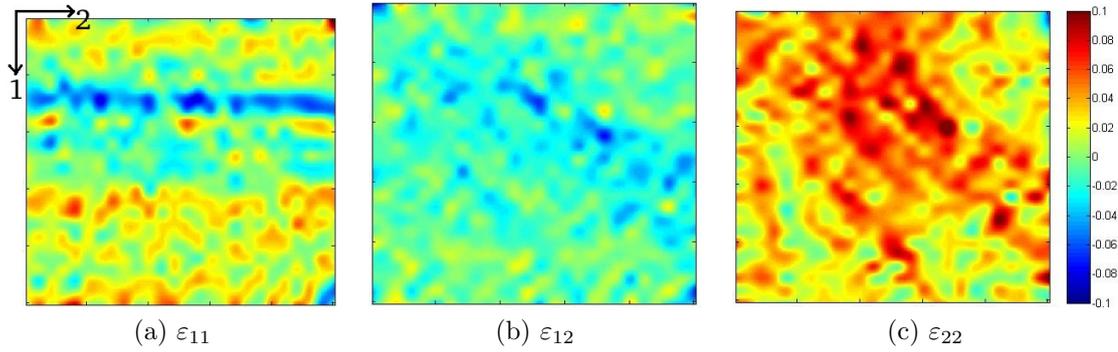


FIG. 3.22 – Distribution locale des déformations (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$  d'une matrice de  $50 \times 50 \mu m^2$  présentée sur la figure 3.21 à 1,8% de déformation plastique macroscopique. La direction de sollicitation correspond à la direction 2.

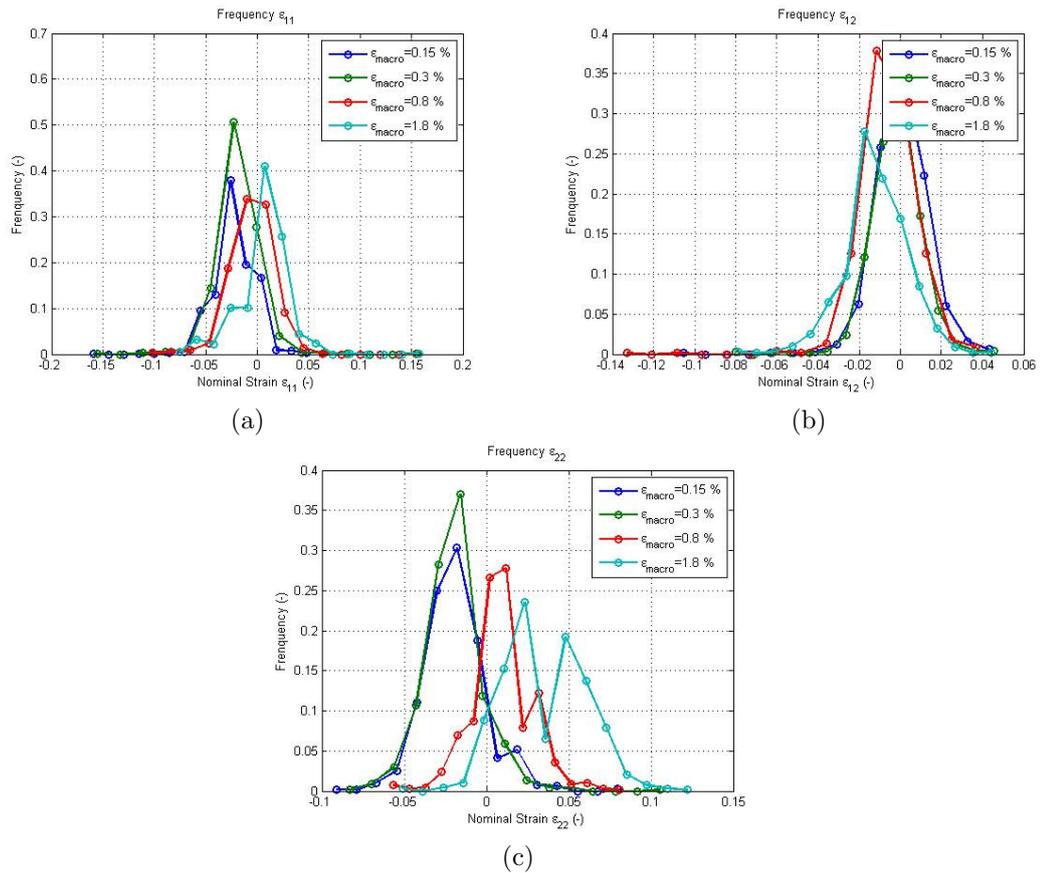


FIG. 3.23 – Histogrammes des déformations (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$  et (c)  $\varepsilon_{22}$  d'une matrice de  $50 \times 50 \mu m^2$  à quatre niveaux de déformation plastique macroscopique. La direction de sollicitation correspond à la direction 2.

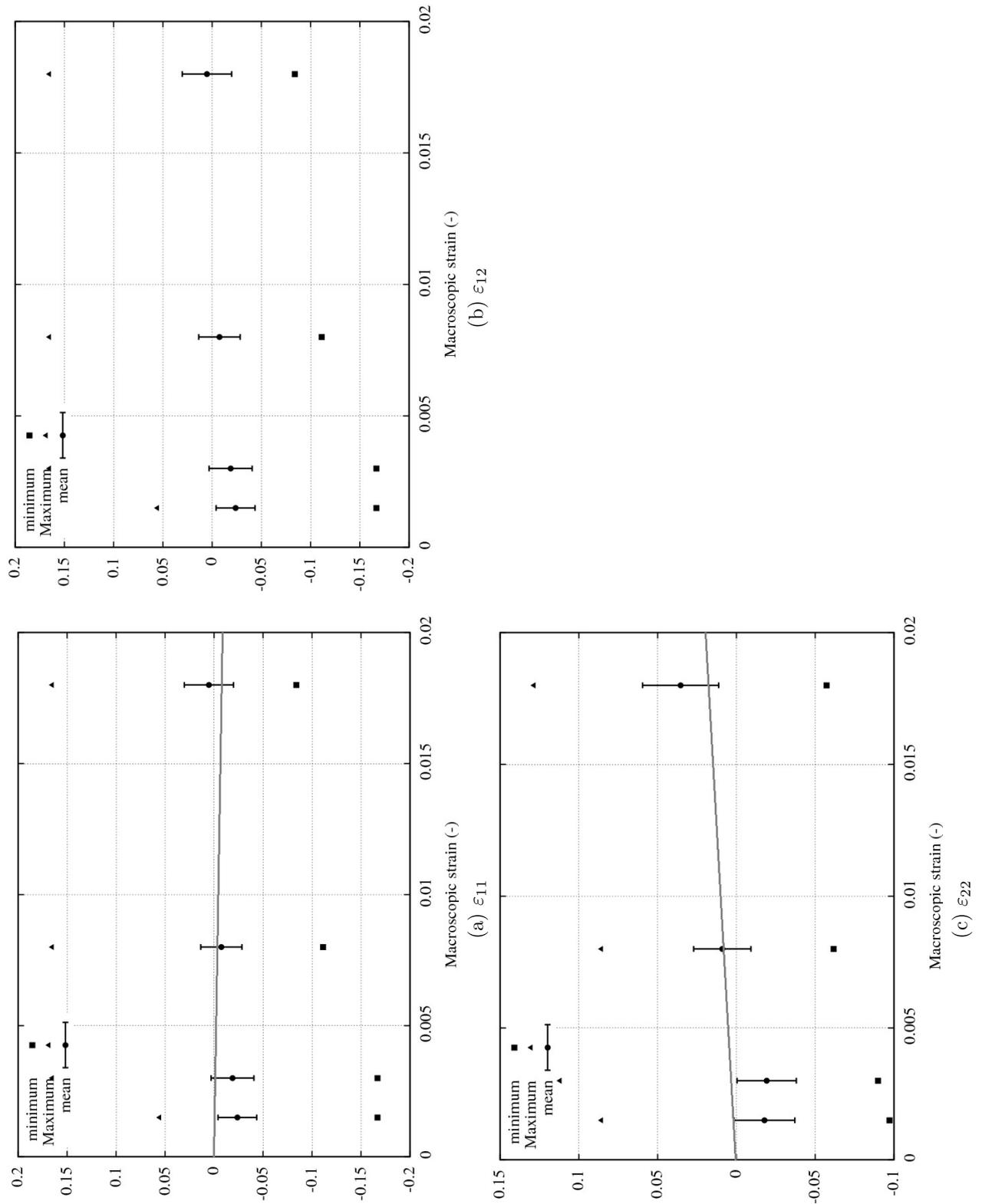


FIG. 3.24 – Evolution des grandeurs statistiques caractéristiques pour les quatre niveaux de déformation. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type. Les droites grises correspondent à l'évolution de la déformation théorique d'un VER.

Finalement, l'étude des champs de déformation à partir d'un motif régulier a permis de montrer la présence d'une forte hétérogénéité de déformation à l'échelle locale, induite soit par une singularité géométrique telle qu'un joint de grain, soit du fait des mécanismes d'accommodation de la déformation plastique sous forme de lignes de glissement émergent à la surface. Les zones présentées ici ayant été choisies afin de présenter des phénomènes locaux particulièrement hétérogènes conduisent à surestimer les valeurs de déformations moyennes par rapport à d'autres zones où l'activité plastique est moins intense.

On relève ainsi des valeurs maximales dans la direction de sollicitation jusqu'à 10 fois plus grandes que la valeur macroscopique imposée, associées soit à l'effondrement du joint de grain où à l'intensification progressive des lignes de glissement. Ces valeurs sont en accord avec la littérature [Doumalin, 2000, Clair, 2011]. Le creusement d'un joint de grain avec l'augmentation de la déformation plastique induit une composante hors-plan qui n'est pas prise en compte dans le calcul de la déformation, introduisant un biais. Cependant, cet effondrement est le témoin de l'intense activité en surface et de sa forte hétérogénéité.

## 3.4 Discussion

### 3.4.1 Influence de la prise en compte du vieillissement

#### Commentaires préliminaires

Dans cette partie, nous allons étudier le comportement d'un agrégat de 250 grains (constitué de 37600 éléments quadratiques et 110178 degrés de liberté) soumis à une traction monotone à une vitesse de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La loi de comportement ainsi que les paramètres utilisés sont ceux identifiés et rassemblés dans le tableau 3.1 dans le chapitre précédent. Les orientations cristallines des 250 grains ont été tirées aléatoirement. Les conditions aux limites choisies sont telles que tous les nœuds de la face arrière sont bloqués suivant la troisième direction (épaisseur) et un nœud au centre de la face arrière est bloqué suivant les direction du plan.

Des conditions de périodicité (cf. annexe B.1.3) sont imposées sur les faces latérales de l'agrégat, tandis que la surface est libre de toutes contraintes (pour plus de détails, se référer aux travaux de Guilhem [Guilhem, 2011]). Ces agrégats ont la particularité de présenter deux surfaces planes, permettant de générer des conditions de surface libre, ingrédient indispensable pour l'étude des champs locaux de surface ; tout en conservant la périodicité des faces latérales deux à deux, afin de diminuer les temps de calcul (en conservant la même quantité d'informations exploitables). La déformation moyenne a été imposée suivant la direction 2 (direction verticale sur toutes les cartes suivantes).

Les notations adoptées pour l'homogénéisation des grandeurs microscopiques  $\varepsilon$  et  $\sigma$  se font suivant des conditions de déformation homogènes au contour. Les composantes du tenseur de contrainte macroscopique s'écrivent :

$$\langle \sigma_{ij} \rangle = \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij} dV \quad (3.20)$$

De même, les composantes du tenseur de déformation macroscopique s'écrivent :

$$\langle \varepsilon_{ij} \rangle = \frac{1}{V} \int_V \varepsilon_{ij} dV \quad (3.21)$$

Les conditions de périodicité sont détaillées en annexes B.1.2 et B.1.3. Elles consistent à placer le domaine d'étude dans un milieu infini en l'entourant d'images périodiques de lui-même [Fivel and Forest, 2004a]. Les vecteurs de traction de deux points homologues sur deux faces opposées du cube élémentaire doivent être opposés pour garantir l'équilibre. Les relations 3.20, 3.21 restent valides [Fivel and Forest, 2004b, Guilhem, 2011].

#### Réponse moyenne par grain

Dans cette partie, une simulation d'un essai de traction est décrite, permettant une analyse de la localisation de la déformation à l'échelle du grain. Deux modélisations ont été considérées sur le même agrégat avec les mêmes orientations, en utilisant les mêmes paramètres pour la loi de comportement et le même chargement. La seule différence réside dans le fait que dans un cas, le temps de vieillissement initial  $t_{a0}$  a été ramené à une valeur nulle, au lieu des  $t_{a0} = 5 \times 10^4 \text{ s}$  identifiés pour l'autre cas. L'objectif est de montrer que la prise en compte du vieillissement génère une localisation bien plus marquée que dans le cas sans vieillissement, à l'origine d'une forte hétérogénéité de déformation, s'ajoutant à celle induite par les orientations cristallines.

La réponse macroscopique des deux agrégats est reportée sur la figure 3.25, avec à gauche la simulation avec prise en compte du vieillissement et son pic caractéristique, et à droite la même simulation sans vieillissement.

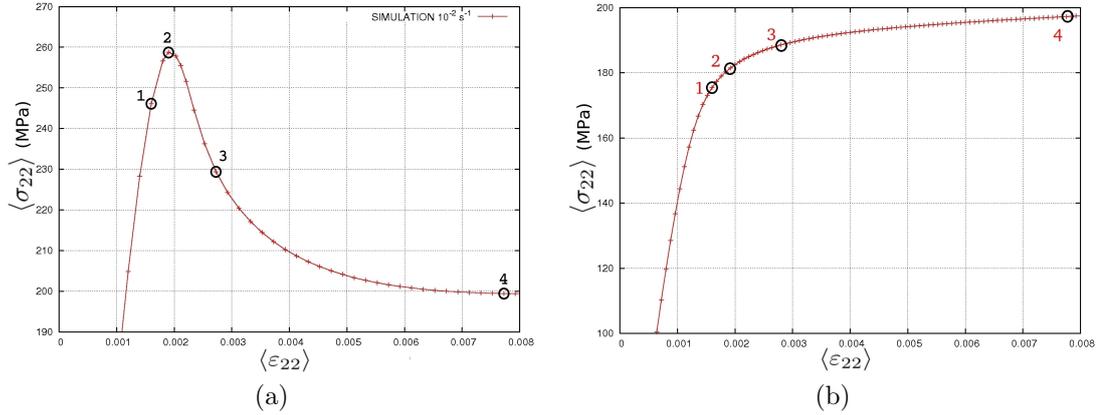


FIG. 3.25 – Simulation d'un essai de traction : cartes sélectionnées pour l'analyse des champs de surface. (a) avec prise en compte du vieillissement, (b) sans prise en compte du vieillissement.

La dispersion des réponses mécaniques moyennes de chaque grain dans le cas de la simulation avec prise en compte du vieillissement est présentée sur la figure 3.26. On peut ainsi remarquer que certains grains ont un seuil d'écoulement très bas du fait de leur orientation favorable et un écrouissage quasi-nul par la suite. A la fin de la simulation, à une déformation macroscopique de 5%, la déformation moyenne dans chaque grain varie de 3,5% à 8,5%. De plus, le niveau de contrainte à la fin de l'essai est très disparate, de 125 MPa à 325 MPa.

Pour l'agrégat sans prise en compte du vieillissement, les limites élastiques des différents grains sont beaucoup plus faibles, variant entre 120 et 220 MPa. Une forte hétérogénéité existe en fonction des orientations cristallines, l'essentiel des grains se situant à  $\pm 50$  MPa autour de la valeur moyenne. Cette hétérogénéité est également remarquable au travers des déformations atteintes à la fin de la simulation. Il est à noter que cette simulation a été interrompue pour 1 % de déformation macroscopique environ.

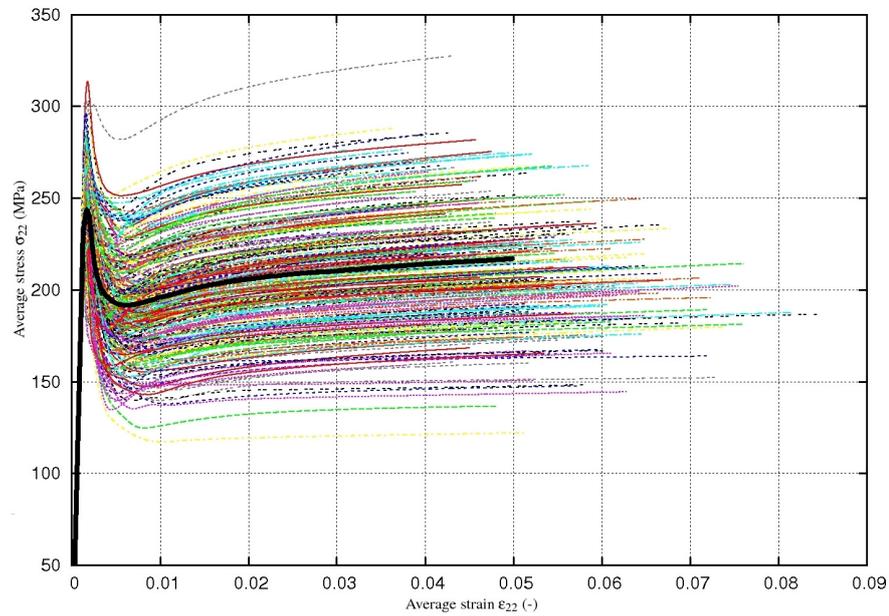
Ainsi, même si les valeurs de contrainte et de déformation sont moyennées, elles permettent de montrer qu'une grande dispersion existe, laissant présager des hétérogénéités locales de déformation importantes.

### Réponse locale en surface

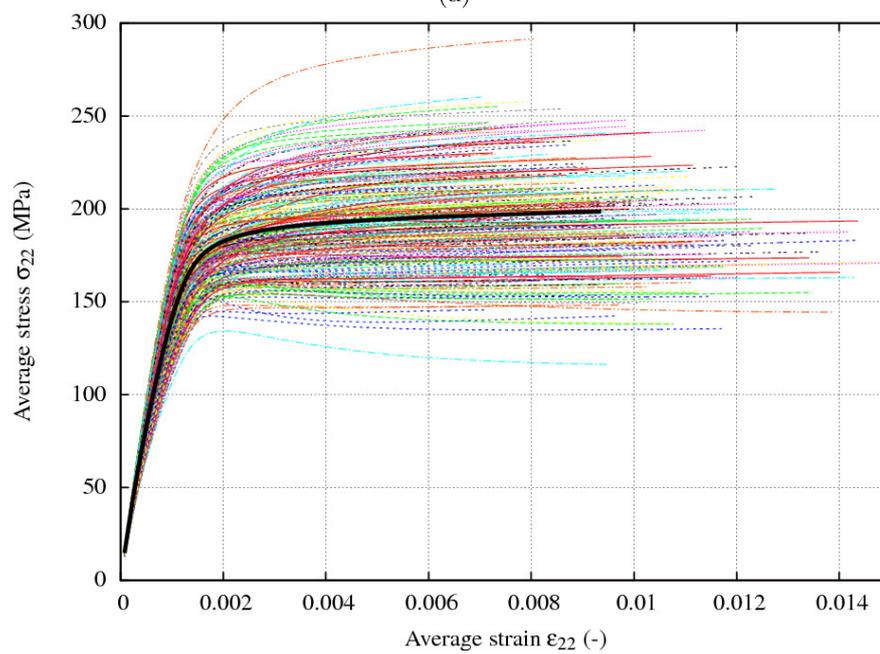
Il est maintenant possible d'étudier l'influence de la prise en compte du vieillissement sur l'hétérogénéité locale à de faibles niveaux de déformation. À cette fin, 4 cartes ont été extraites du calcul complet. La première carte correspond au début du pic de traction. La deuxième correspond à la contrainte maximale au pic, la troisième et la quatrième à la partie décroissante du pic, au désancrage progressif. (cf. figure 3.25 (a)).

De plus, la comparaison avec le même calcul sans prise en compte du vieillissement (cf. figure 3.27) va permettre de souligner son importance dans la mise en place d'une hétérogénéité de déformation locale importante.

Dans le cas de la simulation sans prise en compte du vieillissement (figure 3.27), les niveaux de contrainte équivalente au sens de von Mises  $\sigma_{eq}$  sont très faibles et homogènes, le maximum ne dépassant pas 260 MPa, contre plus de 400 MPa dans le cas avec prise en compte du vieillissement (cf. figure 3.28). L'étude de  $\varepsilon_{eq}^p$  ainsi que de  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  est encore plus parlante dans la mise en évidence des différences locales entre les deux calculs. La simulation sans vieillissement présente des champs à la fois homogènes et diffus, tandis que celui avec prise en compte de



(a)



(b)

FIG. 3.26 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un agrégat semi-périodique constitué de 250 grains. La réponse moyenne de chaque grain est représentée, ainsi que la réponse moyenne de l'agrégat. (a) Avec prise en compte du vieillissement, (b) sans prise en compte du vieillissement.

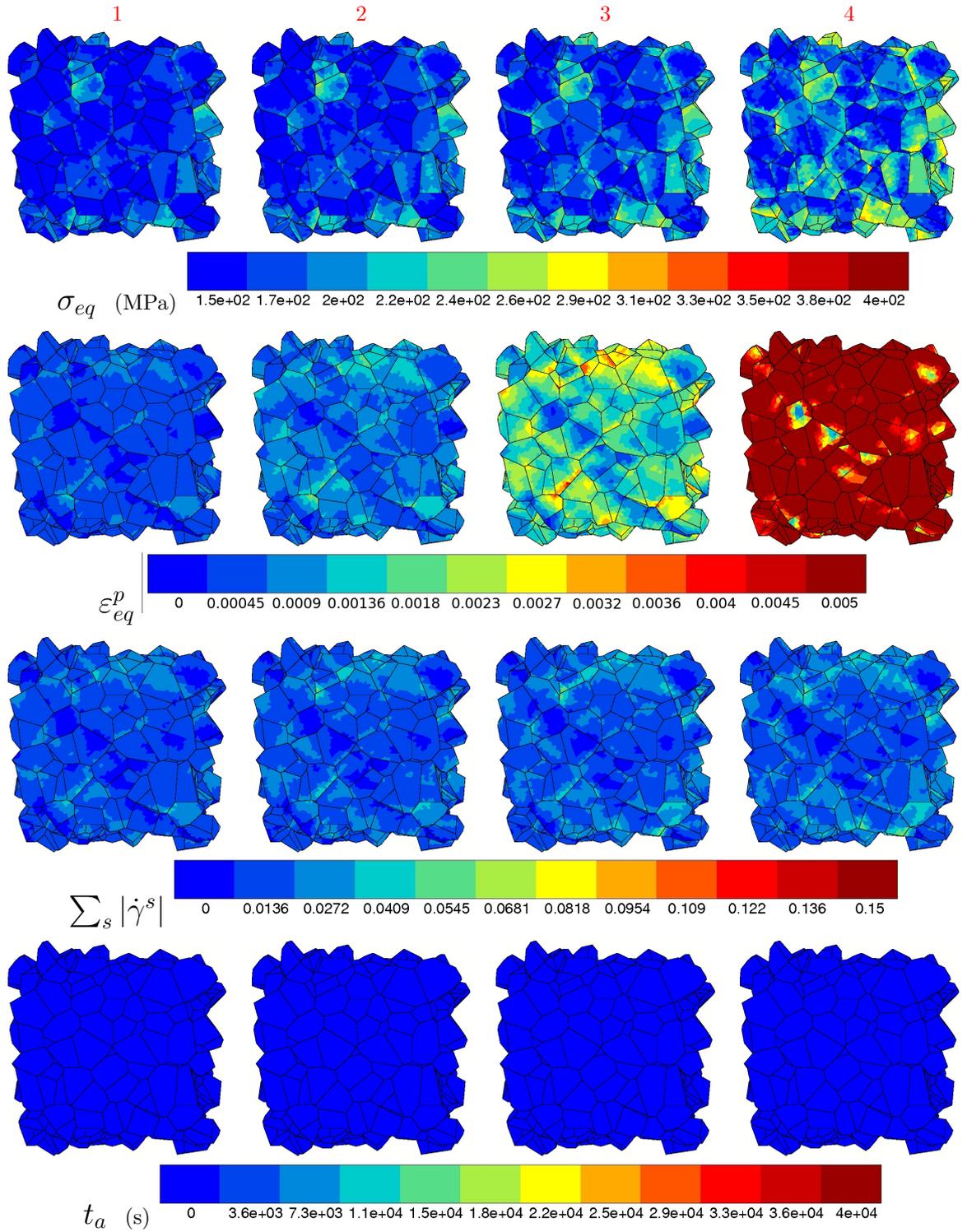


FIG. 3.27 – Cartes de  $\sigma_{eq}$ ,  $\varepsilon_{eq}^p$ ,  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  et  $t_a$  à la surface libre durant un essai traction sans prise en compte du vieillissement. Cartes 1, 2, 3 et 4 d'après la figure 3.25 (b).

vieillessement met en avant une localisation intense au niveau des joints de grains, avec des niveaux de déformation deux fois plus importants dans le cas avec vieillissement (carte 3). La variable  $t_a$  est nulle tout au long du calcul dans le cas sans vieillissement, alors qu'on observe bien le désancrage progressif dans le cas avec vieillissement.

Avant le pic de contrainte, la contrainte de von Mises reste assez faible dans l'ensemble, bien que certaines zones soient fortement contraintes, comme on le voit sur la figure 3.28. Les cartes suivantes montrent un champ de contrainte assez intense et homogène, aux environs de 250 MPa en moyenne.

Après le début du pic macroscopique, où la plupart des grains sont désancrés, une forte hétérogénéité apparaît. La déformation plastique équivalente  $\varepsilon_{eq}^p$  fait ressortir à la fois des zones proches des joints de grains fortement déformées, mais également des zones transgranulaires fortement déformées, sous forme de bandes. La vitesse de glissement cumulée  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  met en évidence les mêmes tendances, avec une forte hétérogénéité de déformation qui apparaît à partir de la troisième carte. La déformation se localise sous forme de bandes traversant les grains. Par la suite, quand la déformation augmente et que le processus de désancrage des dislocations est achevé, le champ de vitesse de glissement redevient relativement homogène. La variable interne  $t_a$  montre que le processus de désancrage est rapide, affectant quasiment l'ensemble de la surface. Seuls quelques grains peu favorablement orientés par rapport à la direction de sollicitation conservent une valeur de temps de vieillissement élevée, et par conséquent ne présentent pas d'activité plastique.

Ainsi, l'étude d'un essai de traction permet de mettre en évidence que la déformation à l'échelle locale est très hétérogène. Les valeurs locales des grandeurs d'intérêt peuvent être deux fois supérieures à la valeur macroscopique, ces zones étant généralement localisées près des discontinuités microstructurales telles que les joints de grains et les points triples. Mais il y a également des zones à l'intérieur des grains qui sont fortement déformées.

De plus, la prise en compte du vieillissement a permis de mettre en évidence sa forte influence sur la mise en place d'une importante hétérogénéité de déformation. Les cartes de surface montrent clairement une localisation plus marquée sous forme de bandes traversant les grains dans le cas avec prise en compte du vieillissement.

### 3.4.2 Comparaison des champs de déformation locaux entre simulation et expérience

Dans cette partie, nous allons comparer les résultats expérimentaux pour un essai de traction interrompu présenté dans la partie 3.3.2 à différents niveaux de déformation avec l'équivalent simulé. Une étude complète des champs locaux est proposée, ainsi que l'analyse statistique des données de surface issues d'une simulation d'un essai de traction à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  avec prise en compte du vieillissement, déjà présentée dans la partie 3.4.1.

Il est important de garder à l'esprit que la comparaison directe des champs de déformation serait hasardeuse, étant donné les différences existantes entre l'expérience et la simulation, bien que les deux sollicitations soient identiques. Tout d'abord, les zones étudiées sont très différentes, notamment en terme de nombre de grains étudiés. Ensuite, les orientations cristallines sont dissemblables : celles utilisées pour le calcul proviennent d'un tirage aléatoire et non de celles provenant de la zone d'étude ni de l'EBS. Enfin, ni le calcul ni l'expérience ne sont représentatifs du comportement, car trop peu de grains sont considérés. Malgré toutes ces différences, une confrontation est possible.

Seule une comparaison qualitative est effectuée sur les champs de déformation de surface.

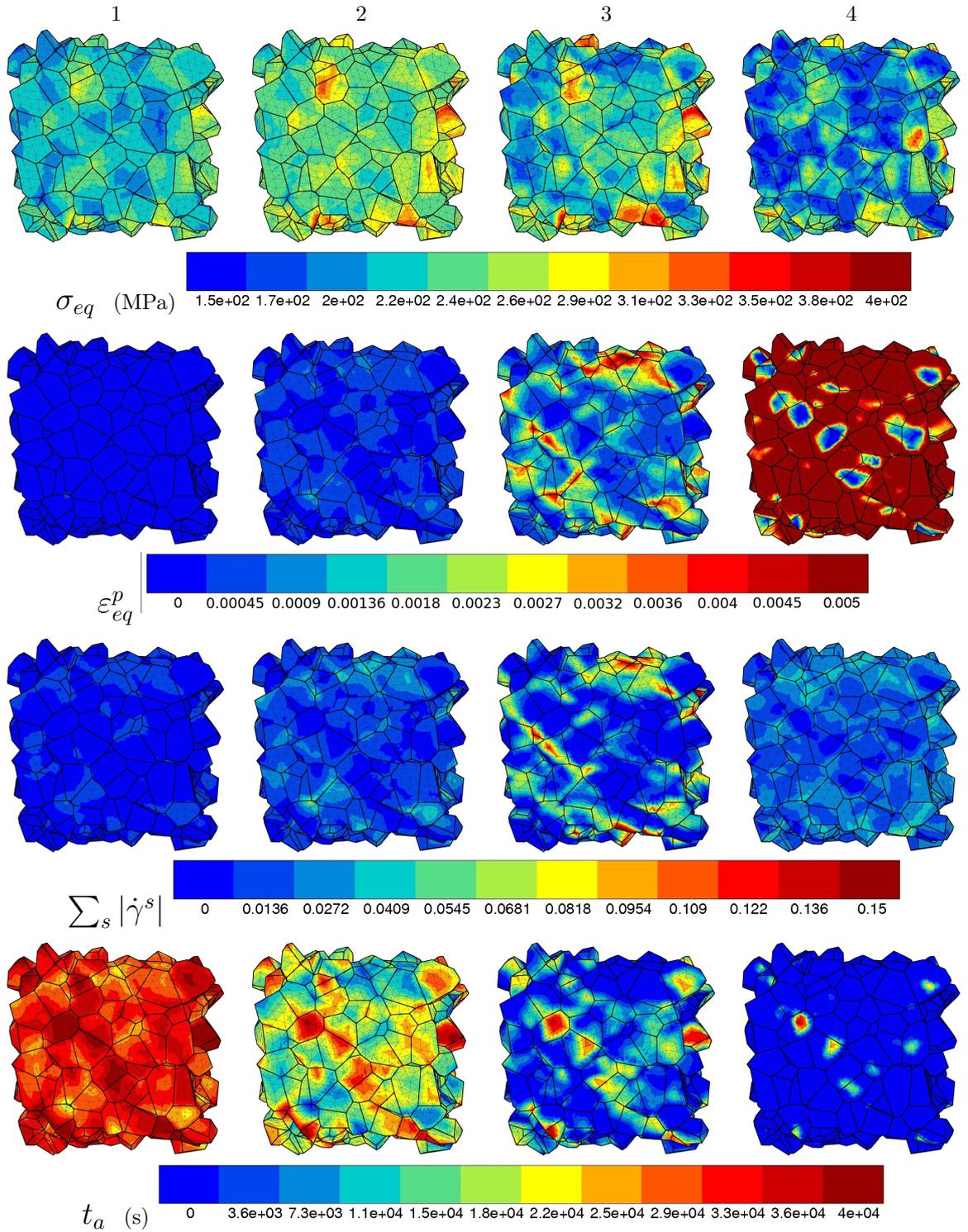


FIG. 3.28 – Cartes de  $\sigma_{eq}$ ,  $\varepsilon_{eq}^p$ ,  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  et  $t_a$  à la surface libre durant un essai traction avec prise en compte du vieillissement. Cartes 1, 2, 3 et 4 d'après la figure 3.25 (a).

L'analyse statistique de la déformation locale numérique est ensuite comparée à celle issue de la corrélation d'images. Ces deux dépouillements complémentaires permettront à la fois de constater si le modèle prenant en compte le vieillissement est à même de capter la localisation spatiale de la déformation tout en fournissant des grandeurs locales de déformation en accord avec les tendances observées au cours de l'expérience.

La figure 3.29 présente les champs de déformation en surface pour un agrégat de 250 grains. La déformation  $\varepsilon_{22}$  est assez hétérogène avec des zones plus intenses proche des joints de grains. La composante  $\varepsilon_{22}$  fait apparaître des bandes de déformation transgranulaires qui s'intensifient progressivement. La composante  $\varepsilon_{12}$  montre qu'un point triple est particulièrement sollicité au centre, ainsi qu'un grain en bas de l'agrégat.

La figure 3.30 présente l'histogramme des composantes  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  du tenseur de déformation à la surface de l'agrégat. Les grandeurs caractéristiques issues de ces histogrammes sont reportées dans la figure 3.31. On observe une asymétrisation des histogrammes de  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$ . Les valeurs de déformation  $\varepsilon_{11}$  sont essentiellement négatives (attention à ce propos à l'échelle associée sur la figure 3.29).

Les valeurs moyennes de déformation  $\varepsilon_{22}$  sont naturellement identiques à la valeur macroscopique imposée. En revanche, on relève une déformation maximale de 5,2%, soit plus de deux fois la valeur imposée et des valeurs minimales proches de 0. Les écarts-type augmentent avec le niveau de déformation, mettant en avant l'hétérogénéisation de la déformation.

Finalement, la comparaison entre les grandeurs statistiques issues de la simulation et celles obtenues à partir des champs expérimentaux est reportée sur la figure 3.32. La simulation est à la fois capable de capter l'hétérogénéité de déformation locale, tout en donnant des niveaux de déformations moyennes et extrêmes assez cohérents avec l'expérience.

En effet, la déformation est fortement hétérogène, avec à la fois de larges zones transgranulaires fortement déformées telles qu'observées par corrélation d'images dans la partie 3.3.2 et des zones plus localisées où la déformation est particulièrement intense, telle que des joints de grains comme nous l'avons observé expérimentalement dans la partie 3.3.3.

Du point de vue de la composante  $\varepsilon_{22}$  correspondant à la direction de sollicitation, on note une augmentation globale dans les deux cas, avec une hétérogénéité transgranulaire. Les tendances de déformation sont bien captées par le modèle qui rend compte à la fois de l'augmentation de la valeur moyenne de déformation locale et l'augmentation des valeurs maximales.

Ainsi, la modélisation rend bien compte de l'hétérogénéisation de la déformation. Il est de ce fait possible de suivre l'évolution de la déformation  $\varepsilon_{22}$ , en particulier des points les plus fortement déformés, qui nous intéressent particulièrement dans le cadre de l'amorçage en fatigue. Cependant, la déformation moyenne mesurée par corrélation d'images est deux fois plus grande que la déformation imposée. Le nombre de grains de surface considérés est plus important dans la simulation que dans l'expérience (21 grains pour l'expérience contre 61 grains en surface pour la simulation), permettant partiellement d'expliquer ces différences. Dans les deux cas, les grandeurs calculées et mesurées restent biaisées, et sont à considérer avec circonspection. La comparaison qualitative des champs de déformation ainsi que les tendances émergent des analyses statistiques sont cependant en bon accord. Une étude expérimentale sur une zone plus large (ou numérique sur une zone ayant une morphologie et une texture réelles) pourrait permettre de retrouver des déformations moyennes identiques.

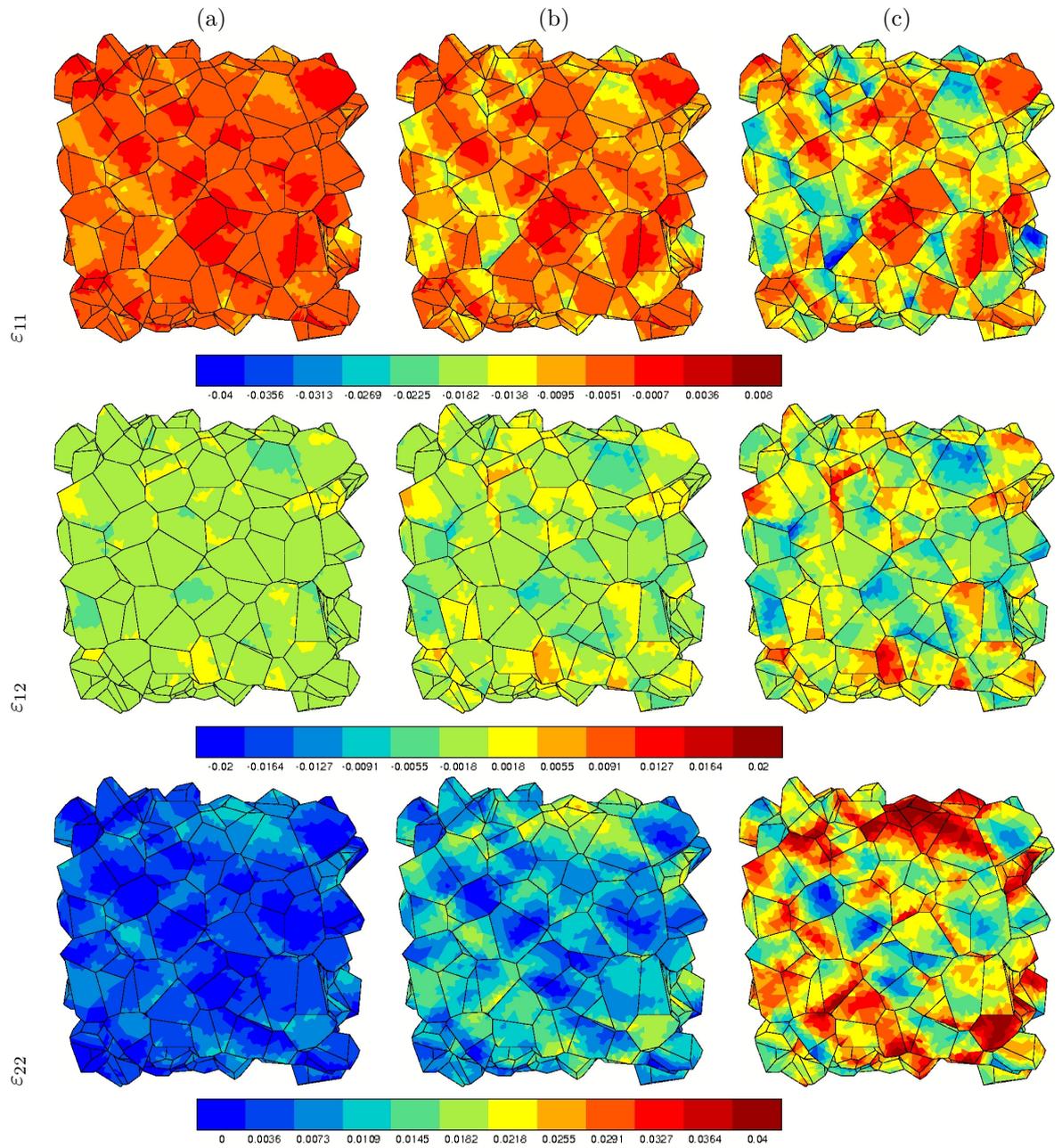


FIG. 3.29 – Evolution des champs de déformation locale de la simulation d'un essai de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) Step 1  $\langle \epsilon_{22} \rangle = 0,6\%$ , (b) Step 2  $\langle \epsilon_{22} \rangle = 1,2\%$ , (c) Step 3  $\langle \epsilon_{22} \rangle = 2,4\%$ .

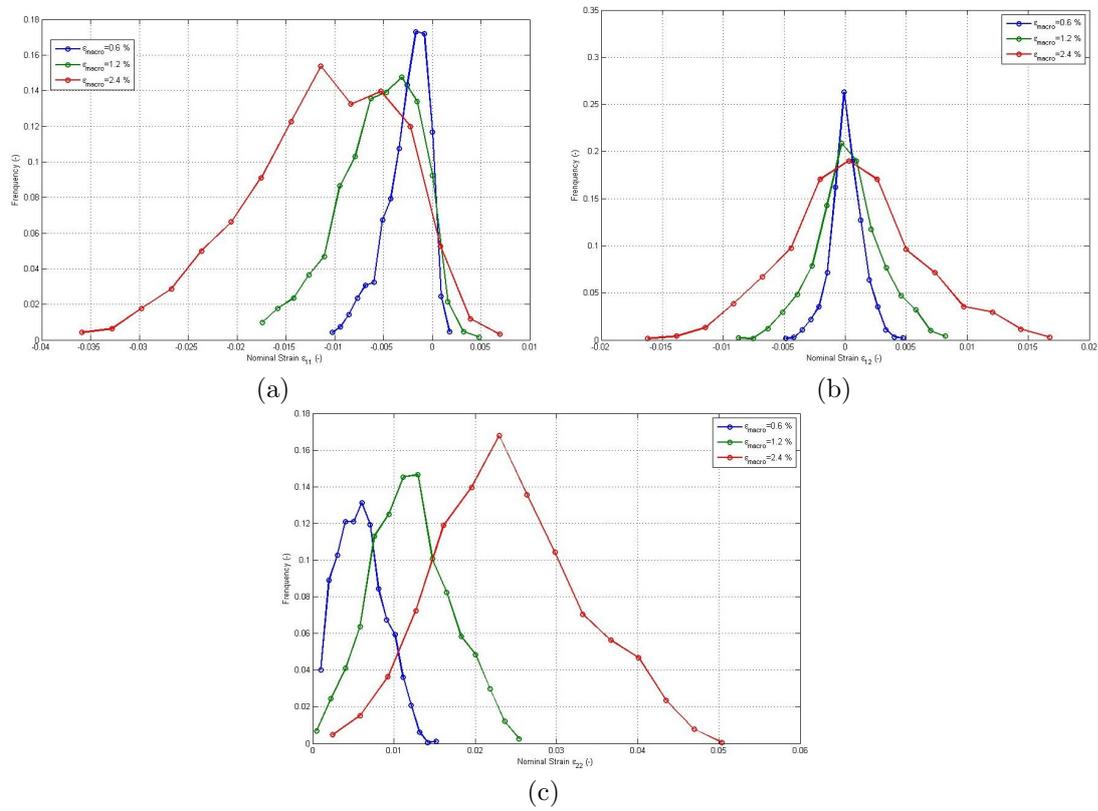


FIG. 3.30 – Simulation d'un essai de traction : histogrammes de la déformation (a)  $\epsilon_{11}$ , (b)  $\epsilon_{12}$ , (c)  $\epsilon_{22}$  en surface.

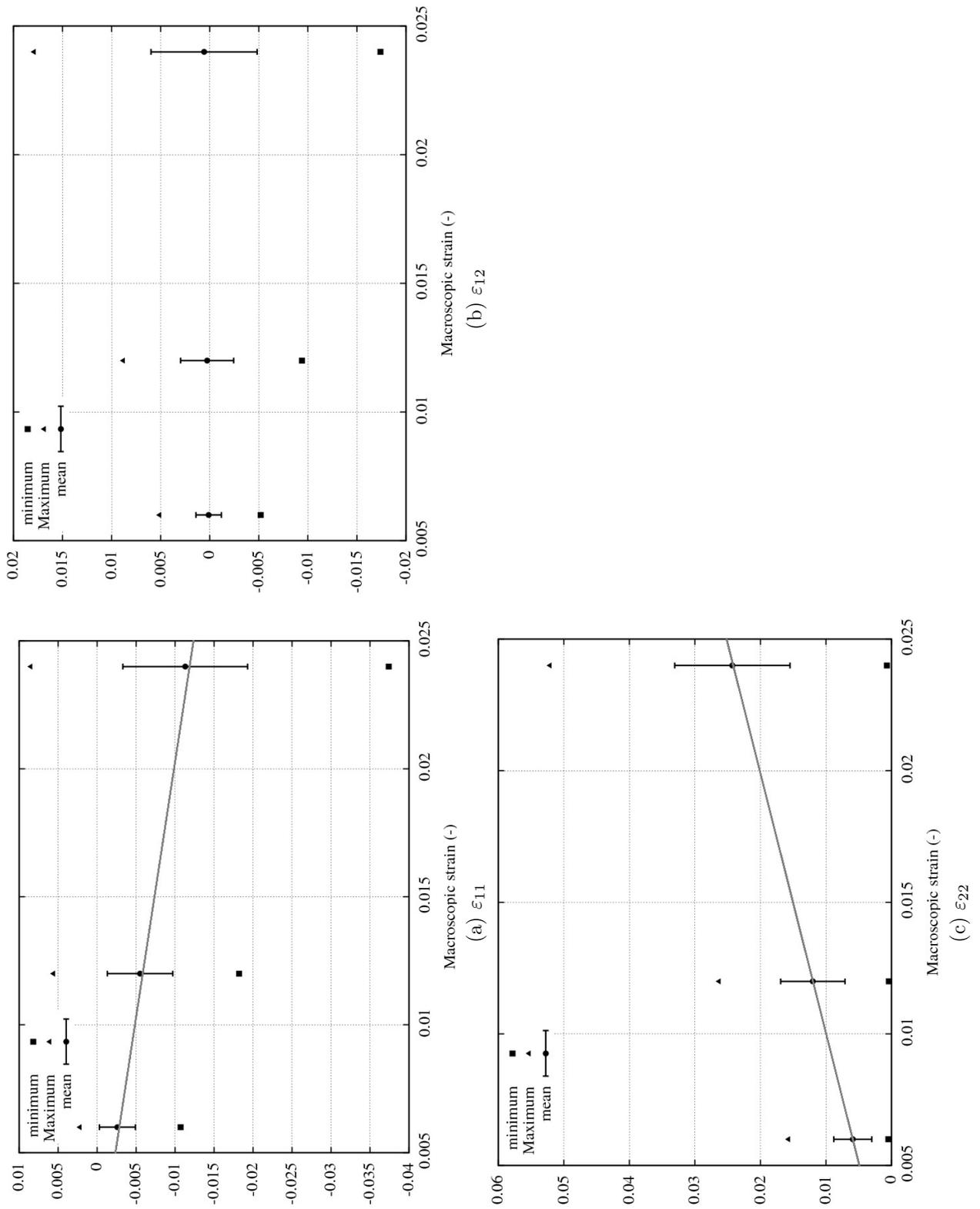


FIG. 3.31 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques pour les trois niveaux de déformation pour la simulation de traction. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type. Les droites grises correspondent à l'évolution de la déformation théorique d'un VER.

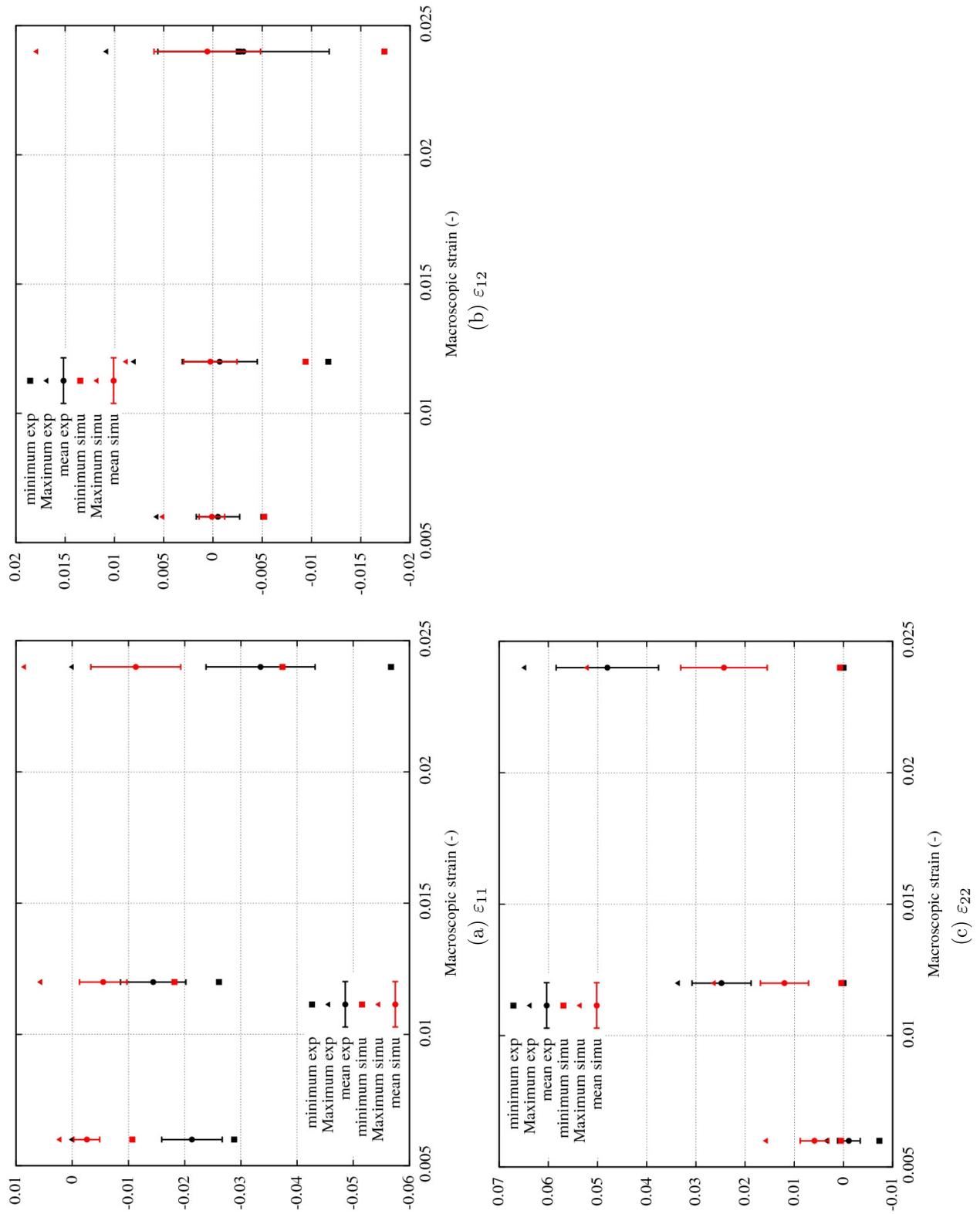


FIG. 3.32 – Évolution des grandeurs statistiques expérimentales et issues de la simulation pour les trois niveaux de déformation. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type.

### 3.4.3 Étude de l'influence des paramètres de viscosité

Dans le chapitre 2, nous avons vu qu'expérimentalement, la propagation d'une bande macroscopique n'est pas systématiquement observée. Une étude à partir du modèle macroscopique a permis de mettre en évidence différentes explications quant à son apparition sporadique. Dans cette partie, nous nous attacherons à poursuivre cette étude en l'élargissant au cas tridimensionnel et en utilisant le modèle de plasticité cristalline. Nous pourrions ainsi étudier l'éventuelle localisation de la déformation à l'échelle de quelques grains.

Nous avons vu que les paramètres de viscosité permettent de contrôler l'apparition d'une bande, mais en dégradant la description du comportement macroscopique. Ainsi, nous allons présenter des simulations d'essais monotones, en conservant tous les paramètres identifiés (cf. tableau 3.1) et en ne modifiant que la valeur du paramètre  $\sigma_0$ .

L'agrégat utilisé pour ces simulations est de type semi-périodique, composé de 250 grains dont l'orientation a été tirée aléatoirement. Une sélection de certaines cartes intéressantes de la simulation complète est reportée sur la figure 3.33. Pour la plus faible valeur de viscosité ( $\sigma_0 = 0,5$  MPa), on remarque que le désancrage est très lent et chaotique, engendrant des sauts sur la courbe jusqu'à une déformation d'environ 2%. Le désancrage est très localisé et se produit brutalement dans certaines zones de quelques grains, engendrant de brusques chutes de contrainte macroscopique (par exemple sur la figure 3.34 pour la viscosité de  $\sigma_0 = 0,5$  MPa entre les cartes 2 et 3).

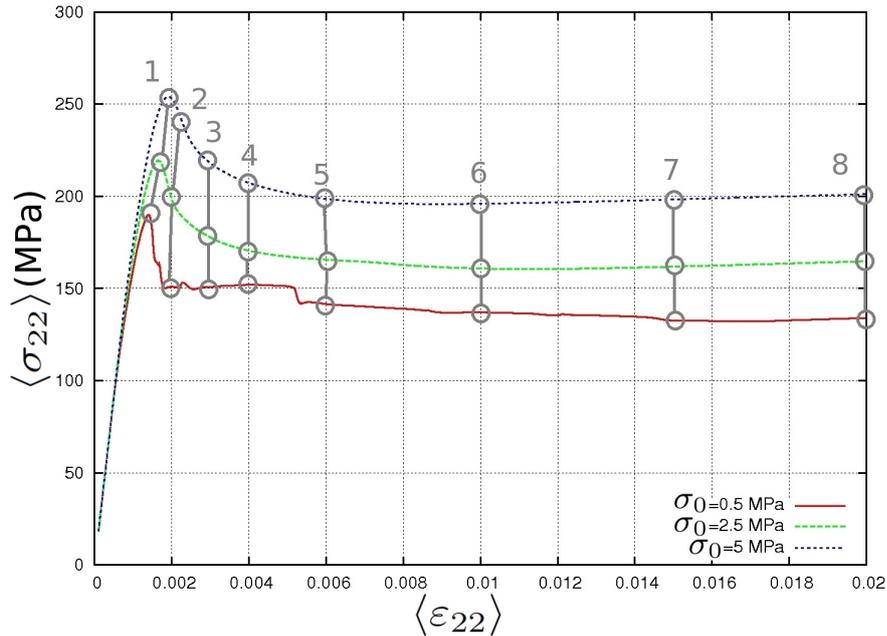


FIG. 3.33 – Simulation d'un essai de traction à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Sélection des cartes d'intérêt pour l'étude de l'hétérogénéité de déformation.

Plusieurs grandeurs d'intérêt sont présentées ici. Tout d'abord, l'évolution de la vitesse de glissement cumulée sur tous les systèmes  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  sur les figures 3.34, 3.35 et 3.37. Ensuite l'évolution de la valeur du temps de vieillissement est retracée sur la figure 3.36. Pour chaque figure, trois valeurs de viscosité sont présentées :  $\sigma_0 = 0,5$  MPa,  $\sigma_0 = 2,5$  MPa et la valeur identifiée  $\sigma_0 = 5$  MPa.

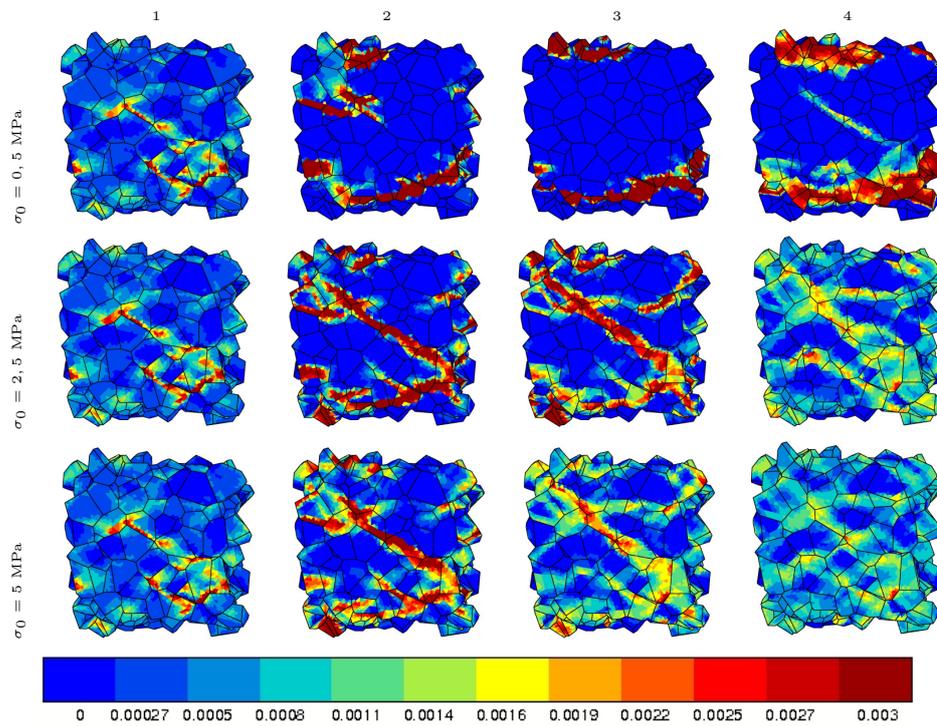


FIG. 3.34 – Évolution de la vitesse de glissement cumulée  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  pour différents paramètres de viscosité  $\sigma_0$  et à différents instants (1 à 4 sur figure 3.33).

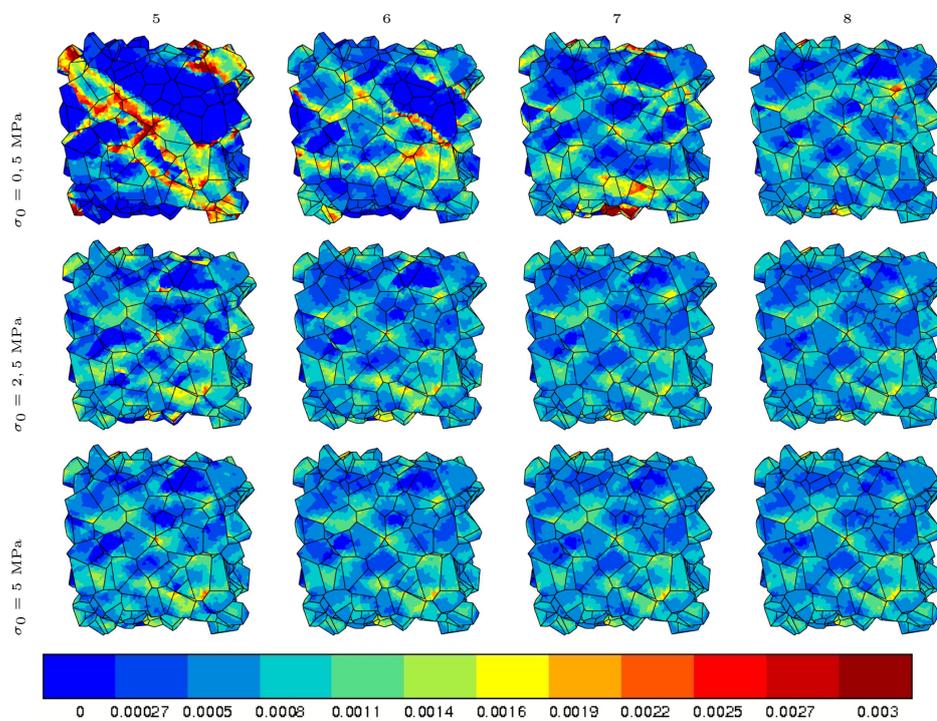


FIG. 3.35 – Évolution de la vitesse de glissement cumulée  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  pour différents paramètres de viscosité  $\sigma_0$  et à différents instants (5 à 8 sur figure 3.33).

Dans cette étude, il existe globalement deux régimes : celui associé au mécanisme de désancrage dans l'agrégat (correspondant aux cartes 1 à 4 sur la figure 3.34) et un régime correspondant au régime d'écroissage (correspondant aux cartes 5 à 8 sur la figure 3.35).

Ainsi, l'hétérogénéité de déformation au travers de la variable de vitesse de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  s'observe surtout dans le pic de traction (cf. figures 3.34 et 3.35). Quand le pic est passé (image 5), c'est-à-dire que la quasi totalité des grains a plastifié, la déformation devient beaucoup plus homogène, l'écroissage prenant le dessus sur le mécanisme de désancrage. Les champs de vitesse de glissement deviennent alors homogènes. Cependant, nous avons vu précédemment que la déformation est beaucoup plus hétérogène que dans le cas où le vieillissement n'est pas pris en considération (cf. figures 3.27 et 3.28).

La localisation de la déformation n'est pas la même en fonction de la viscosité : pour la viscosité la plus faible ( $\sigma_0 = 0,5$  MPa), on observe une localisation transgranulaire proche des bords de l'agrégat sur les 4 premières cartes (3.34), puis devient mixte inter / intra quand la déformation augmente (3.35). Pour une viscosité plus élevée, la localisation est mixte dès le début de l'entrée en plasticité, puis devient rapidement diffuse.

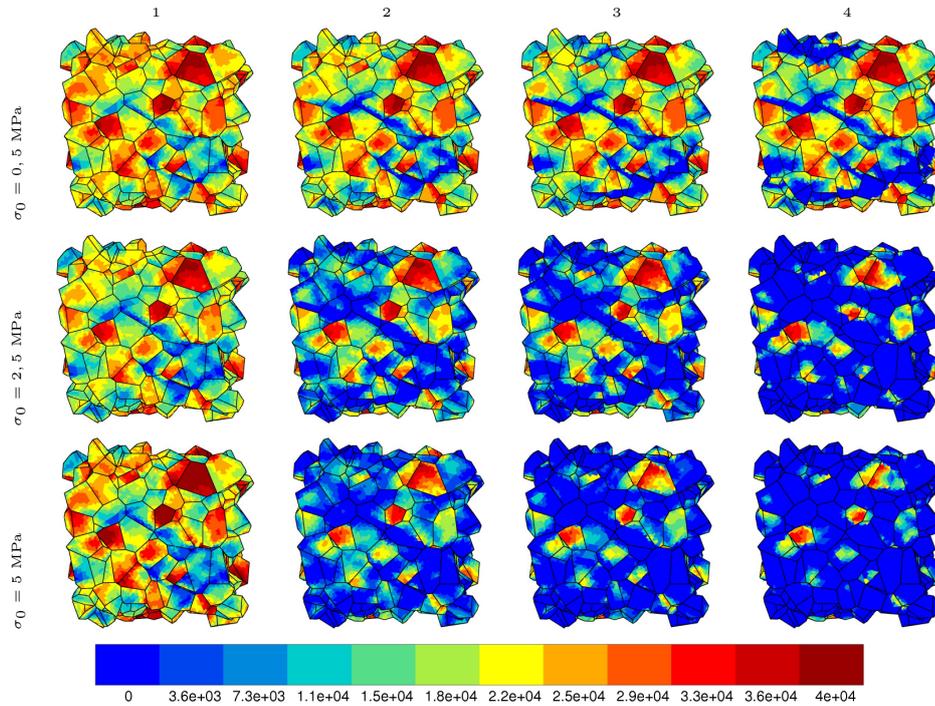


FIG. 3.36 – Évolution du temps de vieillissement  $t_a$  (en secondes) pour différents paramètres de viscosité  $\sigma_0$  et à différents instants (1 à 4 figure 3.33).

En fonction du paramètre de viscosité  $\sigma_0$ , le processus de désancrage reste très localisé dans le cas de la viscosité la plus faible (cf. figure 3.36). Dans ce cas, seule une fine zone proche des joints de grains a une valeur de temps de vieillissement  $t_a$  nulle. Dans les autres zones de l'agrégat, le temps de vieillissement reste proche de la valeur initiale de  $t_{a0} = 5.10^4$  s, preuve d'un désancrage partiel et hétérogène.

En revanche, pour la viscosité identifiée ( $\sigma_0 = 5$  MPa), le désancrage est plus diffus, car généralisé dès la deuxième carte; seules quelques zones défavorablement orientées conservent une valeur de temps de vieillissement  $t_a$  élevée à la carte 4.

En tournant l'agrégat pour en avoir une vue en perspective, il est alors possible de voir que la bande de localisation est inclinée par rapport à l'axe de sollicitation, comme dans le cas d'une bande de Lüders (cf. figure 3.37). Ce résultat est intéressant car il permet de mettre en évidence le comportement collaboratif des grains dans l'apparition d'une bande de localisation, quelle que soit l'orientation cristalline de ces derniers, mais ne permet pas cependant d'observer sa propagation. La bande de localisation a une largeur de l'ordre de la taille de grain, et conserve sa largeur initiale. Une étude approfondie du comportement collaboratif des grains dans le cas d'un acier est reportée en annexe C en guise de complément.

Une nouvelle identification en réajustant les paramètres associés au vieillissement tels que  $P_2$  et  $\beta$ , contrôlant les mécanismes de désancrage et le paramètre  $w$ , pilotant le mode de localisation pourrait permettre dans certaines conditions de faire propager la bande de déformation [Wang et al., 2011, Marais et al., 2012].

Finalement, cette étude a permis de montrer que la localisation devient diffuse (l'hétérogénéité dans les champs  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  diminue drastiquement) si les paramètres de viscosité sont suffisamment élevés, tels que ceux identifiés. Comme il a été conclu dans le chapitre 2 portant sur le modèle macroscopique, il y a un effet régularisateur de la viscosité sur la bande de localisation.

Les mécanismes de localisation de la déformation sont ainsi le résultat d'une compétition entre les mécanismes de désancrage et la viscosité. La localisation de la déformation ainsi que sa forte hétérogénéité locale vont ainsi renforcer la compétition entre ces deux mécanismes, comme nous le verrons dans le cas de chargements cycliques dans le chapitre 4.

## 3.5 Essai de fatigue à contrainte imposée

### 3.5.1 Constat expérimental

Afin d'étayer la compréhension des mécanismes de désancrage des dislocations, des essais avec pilotage en contrainte ont été réalisés dans la littérature. Ils ont pour but de montrer l'existence d'un seuil de micro-plasticité en-dessous de la limite d'élasticité macroscopique. Dans notre cas, cela correspond au désancrage des dislocations de leur atmosphère d'interstitiels.

Dans le cas des aciers, les essais (menés par exemple par A. Marais pour des acier C-Mn, [Marais, 2012]) ont montré l'existence d'un seuil pour lequel le matériau plastifie après un certain nombre de cycles. Lors d'un essai de traction sur un acier C-Mn, il apparaît que la limite supérieure est de 280 MPa environ, pour un plateau de Lüders se situant entre 250 et 260 MPa environ.

Lors d'un essai cyclique à un niveau de contrainte inférieur au plateau de Lüders ( $\pm 230$  MPa), aucune ouverture de boucle n'est observée : macroscopiquement, l'ensemble de l'énergie est accommodée élastiquement, et ce même après plus de 90000 cycles. En revanche, pour un niveau de contrainte équivalent au plateau ( $\pm 258$  MPa), l'ouverture s'opère assez rapidement (moins de 1000 cycles), comme on peut le voir sur la figure 3.38. On observe également une ouverture pour un niveau de contrainte de  $\pm 200$  MPa, mais pour un grand nombre de cycles.

Ainsi, pour un niveau de contrainte inférieur à la limite d'élasticité macroscopique, mais supérieur au niveau de contrainte du plateau de Lüders, on observe une ouverture de la boucle d'écrouissage cyclique, preuve d'une activité plastique. En revanche, pour des niveaux de contrainte plus faibles, l'ouverture de boucle n'a pas été clairement mise en évidence, preuve de l'importance de la prise en compte du vieillissement pour la définition de critères de fatigue

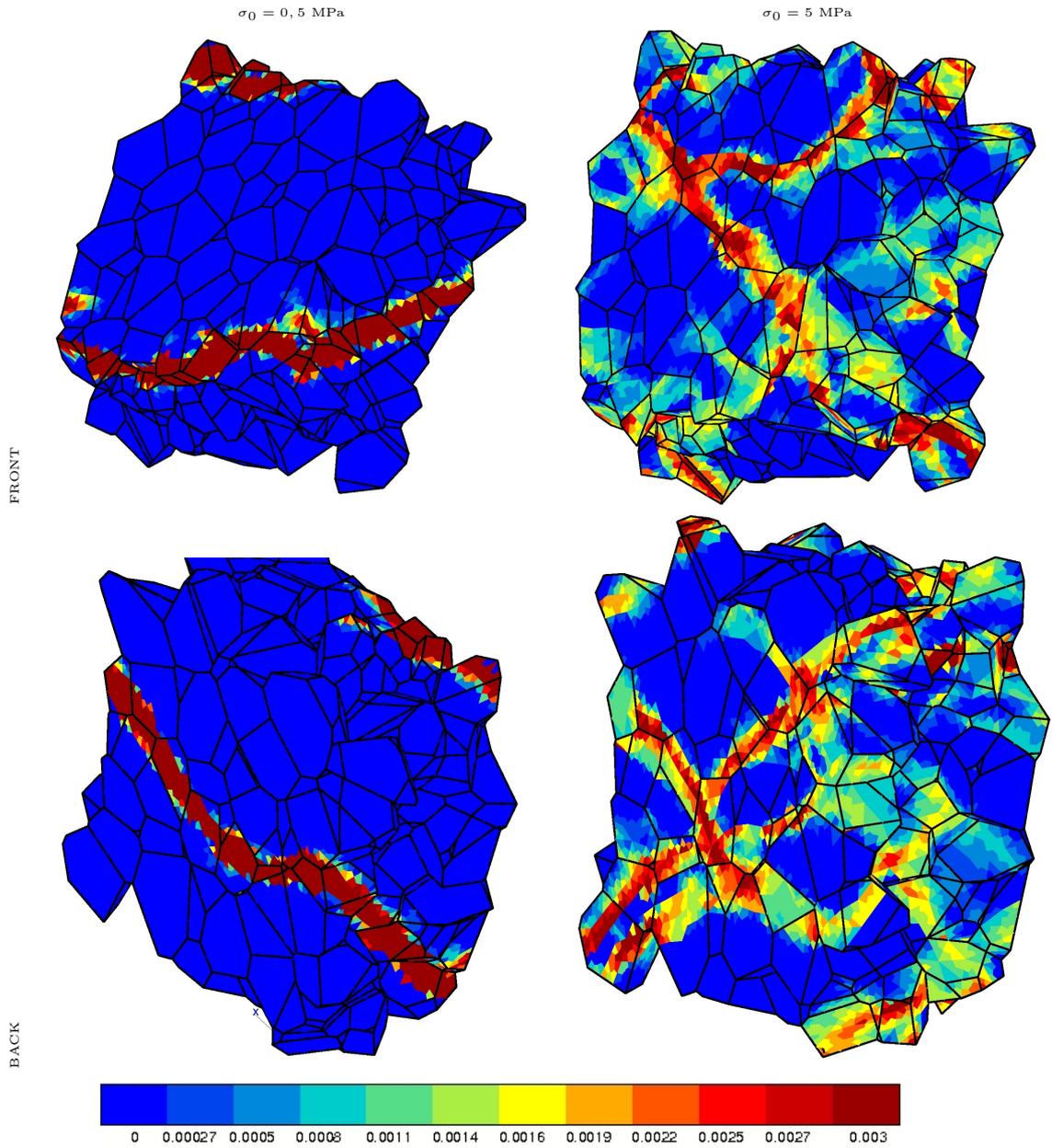


FIG. 3.37 – Évolution de la vitesse de glissement cumulée  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  pour différents paramètres de viscosité  $\sigma_0$  et pour la troisième carte ( $\varepsilon_{macro} \approx 3\%$ ). Vues de 3/4 des faces avant et arrière.

par exemple.

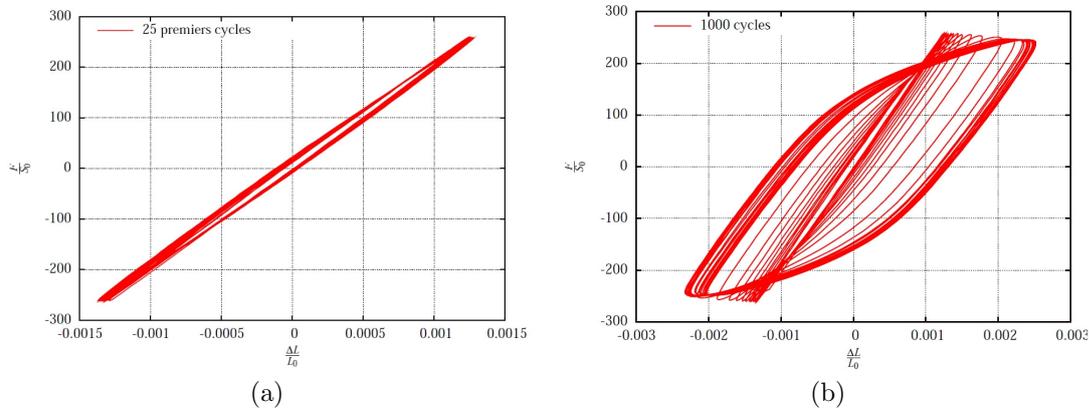


FIG. 3.38 – Ouverture de boucles sur un acier à  $\pm 258$  MPa à 1 Hz. (a) 25 premiers cycles, (b) essai complet ; d'après A. Marais [Marais, 2012].

Les essais réalisés dans le cas de notre matériau d'étude mettent en avant des résultats assez différents. D'une part parce qu'à température ambiante le tantale ne présente pas de plateau de Lüders, rendant de ce fait le choix du niveau de contrainte pour les essais cycliques plus complexe. Nous avons tout de même le niveau de contrainte associé à la limite basse du pic, mais son aspect visqueux ne permet pas de trancher catégoriquement. De plus, la sensibilité importante du tantale à la vitesse de sollicitation à température ambiante est à considérer avec attention : on ne peut pas solliciter cycliquement à n'importe quelle vitesse, alors que pour l'acier, la sensibilité à la vitesse de déformation est assez faible à température ambiante.

Ainsi, il a été décidé de balayer un spectre d'amplitudes de contrainte depuis un niveau très bas jusqu'à la valeur haute du pic pour une vitesse de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Pour chaque niveau de contrainte, 5000 cycles ont été réalisés, le niveau de sollicitation le plus faible étant de 140 MPa, pour finir à 240 MPa.

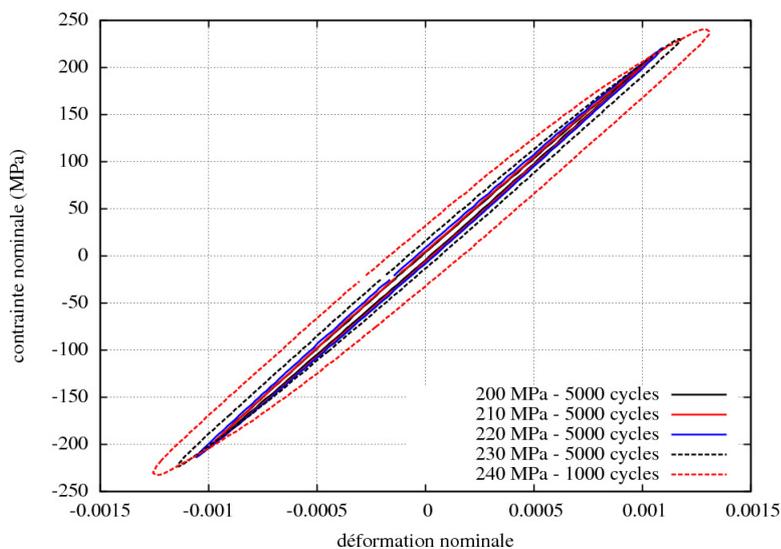


FIG. 3.39 – Ouverture de boucles sur un tantale pour une amplitude de  $\pm 200$  MPa à  $\pm 240$  MPa à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et 5000 cycles.

Seuls les niveaux de contrainte les plus élevés ont donné lieu à une “ouverture” de boucles. Si l’on compare les niveaux de contrainte atteints ici à ceux de la courbe de traction monotone à la même vitesse, telle que présentée dans le chapitre 2 sur la figure 2.1, on voit que le niveau atteint est largement supérieur à la limite basse du pic.

Ainsi, le dernier bloc élastique est présenté sur la figure 3.39 pour  $\pm 230$  MPa. En revanche, pour le niveau de contrainte suivant, à  $\pm 240$  MPa conduit à ouverture rapide et finalement à une rupture de l’éprouvette. Ce niveau de contrainte est très proche (voire identique) de celui du pic macroscopique en traction.

Une comparaison entre les niveaux de contrainte nécessaires pour atteindre la limite élastique macroscopique du tantale et ceux atteints dans le cas des aciers est possible en se ramenant aux propriétés des deux matériaux en traction uniaxiale. En effet, le rapport entre le niveau de contrainte nécessaire au désancrage et la valeur de la limite basse du pic est plus grand pour le tantale que l’acier. Il se peut cependant que le nombre de cycles imposés à chaque niveau de chargement ait été trop faible : en sollicitant l’éprouvette pendant 10000 ou 20000 cycles pour les niveaux de contrainte supérieurs à 200 MPa, une ouverture de boucle aurait pu être observée. Ces essais n’ont pas été réalisés du fait de l’effet d’histoire de chargement, afin de passer à des niveaux de contrainte supérieurs.

Ainsi, le phénomène de désancrage est très dépendant du matériau utilisé, bien que le tantale et les aciers C-Mn aient la même structure cristallographique. De ce fait, la température de sollicitation revêt une importance capitale dans l’interprétation de ces résultats. A titre de comparaison, la limite d’endurance de cette nuance d’acier se situe autour de 200 MPa, tandis que dans le cas du tantale, la limite d’endurance est proche de 185 MPa.

Dans le cas de l’acier, une sollicitation à température ambiante correspond au plateau athermique, là où la vitesse de sollicitation n’a que peu d’importance. En revanche pour le tantale, la vitesse de sollicitation a beaucoup d’importance sur la réponse mécanique macroscopique à température ambiante, correspondant ainsi au domaine des phénomènes thermiquement activés (cf. figures 1.8 et 1.16 dans le chapitre 1).

Ces différences de comportement sont alors à relier à la nature des familles de dislocations mises en jeu. On sait que dans le cas général (pour les matériaux purs), les dislocations coin sont toujours les plus mobiles, tandis que les dislocations vis deviennent d’autant plus mobiles que la température augmente. Les dislocations vis ont en effet une barrière de Peierls très élevée conduisant à leur étalement sur plusieurs plans comme nous l’avons vu dans la partie 1.2.2, ce qui n’est pas le cas des dislocations coin [Vitek, 1974].

Ces analyses sont également à mettre en regard avec les observations faites sur les courbes d’écrouissage cycliques à différentes amplitudes de déformation imposée (cf. figure 2.3). Les dislocations vis accommodent la plus grande partie de la déformation pour de faibles amplitudes, leur faible mobilité réversible n’engendrant pas d’écrouissage (pas de plasticité). En revanche, pour une amplitude plus importante, les dislocations vis se multiplient et un enchevêtrement des dislocations coin en clusters engendre un écrouissage important [Mughrabi et al., 1981, Magnin et al., 1984, Takao and Kusakawa, 1996].

Pour les aciers, un essai à température ambiante se situe à relativement haute température par rapport au palier athermique. De ce fait, les dislocations vis deviennent plus mobiles. Les sources de Frank-Read deviennent alors actives, engendrant de la plasticité, et de ce fait une ouverture de boucle est observée.

Pour le tantale, il faut une contrainte plus élevée pour arriver à activer les sources de Frank-Read car les dislocations vis sont moins mobiles.

La non ouverture des boucles même pour des niveaux de contrainte élevés peut ainsi être expliquée par la mobilité réversible des parties vis des dislocations mixtes dans le tantale, alors que dans le cas de l'acier, la température est suffisamment élevée pour que le désancrage se produise. La valeur de limite d'endurance pour l'acier va également dans ce sens : un niveau de contrainte plus faible engendre de la microplasticité, conduisant à l'ouverture de boucle.

### 3.5.2 Simulation polycristalline à faible niveau de contrainte

D'un point de vue numérique, le pilotage en contrainte a été testé sur des agrégats semi-périodiques. Dans un premier temps, un agrégat est cyclé à faible niveau de contrainte, afin d'étudier l'effet de l'ajout du terme de vieillissement à la fois sur la réponse macroscopique et sur l'état de déformation local. La proportion entre la limite d'élasticité et le niveau de contrainte choisi est constante, que ce soit avec ou sans la prise en compte du vieillissement. La réponse macroscopique de l'agrégat sans terme de vieillissement est présentée sur la figure 3.40.

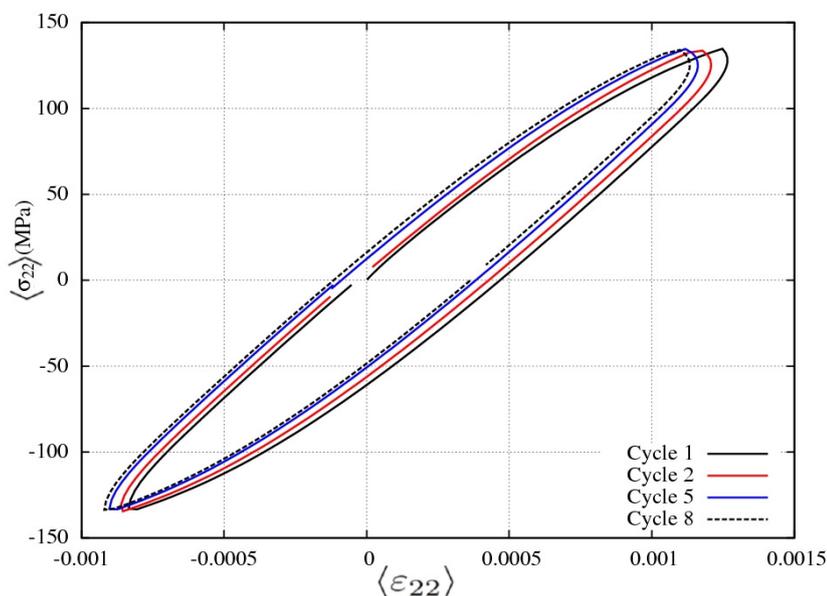


FIG. 3.40 – Simulation à amplitude de contrainte constante sur un agrégat semi-périodique sans vieillissement à  $\pm 135$  MPa à  $10^{-2}$  s $^{-1}$ .

On remarque sur la figure 3.40 qu'il n'y a pas vraiment d'ouverture de la boucle d'hystérésis. D'autre part, la boucle n'est pas symétrique en terme d'amplitudes de déformations, même si elle tend à se symétriser quand le nombre de cycles augmente. Cette accommodation est associée à une faible activité de plasticité locale, comme on le voit sur les figures 3.41, 3.42 et 3.43 à travers l'évolution des variables de la déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}^p = \sqrt{\frac{2}{3}} \tilde{\varepsilon}^p$ , de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  et de la somme des vitesses de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$ .

Cependant, il est à noter que les niveaux de déformation atteints sont très faibles (la déformation équivalente a une valeur maximale de l'ordre de 0.001) et très localisés (essentiellement à un point triple en bas à gauche de l'agrégat).

L'échelle présentée sur la figure 3.43 couvre des vitesses très faibles par rapport à celles des études de l'influence des paramètres de viscosité. La plasticité est ainsi peu intense et confinée à quelques joints de grains.

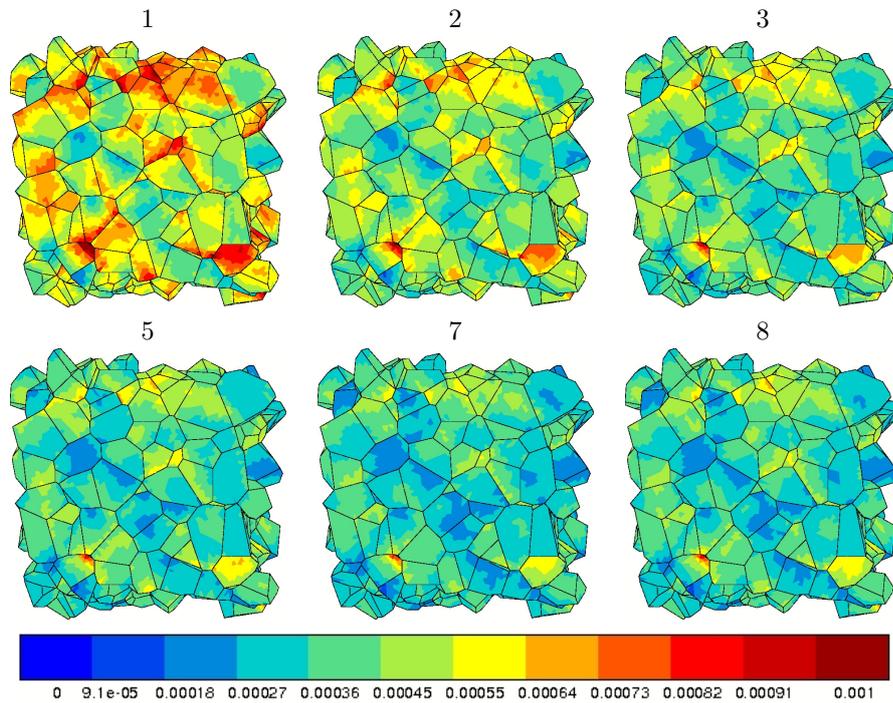


FIG. 3.41 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 135$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}^p$  au maximum de contrainte aux cycles 1, 2, 3, 5, 7 et 8.

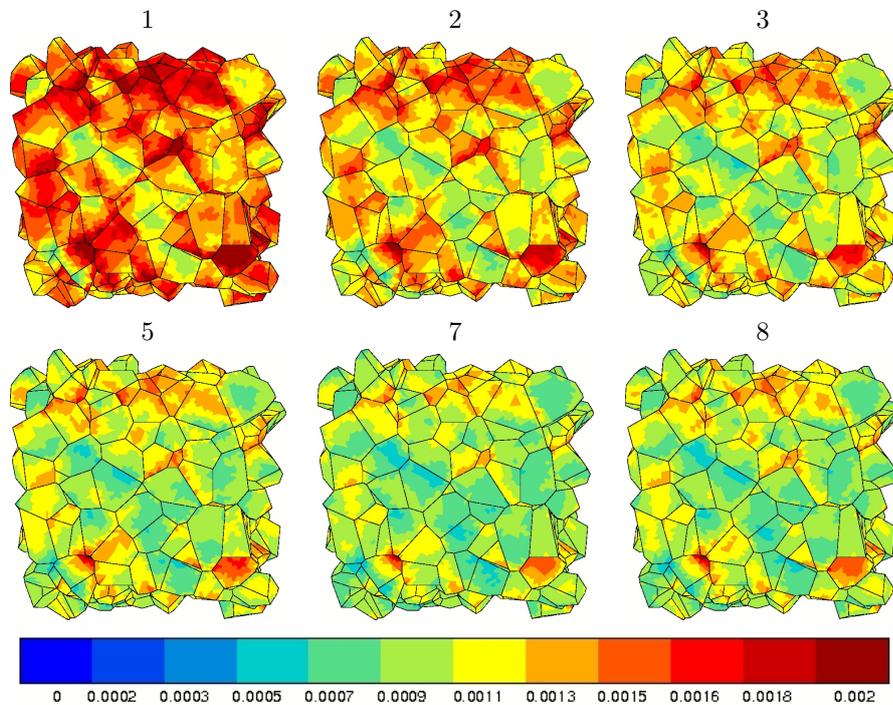


FIG. 3.42 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 135$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  au maximum de contrainte aux cycles 1, 2, 3, 5, 7 et 8.

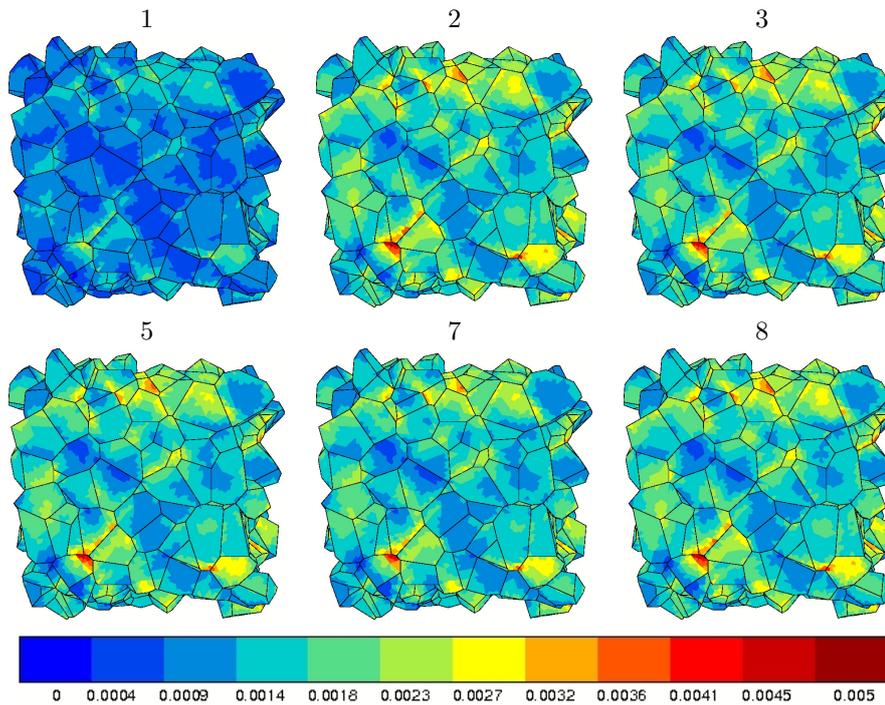


FIG. 3.43 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 135$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la somme des vitesses de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  au maximum de contrainte aux cycles 1, 2, 3, 5, 7 et 8.

### 3.5.3 Simulation polycristalline à fort niveau de contrainte

#### Sans prise en compte du vieillissement

En complément de cette première simulation, deux autres ont été réalisées. La première sans prise en compte du vieillissement et la seconde en le prenant en compte, pour un niveau de contrainte élevé de  $\pm 200$  MPa à  $10^{-2} s^{-1}$ . Dans un premier temps, on présente les résultats issus de la simulation sans vieillissement. Les niveaux de contrainte étant très élevés, on s'attend à une activité plastique massive et généralisée.

La réponse macroscopique de l'agrégat est présentée sur la figure 3.44. Dans ce cas, l'ouverture de boucle se produit dès le premier quart de cycle, engendrant une déformation macroscopique importante, de l'ordre de 1%. La boucle est très large, et se symétrise également progressivement.

Les évolutions de la déformation équivalente, de la somme des glissements et de la somme des vitesses de glissement sont présentées sur les figure 3.45, 3.46 et 3.47.

Sur ces cartes, on remarque que l'activité plastique est intense, surtout en traction pour les deux premiers cycles, puis également en compression, engendrant la symétrisation de la courbe macroscopique. Une forte hétérogénéité de déformation est présente, avec des zones intenses près des joints de grains et des points triples, tandis que certains grains sont moins déformés. Le niveau de contrainte étant très important du fait de l'absence de terme de vieillissement, une telle intensité était prévisible.

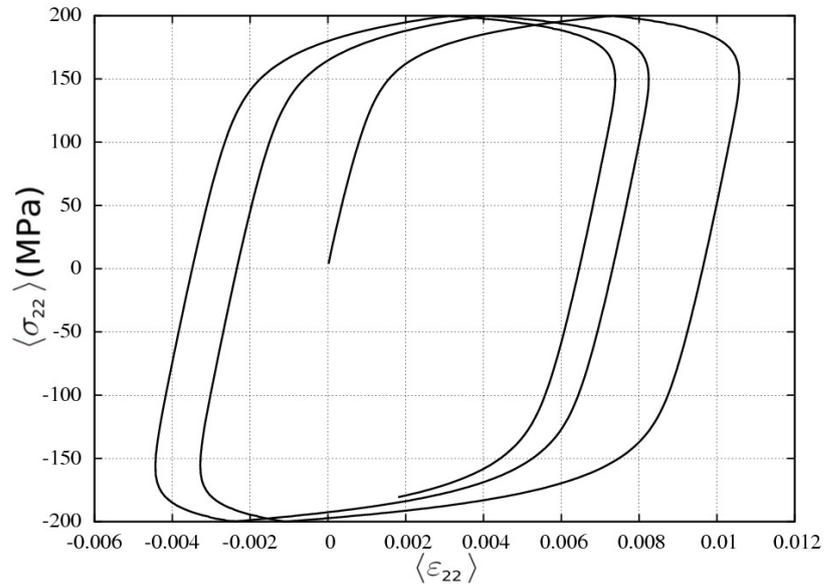


FIG. 3.44 – Simulation à amplitude de contrainte constante sur un agrégat semi-périodique sans vieillissement à  $\pm 200$  MPa à  $10^{-2} s^{-1}$ .

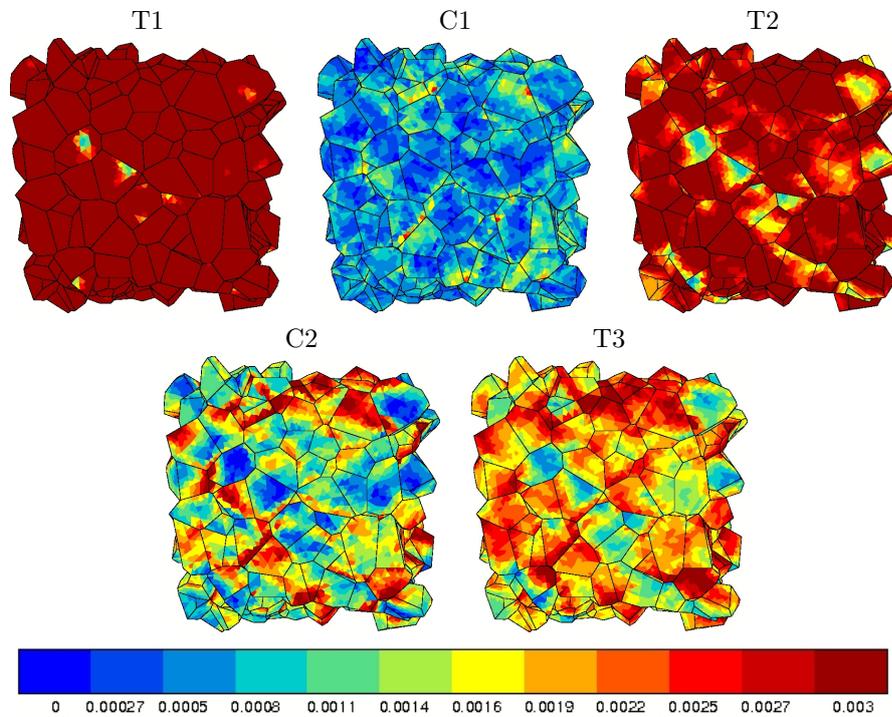


FIG. 3.45 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}^p$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

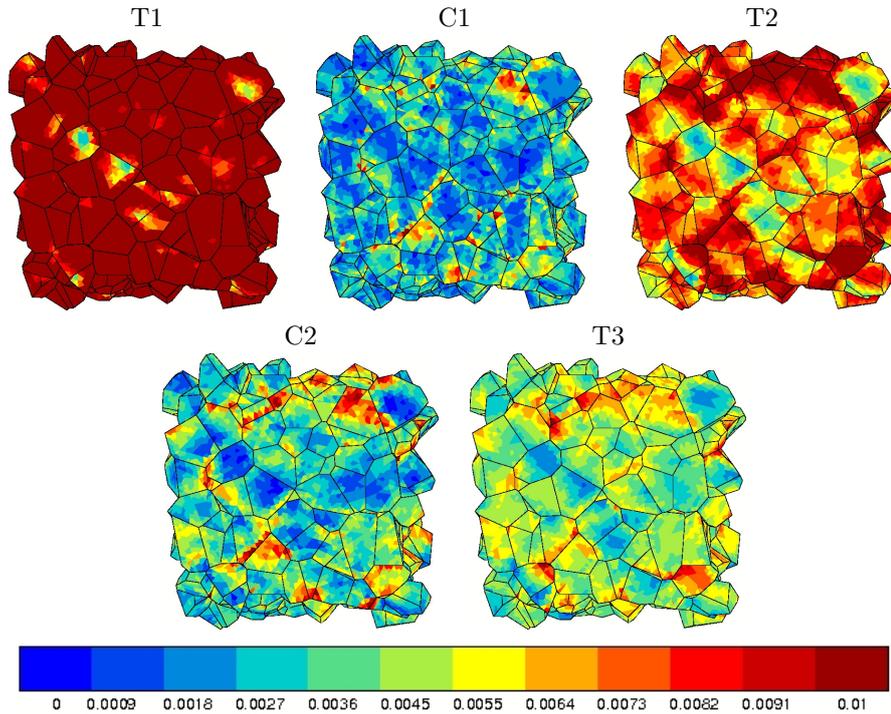


FIG. 3.46 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

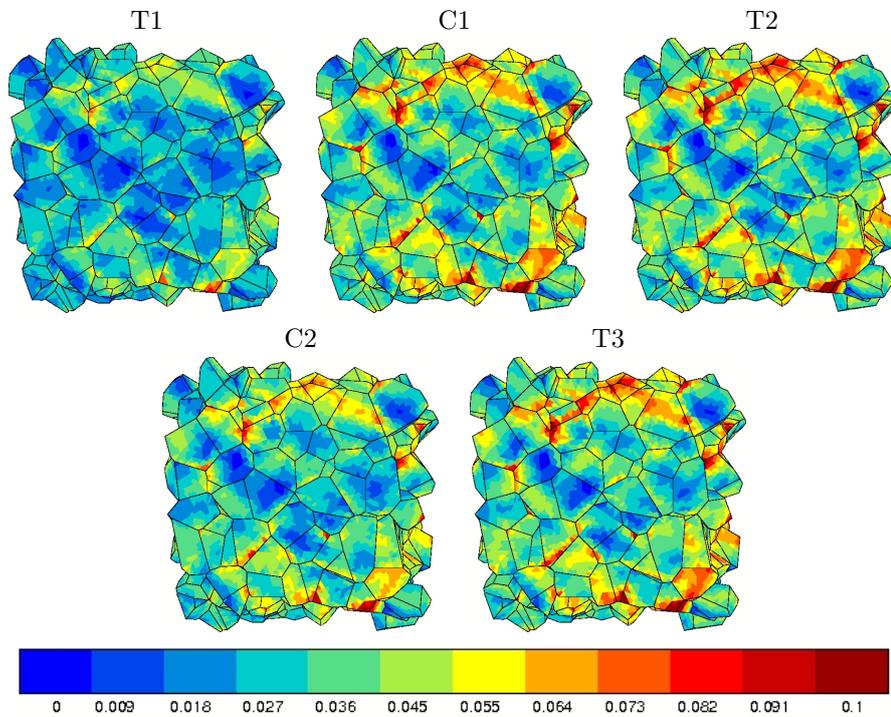


FIG. 3.47 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  sans terme de vieillissement. Evolution de la somme des vitesses de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

### Avec prise en compte du vieillissement

Il est maintenant intéressant de réaliser la même simulation, mais avec l'ajout du terme de vieillissement. La réponse macroscopique de l'agrégat est reportée sur la figure 3.48. Dans ce cas, l'ouverture de boucle ne se produit pas immédiatement, mais nécessite environ deux cycles pour se manifester macroscopiquement. L'asymétrie de la boucle est également présente, mais moins marquée que dans le cas précédent. Cependant, on atteint des déformations moyennes de l'ordre de  $\pm 0,6\%$ .

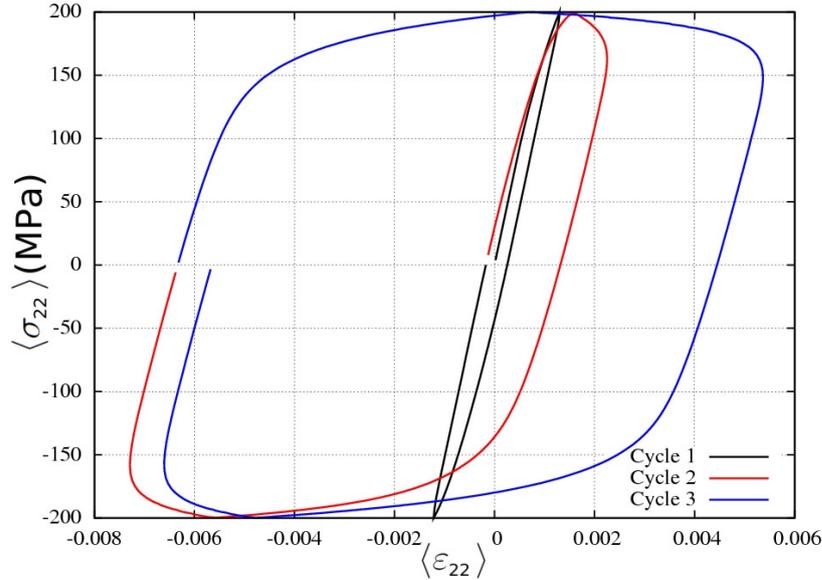


FIG. 3.48 – Simulation à amplitude de contrainte constante sur un agrégat semi-périodique avec vieillissement à  $\pm 200$  MPa à  $10^{-2}$  s $^{-1}$ .

Les grandeurs d'intérêt pour cette étude sont reportées sur les figures 3.49, 3.50 et 3.51. Il est à noter que les échelles choisies sont différentes des simulations précédentes, afin de bien rendre compte du mécanisme et de l'hétérogénéité de déformation. La déformation s'intensifie surtout à la deuxième compression, là où l'ouverture de boucle s'effectue macroscopiquement.

Avant d'atteindre ce seuil, une activité plastique localisée près de certaines lignes triples et joints de grains est déjà présente. On remarque également que la déformation s'active plus au centre de l'agrégat comparativement aux deux simulations précédentes. De ce fait, il semble que la prise en compte du vieillissement génère une répartition de la déformation différente, bien que toujours localisée dans les zones proches des joints de grains. C'est donc l'hétérogénéité des orientations cristallines et de l'environnement de chaque grain qui permet de franchir localement le pic, malgré une contrainte globale faible (inférieure à 240 MPa).

Comme pour l'expérience, on observe dans le cas de cette simulation un désancrage après quelques cycles dans le domaine élastique apparent. La prise en compte explicite de la microstructure associée au modèle avec vieillissement permet de localement plastifier, conduisant progressivement à l'ouverture macroscopique de la boucle d'hystérésis. En revanche, cette ouverture se produit pour un niveau de contrainte de 200 MPa, là où elle se produit à 240 MPa dans l'expérience.

Plusieurs explications peuvent être avancées pour expliquer cette différence. Tout d'abord, le nombre de grains est sans doute insuffisant. Le phénomène du "maillon le plus faible" s'en trouve ainsi grandement accentué du fait du faible nombre de grains. Là où il y a des mil-

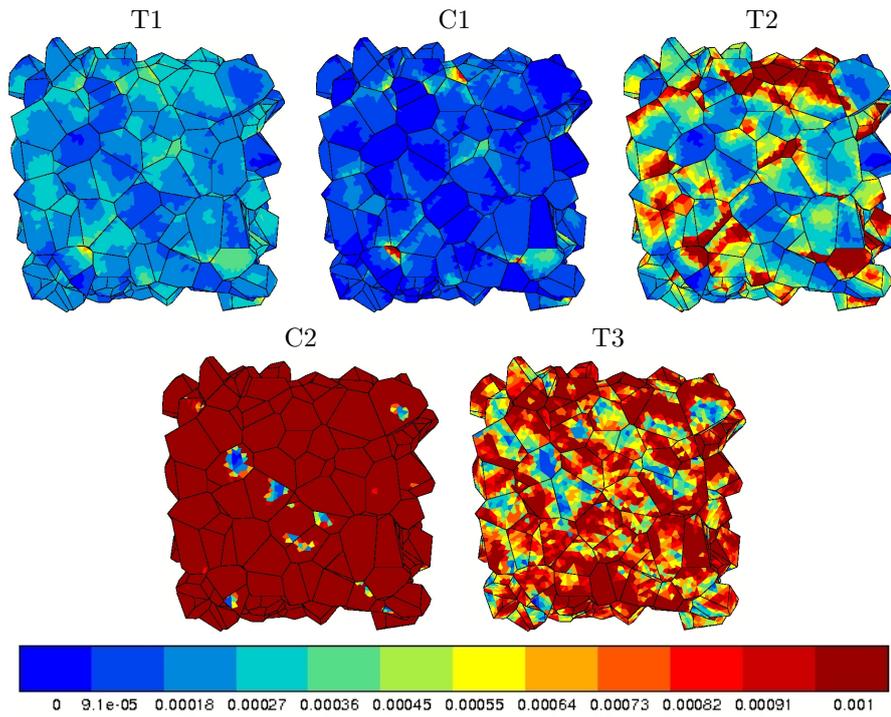


FIG. 3.49 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  avec terme de vieillissement. Evolution de la déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}^p$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

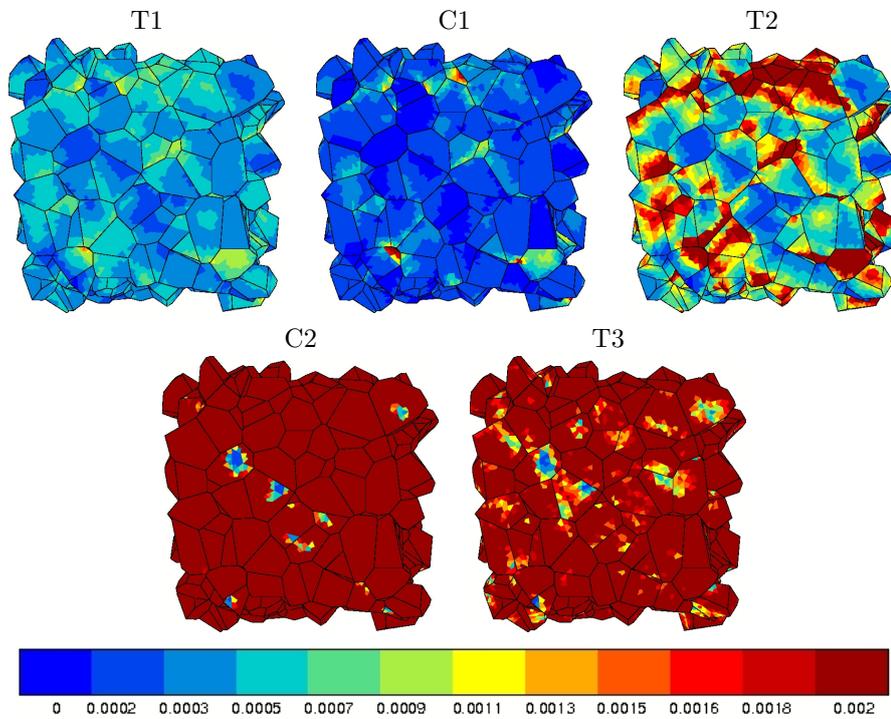


FIG. 3.50 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  avec terme de vieillissement. Evolution de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

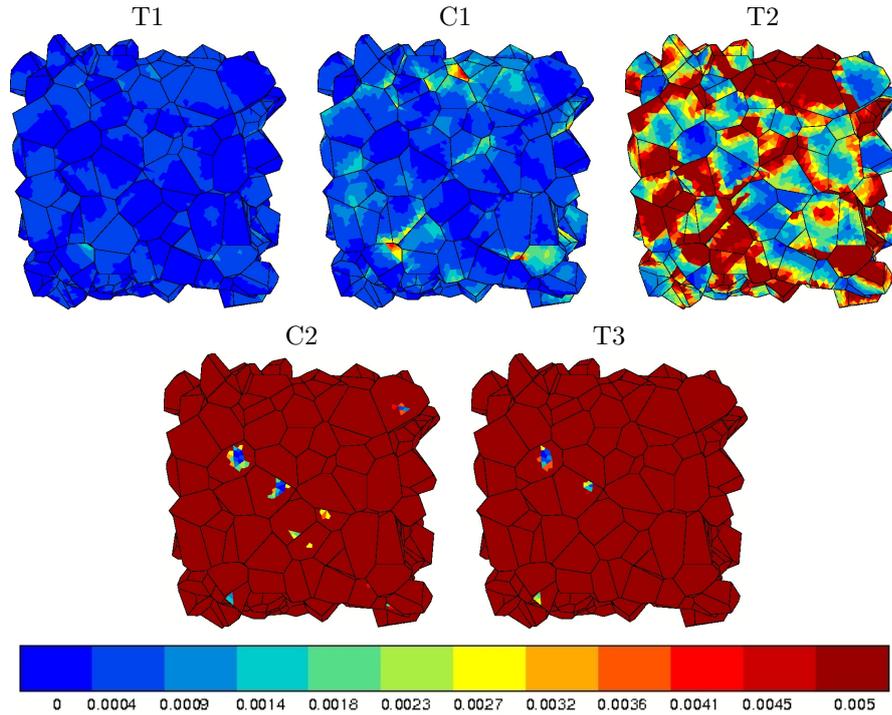


FIG. 3.51 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 200$  MPa et  $10^{-2} s^{-1}$  avec terme de vieillissement. Evolution de la somme des vitesses de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$  aux contraintes extrêmes en traction aux cycles 1 (T1), 2 (T2) et 3 (T3) et en compression aux cycles 1 (C1) et 2 (C2).

liers de grains dans une éprouvette polycristalline, l'agrégat utilisé ici n'en présente que 250, certainement trop peu pour accommoder élastiquement l'activité de quelques grains localisés favorablement orientés. De plus,  $t_a$  est le même pour tous les systèmes de glissement, ce qui peut avoir une influence sur le comportement local.

Finalement, l'implémentation du pic associé au terme de vieillissement statique a permis de mettre en évidence son rôle important dans le comportement à des niveaux de contrainte élevés. En effet, s'il n'est pas considéré, les simulations conduisent à des niveaux de déformation irréalistes et inutilisables pour le dimensionnement des structures. De même, le calcul à faible niveau de contrainte ne permet pas d'établir une réelle ouverture, du fait de l'accommodation qui se produit, même s'il y a une activité plastique diffuse présente.

En revanche, la dernière simulation à forte amplitude de contrainte avec prise en compte du vieillissement ne présente pas une ouverture de boucle instantanée. Cette ouverture engendre une localisation de la déformation près des joints de grains et une forte hétérogénéité en surface de l'agrégat. De ce fait, les données locales issues de ce genre de calcul pourront offrir de nouvelles perspectives pour le dimensionnement des structures.

## Conclusions

Ce chapitre sur l'approche polycristalline du vieillissement a permis la mise en place des outils de mesure des champs de déformation ainsi que la validation du modèle à l'échelle locale pour des chargements monotones et de fatigue à contrainte imposée. L'étude de la texture initiale du matériau comme étant un matériau recristallisé, avec grains équiaxes avec une texture isotrope a fourni les premières informations utilisées comme donnée d'entrée en plasticité cristalline.

Une étude des champs de déformation expérimentaux d'une zone de  $400 \times 400 \mu m^2$  à l'aide de la corrélation d'images a permis de constater que les tendances de déformation moyennes suivent bien celles de la déformation macroscopique imposée, tout en donnant accès à des niveaux de déformation plus importants, sous forme de bandes transgranulaires. D'autre part, l'utilisation d'un motif régulier sur des zones spécifiques de dimensions réduites ( $50 \times 50 \mu m^2$ ) a permis de mettre en évidence d'intenses déformations à certains joints de grains et au niveau de bandes de glissement, jusqu'à 10 fois plus grandes que la déformation imposée.

D'autre part, la génération de microstructures synthétiques spécifiques a permis d'étudier des conditions de surface libre, tout en optimisant les temps de calculs. Un modèle de plasticité cristalline de type Méric-Cailletaud dans lequel le vieillissement a été implémenté a été identifié par méthode inverse, permettant de bien restituer le comportement macroscopique du tantale pour des chargements cycliques et monotones.

L'influence de l'ajout du terme de vieillissement sur le comportement local a été étudié, montrant que le vieillissement génère une localisation de la déformation sous forme de bandes s'étalant à travers plusieurs grains, venant s'ajouter à l'hétérogénéité de déformation induite par les différentes orientations cristallines. Le modèle sans prise en compte du vieillissement aurait tendance à sous estimer les valeurs de déformations locales, en homogénéisant les champs à la surface de l'agrégat.

La richesse d'informations fournie par l'approche polycristalline permet d'étudier l'hétérogénéité de déformation à l'échelle locale, et de la confronter aux résultats expérimentaux. Ainsi, le modèle restitue bien les tendances de déformations observées expérimentalement du point de vue des déformations moyennes. De plus (et c'est important pour la suite de notre étude), les valeurs maximales locales de déformation sont en adéquation avec l'expérience. Leur localisation est en accord avec l'expérience, à savoir près des joints de grains ou à l'intérieur de grains favorablement orientés pour le glissement.

Enfin, une étude du comportement lors d'un essai cyclique à contrainte imposée a permis de mettre en évidence les interactions entre le niveau de contrainte et le désancrage des dislocations. La comparaison avec les aciers montre que ce ne sont pas les mêmes familles de dislocations qui sont mises en jeu, du fait de l'activation thermique.

Le modèle est capable de capter l'effet de l'amplitude de contrainte sur le comportement, car le désancrage ne se produit que si le pic est implémenté, engendrant de la localisation de déformation près des discontinuités géométriques, et une forte hétérogénéité intragranulaire. Le même calcul sans vieillissement n'engendre pas d'ouverture. Cette conclusion est utile pour le calcul de structure et le dimensionnement. Tous ces outils et méthodes vont ainsi être utilisés dans le cadre de sollicitation cycliques dans le chapitre suivant.



## Chapitre 4

# Étude du comportement en fatigue

### Introduction

Dans les chapitres précédents, l'effet du vieillissement a été identifié comme important pour la représentation fidèle du comportement global et local, car il engendre un adoucissement à l'origine d'une hétérogénéité de déformation, venant se superposer à celle induite par les différentes orientations cristallines. Qu'en est-il pour des chargements cycliques d'amplitude de déformation faible, de l'ordre de la déformation macroscopique associée au pic de surcontrainte ?

Le mode de rupture mixte inter- et intra-granulaire observé dans la littérature sur le tantale n'est pas modélisé actuellement, il est de ce fait intéressant d'étudier ce que le modèle est capable de décrire, afin de proposer un critère d'amorçage pertinent. L'ensemble de cette étude s'appuie sur des observations expérimentales complètes, portant sur la détermination des champs de déformation et de l'évolution de la microstructure pour un essai interrompu à différents cycles. Les clichés successifs permettront de mesurer les déformations locales moyennes et maximales et d'observer leur localisation. D'autre part, cette étude va permettre de statuer sur le mode d'amorçage de fissure, et de confronter les observations avec les résultats issus du modèle de plasticité cristalline.

Actuellement, les critères d'amorçage en fatigue utilisés ne prennent pas en compte le comportement à l'échelle locale, tels que la localisation de la déformation aux joints de grains, points triples, l'effet de rochet, etc. De plus, l'hétérogénéité de déformation importante observée dans le cas monotone induite à la fois par la prise en compte de la microstructure et par l'implémentation du vieillissement renforce l'intérêt d'une étude en fatigue sur un agrégat polycristallin. La simulation proposée ici, portant sur un agrégat semi-périodique sollicité pendant plus de 1000 cycles, sera exploitée grâce aux multiples informations qu'elle permet d'obtenir, pour établir un critère de fatigue simple basé sur des grandeurs locales.

## 4.1 Essai de fatigue interrompu

### 4.1.1 Présentation de l'essai

Un essai de fatigue interrompu a été réalisé à la température à l'air ambiant sur une éprouvette plate épaisse (cf. figure 2.2 (b)) à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour une amplitude de déformation imposée de  $\frac{\Delta\epsilon}{2} = 0,2\%$ . Des grilles constituées de plots de 500 nm de diamètre, espacés d'un pas de 5  $\mu\text{m}$  sur une zone de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  ont été réparties à la surface de

l'éprouvette, afin de permettre un suivi précis de la déformation locale, comme il a été présenté lors d'une sollicitation en traction dans la partie 3.3.2. L'éprouvette a été polie avant d'effectuer le dépôt des plots par lithographie électronique tel que décrit dans l'annexe A.

L'essai cyclique a été interrompu après 10, 100, 1000, 2000 et 3000 cycles. À chaque fois, l'éprouvette a été démontée de la machine d'essai et placée dans un MEB afin d'effectuer des clichés en électrons secondaires et rétrodiffusés ainsi que des cartographies EBSD des zones d'intérêt. La machine utilisée pour les essais mécaniques est une machine de marque Instron 8800 servo-hydraulique. Les observations au MEB ont toutes été réalisées avec les mêmes conditions de réglage de faisceau et avec le même grossissement.

### 4.1.2 Réponse macroscopique

Dans un premier temps, la réponse macroscopique de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles est présentée sur la figure 4.1. L'allure de la boucle d'hystérésis évolue peu au cours des cycles, avec un faible écrouissage cyclique, de l'ordre de 20 MPa. La contrainte maximale sature dès 50 cycles environ. Comme pour les autres amplitudes présentées dans le chapitre 2 sur la figure 2.3, les boucles présentent un effet Bauschinger important. Enfin, la présence d'un pic de surcontrainte lors de la première traction pour le 1000<sup>e</sup> cycle confirme les essais de vieillissement réalisés, puisque 9 jours se sont écoulés entre les deux blocs de chargement. Cette observation valide également la modélisation choisie avec l'implémentation d'un terme de vieillissement statique.

Il est à noter qu'à chaque démontage de l'éprouvette à force nulle, on ajoute environ  $\langle \varepsilon_{22} \rangle = 0,1\%$  de déformation plastique macroscopique. Chaque nouveau chargement débute donc avec un incrément de déformation de 0,1 %.

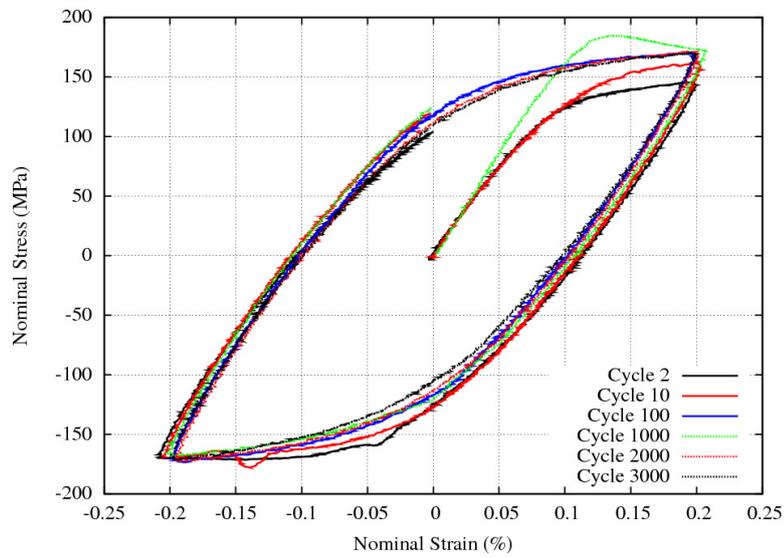
### 4.1.3 Évolution de la surface de l'échantillon

À chaque interruption de l'essai de fatigue, l'éprouvette a été démontée et placée dans un MEB afin d'observer l'évolution de la microstructure. Les images obtenues en électrons secondaires nous renseignent dans un premier temps sur l'évolution de la surface.

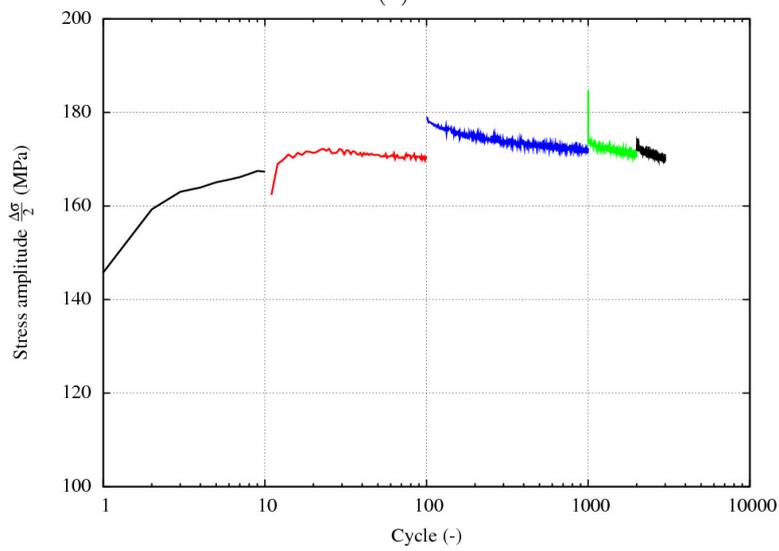
Les images de la figure 4.2 présentent l'évolution de la surface au cours des cycles. La rugosité s'intensifie progressivement avec des effets particulièrement marqués au niveau des joints de grain. Les grains entourés en bleu par exemple, sont sujets à un déchaussement progressif avec des joints de grains très marqués. Ceci a pour effet de créer un effet d'entaille, ou de concentration de contrainte aux joints de grains, conduisant à un "effet rochet" microstructural qui sera explicité par la suite [Priester, 2011].

D'autre part, la plupart des grains présentent des bandes de glissement (PSBs) qui s'intensifient également à mesure que le nombre de cycles augmente. Leur aspect courbe est lié au glissement dévié facile, comme il a été observé dans la partie 3.3.3. Ces bandes sont arrêtées par les joints de grains, à l'exception de la zone matérialisée par le cercle rouge, où les bandes se prolongent de part et d'autre du joint de grain. Ceci a déjà été observé par AFM lors d'études précédentes [Guillaumain, 2009].

Le cercle vert sur la figure 4.2 marque une zone constituée d'un gros grain qui se creuse progressivement au cours des cycles. Ce grain présente également des lignes de glissement. Ce creusement progressif est visible dès le 1000<sup>e</sup> cycles, sous forme d'une bande traversant le grain de part en part.



(a)



(b)

FIG. 4.1 – (a) Boucles d'hystérésis à différents cycles lors d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-3} s^{-1}$ . (b) Évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.

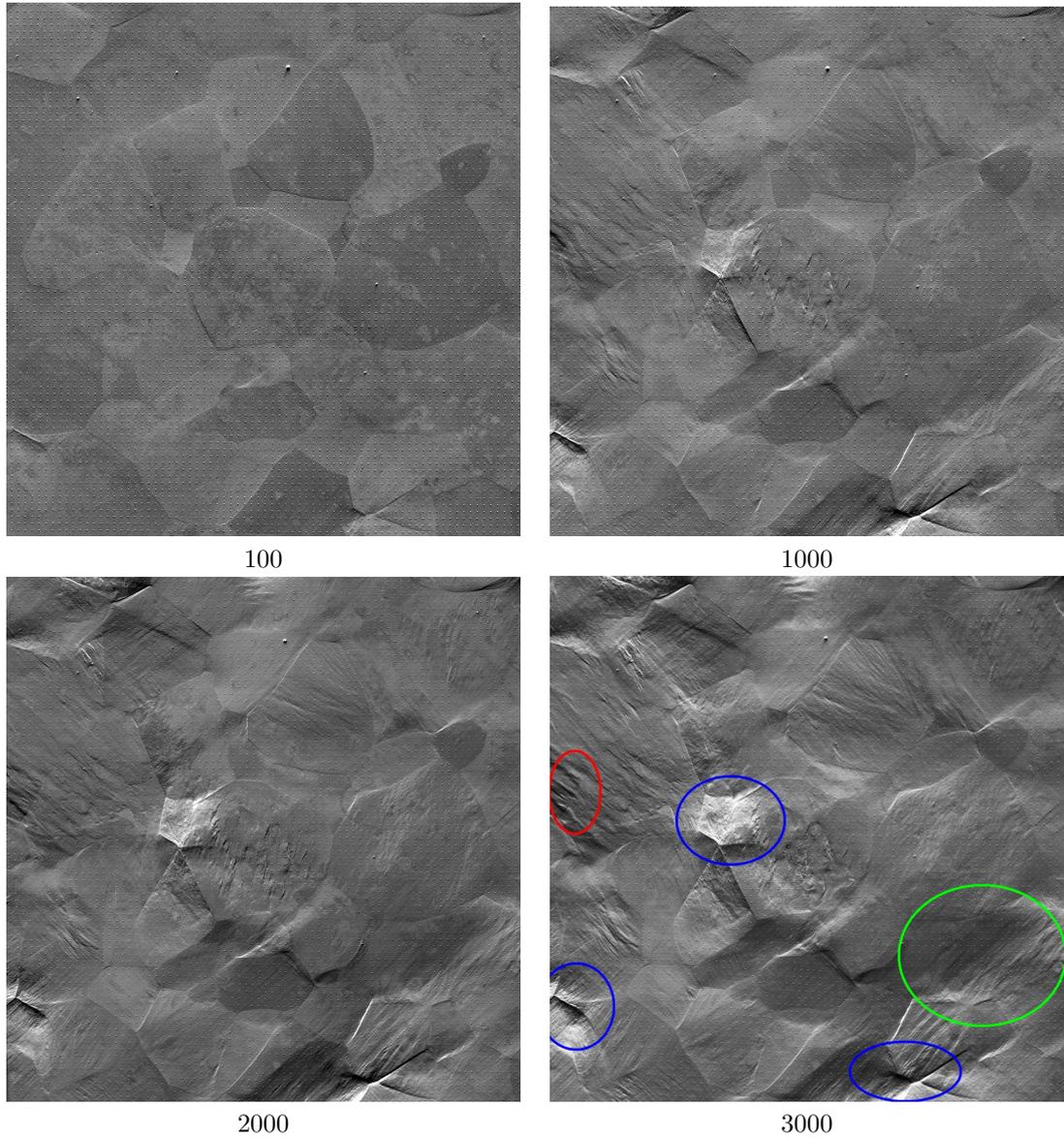


FIG. 4.2 – Evolution d'une zone de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  de la surface de l'échantillon en fonction du nombre de cycles lors de l'essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La direction de sollicitation est horizontale.

Ainsi, l'activité de surface est très intense, et semble même beaucoup plus riche qu'en volume. En effet, il y a seulement  $\pm 0,2\%$  de déformation imposée. Les informations sur les déformations locales issues de la corrélation d'images ainsi que les rotations de réseau détectées par l'EBSD vont nous permettre de confirmer l'intense activité de surface.

#### 4.1.4 Informations issues des cartes EBSD

En complément des informations fournies par les images MEB, des cartographies EBSD de la même zone que celle présentée sur la figure 4.2 ont été réalisées. Elles permettent ainsi d'approfondir et étoffer les informations locales. Ainsi, des tracés de l'évolution des désorientations locales ainsi que de la texture de la zone d'étude permettent de mieux mettre en perspective les résultats obtenus par ailleurs. La précision de ces mesures est de l'ordre de  $0,5$  à  $1^\circ$  [Pouchou, 2002, Kamaya et al., 2006, Wilkinson and Britton, 2012].

La figure 4.3 présente l'évolution des orientations cristallines de la zone d'intérêt. Il est ainsi possible de relever les régions présentant une évolution (rotation de réseau) au cours du cyclage. Il y a quatre zones principales où les orientations varient de manière significative (cercles rouges sur la figure 4.3 à 3000 cycles). Dans ces zones, les grains présentent des gradients d'orientations importants qu'il sera intéressant de quantifier. D'autres zones cependant semblent présenter très peu d'évolution au cours des cycles.

D'autre part, le gros grain entouré en vert présente une désorientation importante qui s'intensifie progressivement. La rotation est assez nette, sous forme d'une bande qui traverse le grain, comme décrit sur la figure 4.2.

Afin de mieux quantifier les rotations de réseau au cours des cycles, il est possible d'utiliser à la fois la désorientation moyenne par grain et la désorientation locale [Gee et al., 2009]. La désorientation moyenne par grain (GOS : Grain Orientation Spread) est calculée par la méthode présentée dans la partie 3.2.3 [Pantleon et al., 2008] pour  $N$  points de mesure dans le grain :

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [g_i \cdot \bar{g}^{-1} - I] \quad (4.1)$$

La figure 4.4 présente l'évolution de la désorientation moyenne des grains au cours des cycles. D'une manière générale, une forte intensification de la désorientation par rapport à l'orientation moyenne est à noter. Les zones les plus intenses (en rouge) correspondent bien aux zones où la surface est la plus perturbée (cf. figure 4.3). Les désorientations au sein même d'un grain peuvent être très importantes, jusqu'à  $22^\circ$  après  $10^6$  cycles [Knobbe et al., 2010]. Ces rotations sont à associer à l'augmentation de la densité de dislocations locale nécessaires pour accommoder la déformation imposée [Kamaya et al., 2006, Agbessi, 2013, Vignal et al., 2013]. Par construction, l'utilisation du tenseur d'orientation  $g$  permet de minimiser les erreurs associées à la mise en place de l'échantillon dans le MEB lors des différentes observations.

L'évolution du GOS en fonction du nombre de cycles est reportée sur la figure 4.5. On relève une disparition rapide des faibles désorientations dans les grains, dès 1000 cycles. De plus, on note une intensification des fortes désorientations associés à une "hétérogénéisation". Après 3000 cycles, il n'y a quasiment plus aucun grain à moins de  $1^\circ$  de désorientation intragranulaire moyenne.

L'analyse de l'évolution de la désorientation locale présentée sur la figure 4.6 révèle les mêmes zones intenses de part et d'autre des joints de grains que précédemment, s'intensifiant progressivement. Le Kernel Average Misorientation (KAM)  $\Delta g_K$  en un point de mesure  $A$  est calculé à partir des valeurs de  $\Delta g$  telles que définies à l'équation 4.2 des  $i$  points de mesure environnants (premier, second ou troisième voisin) :

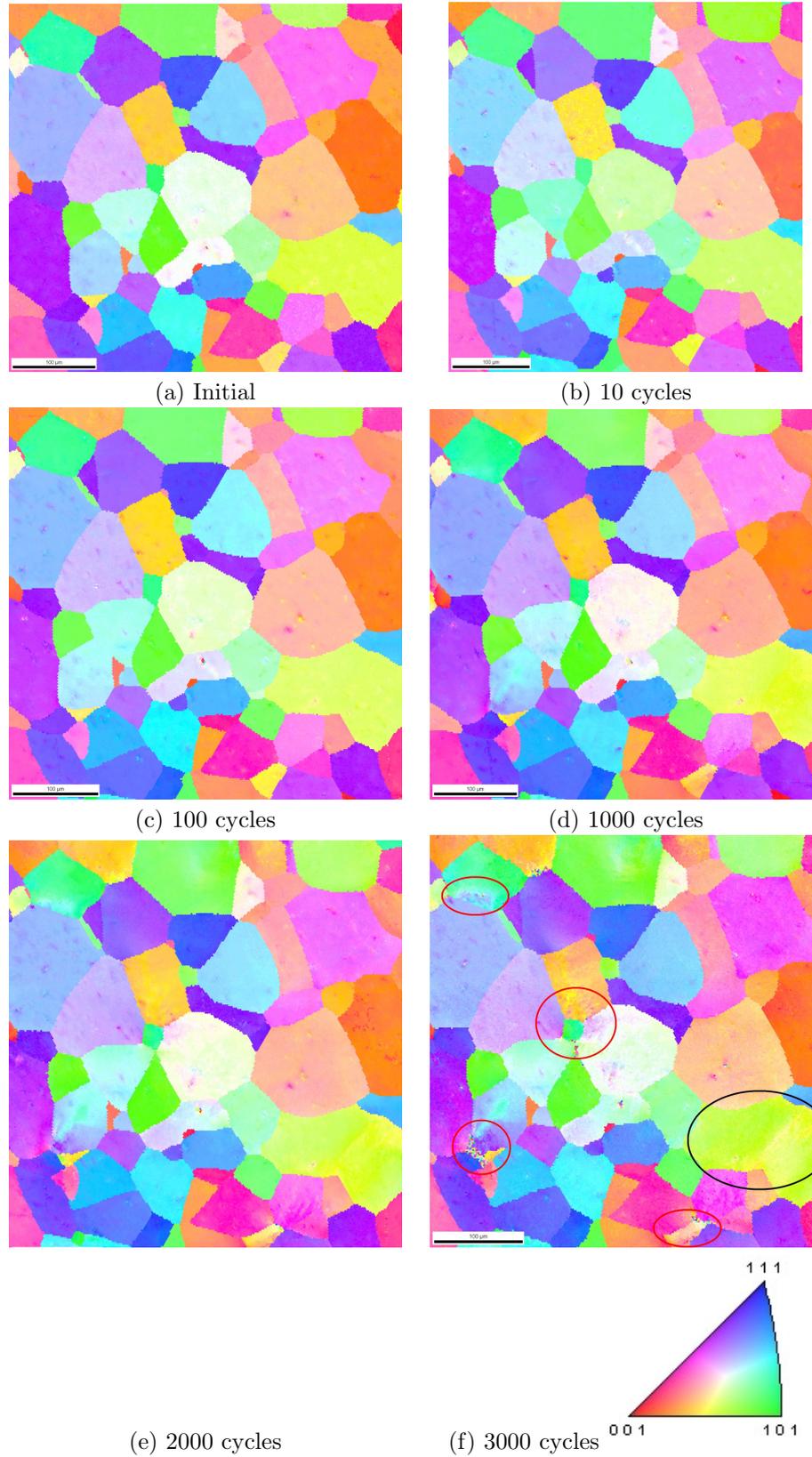


FIG. 4.3 – Évolution de l'orientation cristallographique de la zone d'intérêt (cf. figure 4.2 pour un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ ). La direction de sollicitation est horizontale.

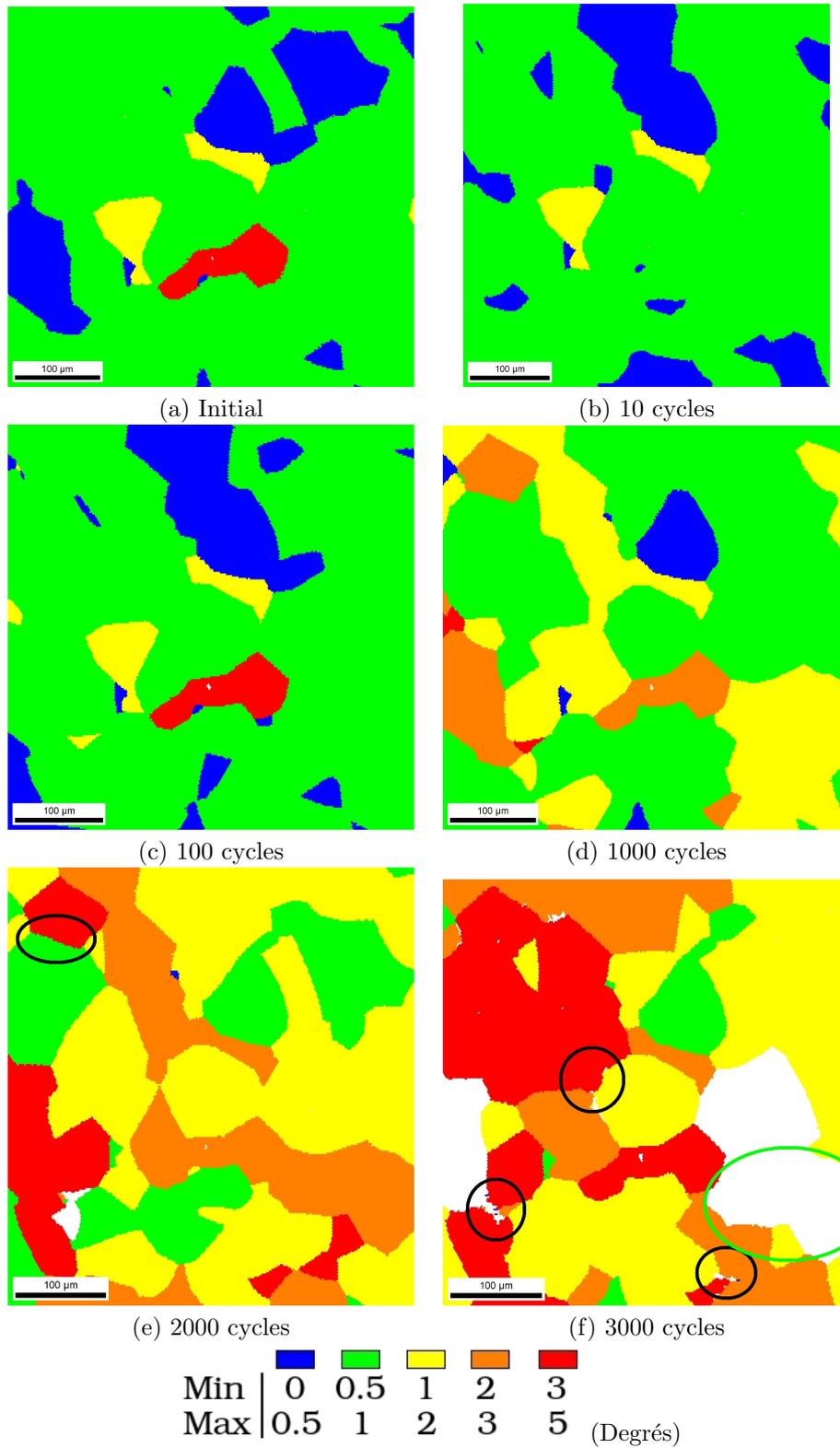


FIG. 4.4 – Distribution d'orientation des grains (GOS) de la zone d'intérêt pour un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La direction de sollicitation est horizontale.

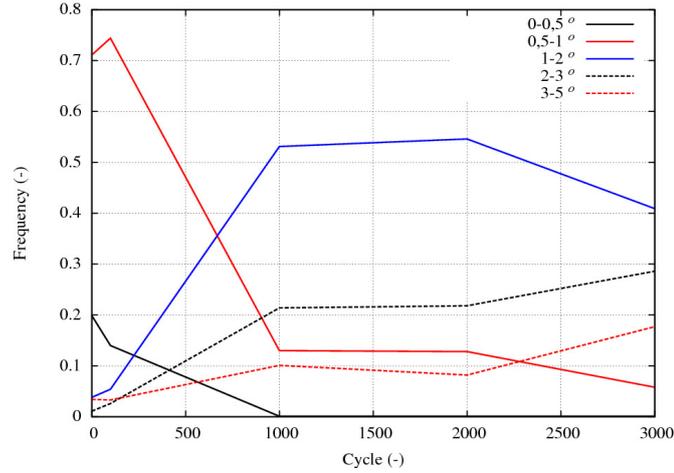


FIG. 4.5 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques de l'évolution du GOS à l'état initial, après 100, 1000, 2000 et 3000 cycles.

A partir de l'orientation  $g$  donnée dans l'équation 3.16 de deux points de mesure  $A$  et  $B$ , on peut ainsi construire la désorientation (notée  $\Delta g$ , en degrés) telle que :

$$\Delta g_{AB} = g_B \cdot g_A^{-1} \quad (4.2)$$

Ainsi, en considérant les  $i$  points de mesure voisins, on obtient :

$$\Delta g_K = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \Delta g_{Ai} \quad (4.3)$$

Le KAM représente la moyenne des désorientations entre le pixel analysé et ses proches voisins appartenant au même grain [Gee et al., 2009, Dzaszyk et al., 2010, Kerisit, 2012, Agbessi, 2013]. Le choix du nombre de kernels  $N$  considérés a également une importance sur les mesures [Dzaszyk et al., 2010]. En effet, une mesure au premier kernel permet d'avoir une mesure très locale, qui est plus sensible aux erreurs de détermination des orientations cristallines, tandis qu'une mesure considérant plusieurs points de mesure voisins diminue les contrastes de désorientation [Agbessi, 2013]. Dans cette étude, le KAM a été calculé à partir de troisième kernel.

Sur la figure 4.6, les zones identifiées précédemment sont de nouveau celles où l'activité est la plus intense (cercles rouges). La désorientation (et donc l'accumulation de déformation plastique) dans ces zones se fait progressivement quand le nombre de cycles augmente, et est essentiellement localisée aux points triplets et le long de joints de grains. Peu de grains présentent des désorientations intragranulaires importantes.

La zone le long d'un joint de grain en haut à gauche (entouré en rouge) est particulièrement intéressante, car les valeurs du KAM de part et d'autre du joint de grain sont très différentes. En effet, le grain au dessus du joint présente un KAM élevé (de l'ordre de  $2^\circ$  en moyenne), tandis que le grain inférieur présente un KAM proche de zéro. La forte hétérogénéité de déformation de part et d'autre d'un joint de grain peut conduire à un amorçage de fissure de fatigue [Dunne et al., 2007, Kamaya et al., 2006, Chen et al., 2007, Herrera et al., 2011]. Cette hétérogénéité est également bien rendue par le GOS (cf. figure 4.4). En effet, jusqu'à 2000 cycles, le grain supérieur est fortement désorienté en moyenne (plus de  $3^\circ$ ), tandis que le grain inférieur est faiblement désorienté ( $\text{GOS} < 1^\circ$ ).

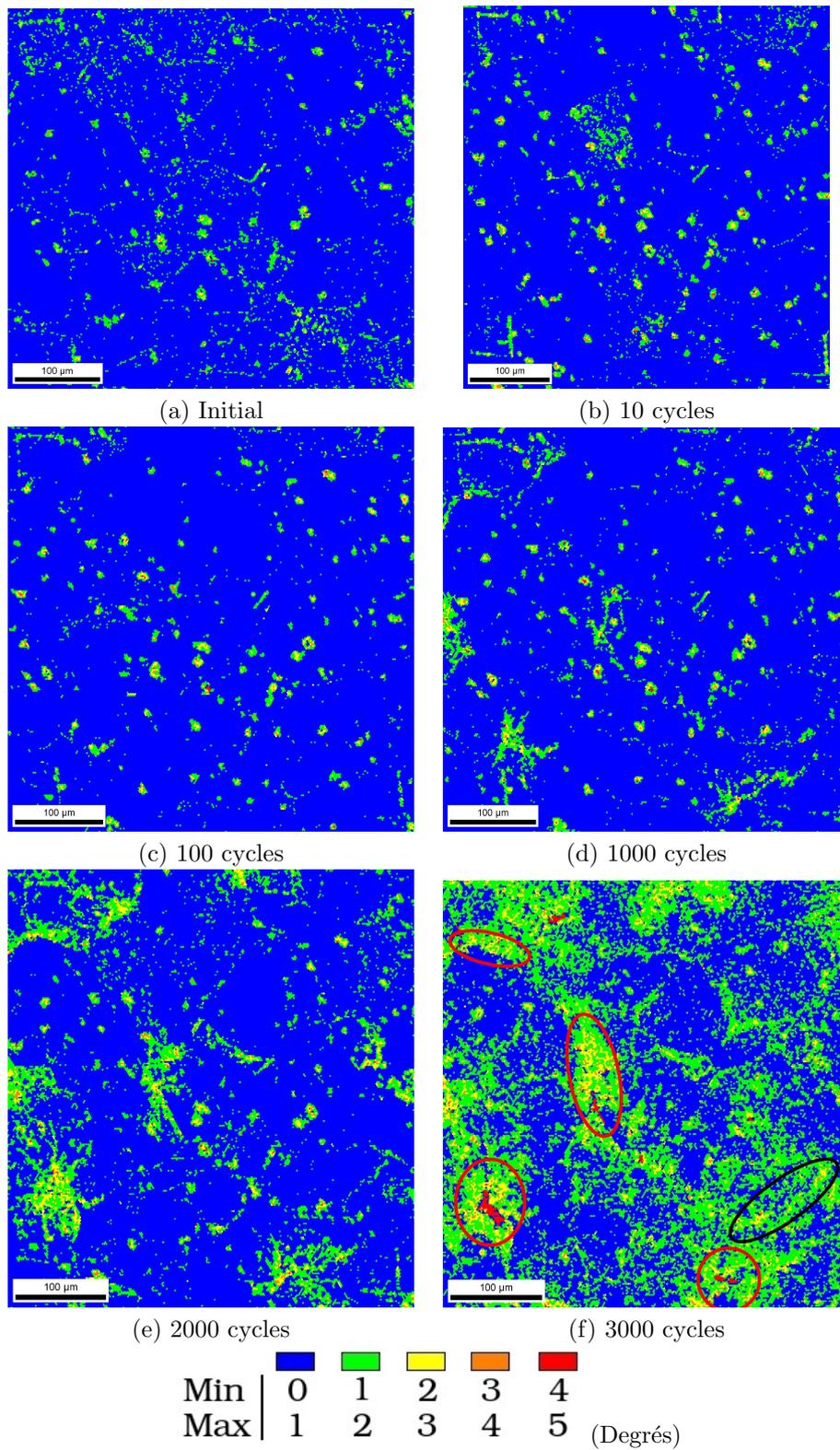


FIG. 4.6 – Évolution du KAM (Kernel Average Misorientation) de la zone d'intérêt pour un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ . La direction de sollicitation est horizontale.

La valeur du KAM autour du point triple en bas à gauche de la zone d'analyse (entouré en rouge) est également très importante, témoignant d'une forte augmentation de la déformation plastique dans cette zone, en bonne corrélation avec les informations obtenues par le calcul du GOS, où tous les grains adjacents au point triple présentent des désorientations moyennes importantes.

Le grain entouré en noir correspond au gros grain identifié précédemment. Il présente des désorientations locales assez faibles et relativement homogènes dans tout le grain. Cependant, il est possible de relever la bande intragranulaire détectée précédemment, présentant une désorientation locale de l'ordre de  $3^\circ$ .

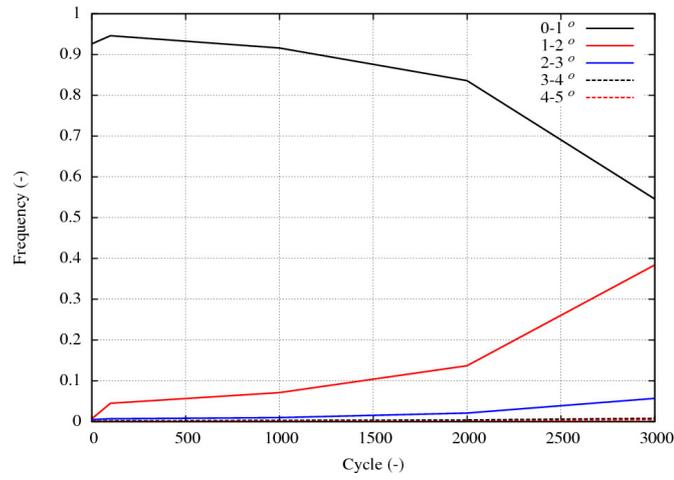


FIG. 4.7 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques de l'évolution du KAM à l'état initial, après 100, 1000, 2000 et 3000 cycles.

L'évolution du KAM à différents stades de déformation est reportée sur la figure 4.7. Globalement, le KAM évolue assez peu : on passe de quasi 90% de faibles désorientations, à 55% entre 0 et  $1^\circ$ , 40% entre 1 et  $2^\circ$  et 5% entre 2 et  $3^\circ$  après 3000 cycles. Ces valeurs sont en accord avec la littérature, où de faibles déformations macroscopiques induisent une faible évolution de la distribution du KAM [Badji et al., 2013]. Quand la déformation augmente, la distribution du KAM s'élargit et sa moyenne augmente, du fait de l'augmentation de la densité de dislocations, comme observé ici [Herrera et al., 2011]. Même pour de très grands niveaux de déformation, il a été montré que le KAM dépasse rarement  $3^\circ$  de moyenne [Herrera et al., 2011, Agbessi, 2013, Badji et al., 2013].

Pour une sollicitation en fatigue à déformation imposée, il n'est pas étonnant de relever de faibles variations des désorientations moyennes (GOS) et locales (KAM), mais ces variations témoignent d'une activité plastique intense [Agbessi, 2013, Badji et al., 2013]. Ainsi, en moyenne, chaque pixel est désorienté de moins de  $2^\circ$  par rapport à ses plus proches voisins, ce qui représente de faibles valeurs dans l'absolu, mais pointe en réalité des zones très fortement perturbées, accumulant beaucoup de déformation plastique.

La figure 4.8 montre que les orientations cristallographiques évoluent peu, du fait de la faible amplitude de déformation imposée. Les faibles rotations moyennes (GOS) et locales (KAM) par grain relevées ressortent donc peu, étalant les isovaleurs des orientations de quelques degrés autour des valeurs maximales. De plus, les valeurs d'intensité maximale de texture de la zone d'intérêt évoluent peu, passant de 5,5 à l'état initial à 5,9 au maximum.

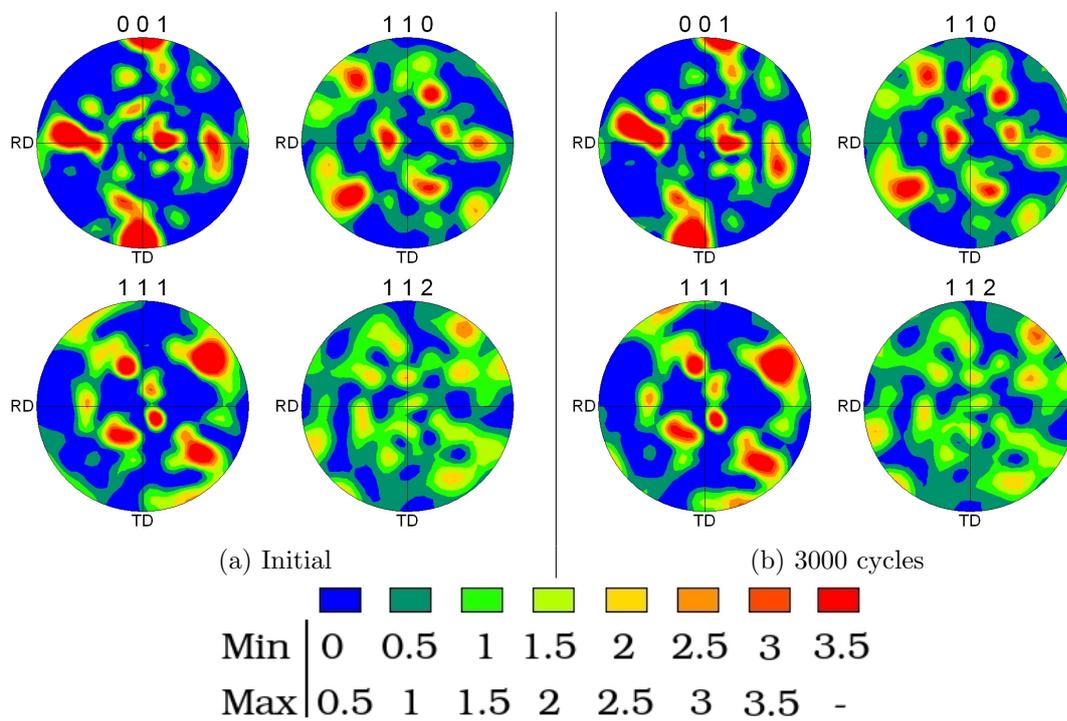


FIG. 4.8 – Évolution de la texture cristallographique de la zone d'intérêt (a) à l'état initial et (b) après 3000 cycles pour un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 4.1.5 Champs de déformation mesurés par corrélation d'images

L'utilisation des clichés issus des électrons rétrodiffusés permet d'utiliser les plots de nickel comme motif de base pour la corrélation d'images, comme présenté dans le chapitre précédent 3.3. Les champs de déformation de surface expérimentaux  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  à différents cycles sont présentés sur la figure 4.9. Ces champs de déformation ont été construits à partir du logiciel de corrélation d'images Vic-2D, en utilisant des images réalisées au microscope en récoltant les images obtenues par électrons rétrodiffusés avec une résolution de  $100 \text{ nm}/px$ , avec une taille d'imagette de  $100 \times 100$  pixels et un pas de 50 pixels.

Sur la figure 4.9, on note que les composantes de déformation  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  sont hétérogènes dès le 1000<sup>e</sup> cycle. La déformation s'établit à une échelle plus large que le grain, couvrant une région intergranulaire autour d'ilôts de grains moins déformés (en haut à gauche pour le cycle 3000 par exemple). Ces zones correspondent à celles identifiées au moyen de l'EBSD, du GOS et du KAM (cercles rouges). Les gradients de déformation présents dans ces zones sont particulièrement importants et montrent bien l'hétérogénéisation de la déformation à l'échelle locale.

Par ailleurs, le cisaillement  $\varepsilon_{12}$  s'intensifie progressivement dans ces mêmes régions. Sur la carte après 3000 cycles, on note un gradient important en haut à gauche (cercle rouge). Il témoigne ainsi du cisaillement présent au niveau de ce joint de grain, déjà souligné au travers des cartes fournies par le GOS (figure 4.4) et le KAM (figure 4.6).

Les zones identifiées par le cercle vert pour les trois composantes de déformation correspondent au grain présentant la désorientation de réseau importante. Cette rotation intragranulaire est effectivement associée à une déformation importante sur la composante  $\varepsilon_{22}$ , présentant un gradient qui s'intensifie progressivement à mesure que le nombre de cycles augmente.

Les niveaux de déformation mesurés, bien qu'empreints de fortes incertitudes, sont assez importants. Ainsi, la déformation maximale mesurée suivant les composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$  est de l'ordre de 5 %. Ces valeurs sont de l'ordre de celles déduites des désorientations issues du GOS (figure 4.4) et sont en accord avec des mesures de la littérature, où après 20 cycles à  $\pm 0,5\%$ , les déformations maximales sont de l'ordre de 2% [El Bartali et al., 2009].

### 4.1.6 Étude statistique des champs de déformation

L'étude statistique de la déformation de surface issue du logiciel de corrélation d'images est présentée sur la figure 4.10. Jusqu'au 2000<sup>e</sup> cycle, les distributions restent centrées autour de déformations nulles. Ensuite, la déformation devient de plus en plus hétérogène, quelle que soit la composante étudiée, avec les distributions qui s'élargissent.

Pour la composante  $\varepsilon_{22}$ , une tendance semble se dégager après 3000 cycles, où l'hétérogénéisation progressive fait ressortir une population de points de mesure dont la déformation moyenne est proche de 3 %. Ces zones fortement déformées correspondent aux grains qui apparaissent en rouge sur la figure 4.9. Ce sont également les zones identifiées au début comme présentant des joints de grains fortement déchaussés (cf. figure 4.3).

L'évolution des statistiques expérimentales est présentée sur la figure 4.11. Après 1000 cycles, les déformations maximales des trois composantes étudiées sont de 3%, avec des valeurs moyennes proches de zéro, ce qui est cohérent avec la sollicitation imposée de  $\pm 0,2\%$ .

Quand le nombre de cycle augmente, on observe que la valeur maximale de la composante  $\varepsilon_{22}$  augmente fortement pour atteindre 11% après 3000 cycles, avec une moyenne globale à 3 %. Les deux populations relevées sur le graphe 4.10 se retrouvent ici au travers d'un écart type

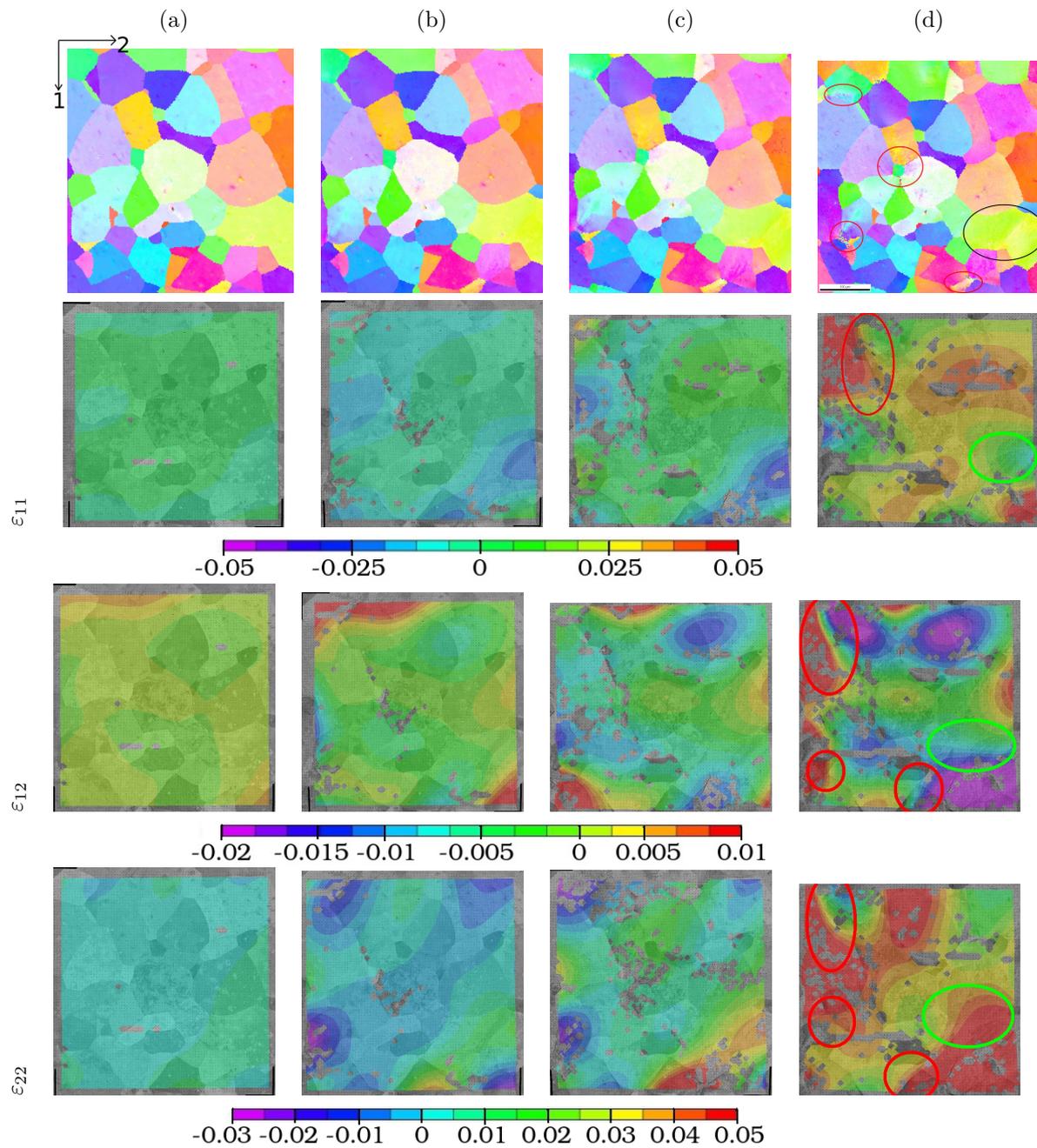


FIG. 4.9 – Évolution de la déformation locale pour un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) Déformation après 100 cycles, (b) 1000 cycles, (c) 2000 cycles et (d) 3000 cycles. Direction de sollicitation horizontale (direction 2).

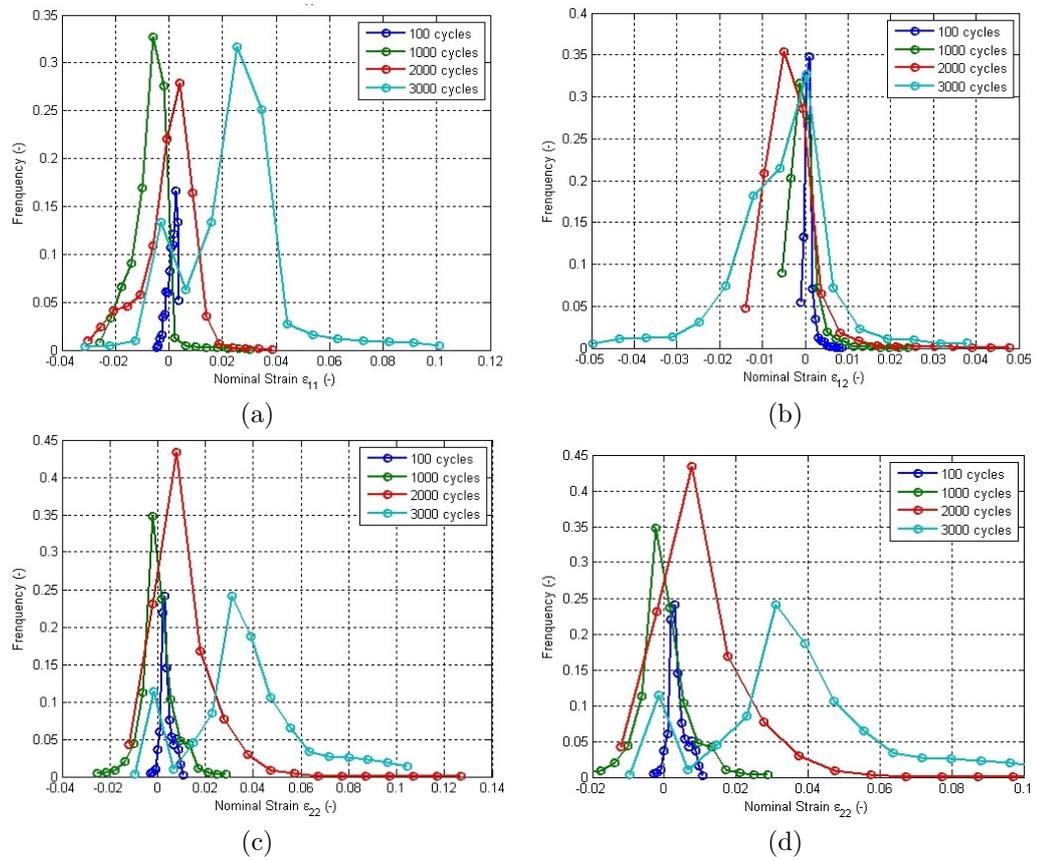


FIG. 4.10 – Histogramme de l'évolution de la déformation lors d'un essai de fatigue (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$ , (c)  $\varepsilon_{22}$  en surface, (d) zoom sur  $\varepsilon_{22}$ .

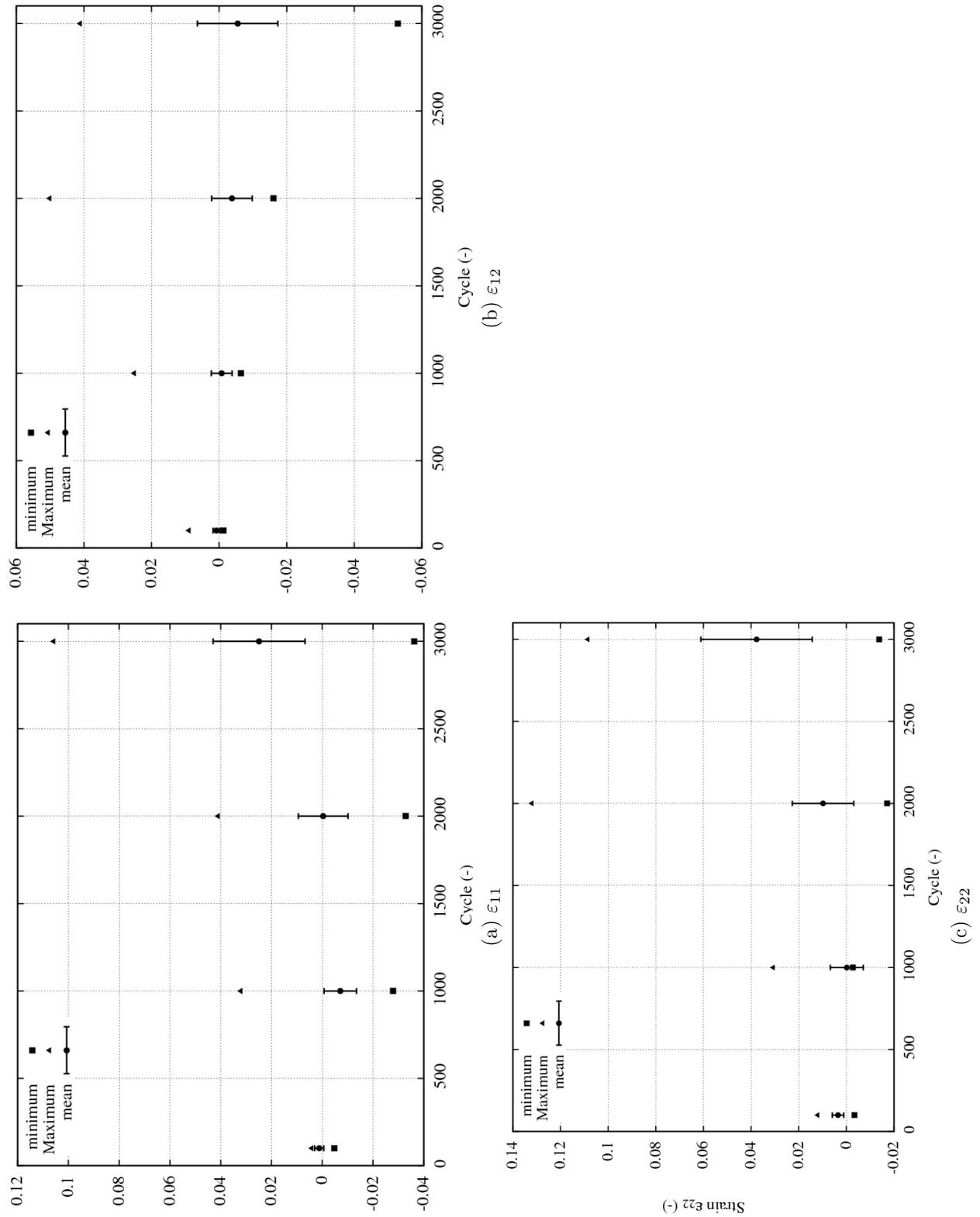


FIG. 4.11 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques pour l’essai cyclique à 100, 1000, 2000 et 3000 cycles. Les barres d’erreur correspondent à deux écarts type.

très important. De même, de grandes déformations positives sont relevées dans la direction  $\varepsilon_{11}$ , jusqu'à 11% avec une moyenne globale à 2,5 %. Enfin, les valeurs maximales de cisaillement sont également importantes, de l'ordre de 5 %. Cependant, la moyenne de cette composante évolue peu, bien que l'on relève de plus en plus de valeurs négatives à mesure que le nombre de cycles augmente.

Ces valeurs comportent de fortes incertitudes, mais sont cependant en accord avec la littérature, où des niveaux de déformation similaires ont été relevés [El Bartali et al., 2009]. Il se peut par exemple que les erreurs de mesures soient associées au relief important de la surface. D'autre part, les déformations locales maximales importantes sont également en accord avec la littérature, bien que pour des sollicitations différentes [Kuo et al., 2008, Clair, 2011, Clair et al., 2011].

## Conclusions

Au travers de cette première étude, les techniques utilisées ont permis de mettre en évidence l'intense activité plastique en surface lors d'un essai de fatigue interrompu, ainsi que sa forte hétérogénéité. Les images MEB couplées à celle obtenues par le détecteur EBSD ont ainsi permis de détecter certaines zones, notamment près de points triples et le long de joints de grains où la déformation est particulièrement intense et localisée, comme il avait été relevé dans le cas monotone dans le chapitre 3.

Les désorientations moyennes et locales des grains augmentent globalement avec le nombre de cycles, mais certaines zones ont été identifiées comme particulièrement actives, avec des rotations de réseau importantes. La corrélation d'images a également montré une forte hétérogénéité de déformation locale, en faisant ressortir les mêmes zones comme étant particulièrement actives, avec des déformations de surface assez importantes comparé à la déformation imposée.

## 4.2 Étude d'un agrégat semi-périodique soumis à une sollicitation cyclique

### Commentaires préliminaires

Dans cette partie, nous allons étudier le comportement cyclique d'un agrégat de 250 grains (constitué de 37600 éléments quadratiques et 110178 degrés de liberté) soumis à une sollicitation de fatigue de 1066 cycles à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . La loi de comportement ainsi que les paramètres utilisés sont ceux identifiés et rassemblés dans le tableau 3.1 dans le chapitre précédent. Les orientations cristallines des 250 grains ont été tirées aléatoirement. L'agrégat et les orientations sont les mêmes que dans le chapitre 3. Il s'agit d'un calcul rare ayant requis 250 Go de mémoire et duré plus de 11 mois.

Les conditions aux limites choisies sont telles que tous les nœuds de la face arrière sont bloqués suivant la troisième direction (épaisseur) et un nœud au centre de la face arrière est bloqué suivant les directions du plan. Des conditions de périodicité (cf. annexe B.1.3) sont imposées sur les faces latérales de l'agrégat, tandis que la surface est libre de toutes contraintes (pour plus de détails, se référer aux travaux de Guilhem [Guilhem, 2011]). La déformation moyenne de  $\pm 0,2\%$  imposée à l'élément périodique suivant la direction 2 (direction verticale sur toutes les cartes suivantes).

### 4.2.1 Réponse macroscopique de l'agrégat polycristallin soumis à un chargement cyclique

Les courbes macroscopiques issues de la simulation sont présentées sur la figure 4.12. Nous sommes bien dans le cas d'une traction-compression simple dans la direction 2. En effet, les niveaux de contraintes  $\langle \sigma_{11} \rangle$  et  $\langle \sigma_{12} \rangle$  sont inférieurs à 0,1 MPa, ordre de grandeur de la précision numérique des calculs.

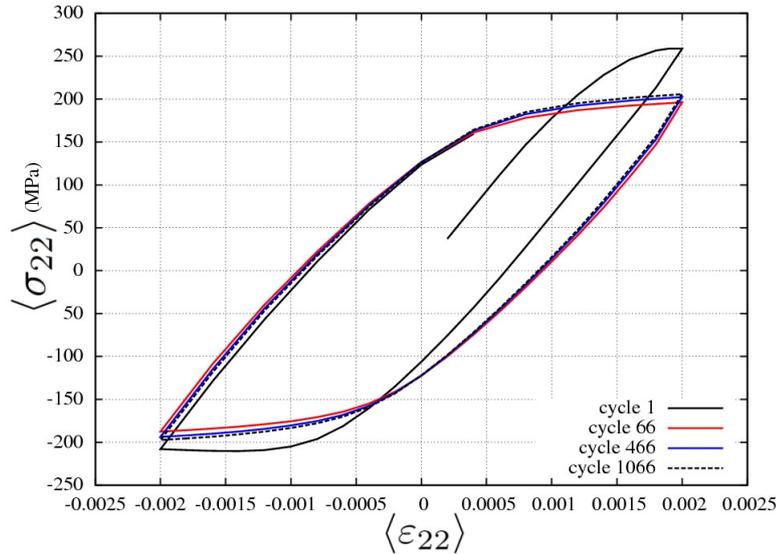


FIG. 4.12 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Présentation des courbes d'érouissage cyclique moyenne  $\langle \sigma_{22} \rangle = f(\langle \varepsilon_{22} \rangle)$ .

On observe lors du premier cycle le pic de traction, qui se poursuit lors de la première compression. En effet, lors de la première décharge, l'intégralité des grains constituant l'agrégat n'est pas encore désancrée, engendrant une "bosse" sur la courbe macroscopique lors de la première compression. Cette observation a été faite expérimentalement (cf. figure 2.3 dans le chapitre 2). D'autre part, le très faible érouissage isotrope identifié ne conduit pas à un érouissage cyclique marqué (moins de 10 MPa d'augmentation de la contrainte maximale entre les cycles 66 et 1066).

### 4.2.2 Étude des champs de déformation à la surface de l'agrégat

La simulation utilisant un agrégat avec des conditions de surface libre, il est possible d'étudier les champs de déformation en surface  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$ , tel que présenté sur la figure 4.13. **Toutes les images de la surface présentées dans ce chapitre ont été effectuées à charge nulle et  $\langle \varepsilon_{22} \rangle > 0$ , pour correspondre au mieux aux conditions expérimentales d'observation.**

Sur la figure 4.13, on relève que la déformation est globalement très hétérogène, avec certaines zones présentant des déformations importantes, tandis que d'autres sont moins sollicitées. D'autre part, beaucoup de zones de déformations intenses sont proches des joints de grains et des points triples; ainsi que des zones présentant de forts gradients de déformation de part et d'autre du joint de grain (cercles noirs sur la carte de la composante  $\varepsilon_{22}$ ).

Les autres composantes de la déformation  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{12}$  présentent également une forte hétérogénéité qui s'intensifie à mesure que le nombre de cycles augmente, avec de larges zones

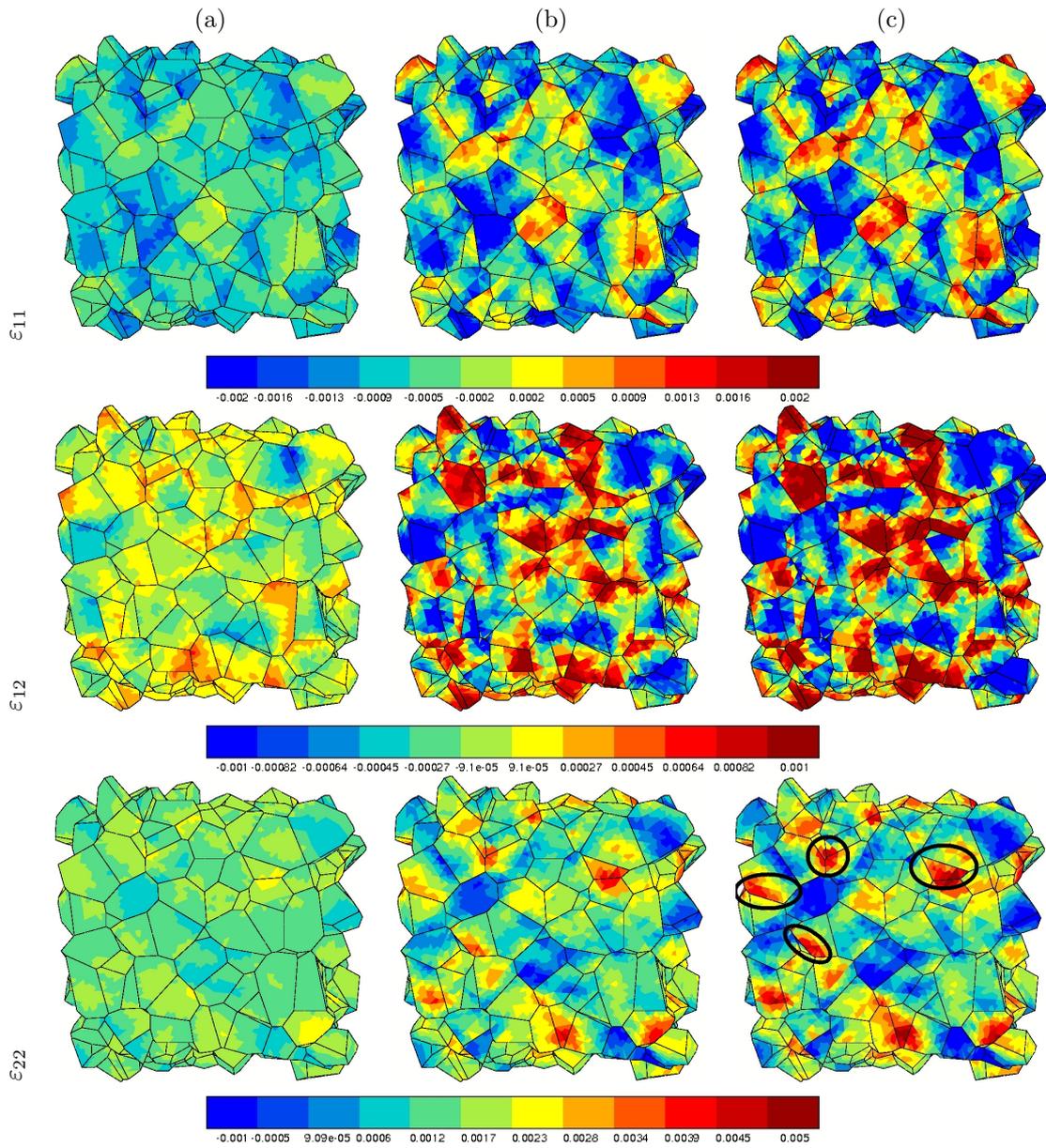


FIG. 4.13 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation de surface (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066. La direction de sollicitation correspond à la verticale.

intensément déformées tandis que d'autres adjacentes le sont moins. Cette hétérogénéité est induite à la fois par les orientations cristallines et par le terme de vieillissement, comme il a été démontré dans le chapitre 3.

### Étude statistique des champs de surface issus de la simulation

En se basant sur les valeurs de déformation en chaque nœud de la surface tel que présenté sur la figure 4.13, il est possible de réaliser une étude statistique de la déformation en surface de l'agrégat. L'analyse statistique de l'évolution de la déformation  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  pour les nœuds de surface aux cycles 66, 666 et 1066 est présentée sur la figure 4.14.

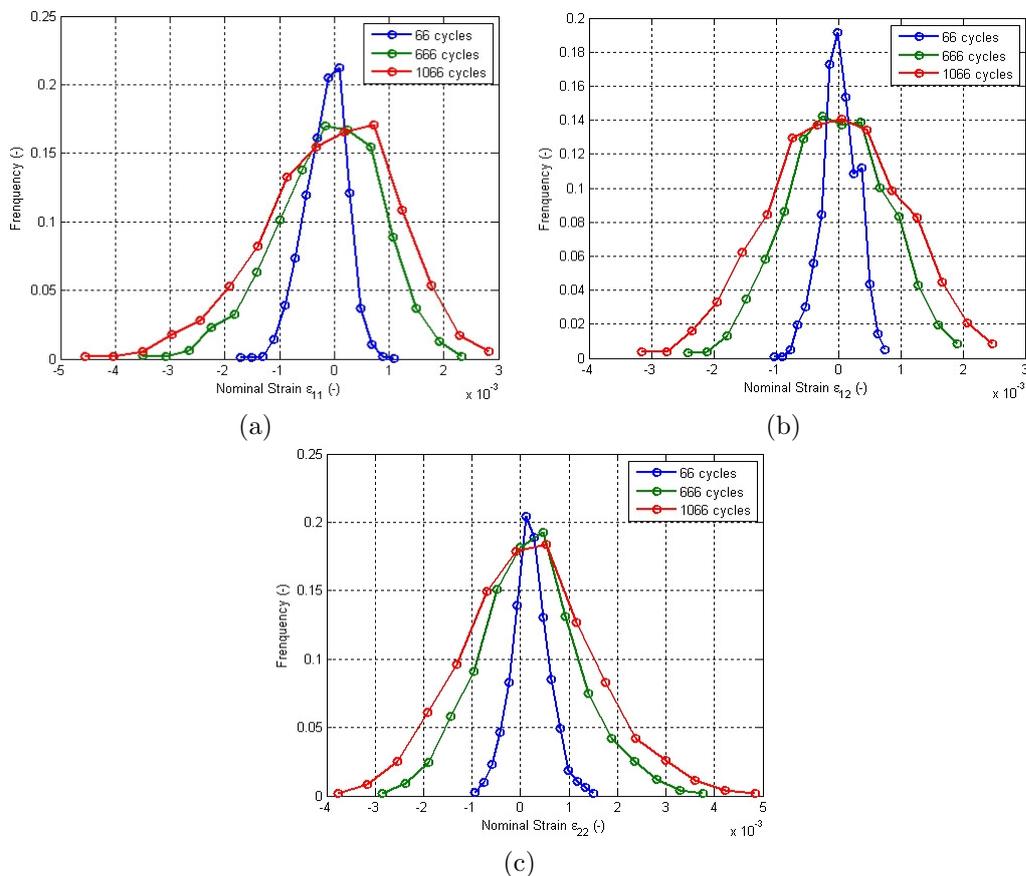


FIG. 4.14 – Histogramme de l'évolution de la déformation en surface lors de la simulation d'un essai de fatigue (a)  $\varepsilon_{11}$ , (b)  $\varepsilon_{12}$ , (c)  $\varepsilon_{22}$  en surface.

Quand le nombre de cycles augmente, la déformation de surface devient de plus en plus hétérogène, ce qui se traduit par un élargissement des histogrammes des trois composantes de déformation. La déformation imposée étant très faible, les déformations moyennes sont très proches de zéro.

L'étude des grandeurs statistiques caractéristiques issues de la déformation en surface de l'agrégat sont reportées sur la figure 4.15. L'hétérogénéisation progressive de la déformation ressort assez bien avec un écart type qui augmente progressivement, pour atteindre une valeur assez importante (de l'ordre de 0,1 %) pour le 1066<sup>e</sup> cycle. D'autre part, les valeurs maximales

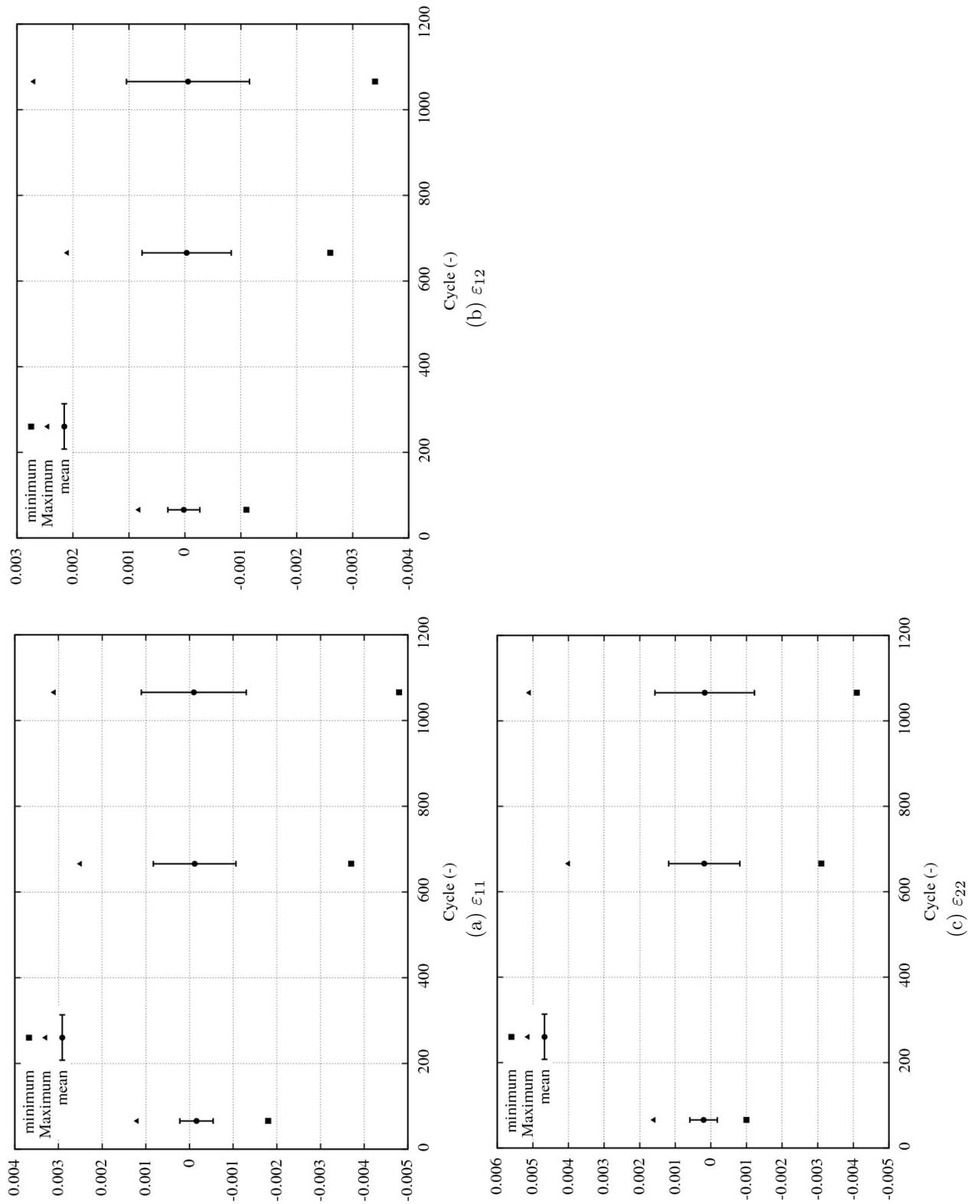


FIG. 4.15 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques de la simulation à 66, 666 et 1066 cycles. Les barres d'erreur correspondent à deux écarts type.

de déformation pour les composantes  $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$  sont de 0,5 % pour le 1066<sup>e</sup> cycle.

Les valeurs moyennes de la déformation  $\varepsilon_{22}$  varient très peu et sont légèrement positives, tandis que celles de la composante  $\varepsilon_{11}$  sont légèrement négatives. Dans tous les cas, les valeurs moyennes de déformation en surface atteintes restent très faibles, en accord avec les conditions aux limites appliquées et avec la représentativité de l'agrégat utilisé (VER).

### 4.2.3 Évolution de la déformation équivalente

Afin d'étudier en détail le comportement local de la surface de l'agrégat, certaines grandeurs d'intérêt ont été sélectionnées en complément des composantes de déformation étudiées précédemment. L'évolution de la déformation équivalente  $\sqrt{\frac{2}{3}}\tilde{\varepsilon}$ :  $\tilde{\varepsilon}$  est d'abord présentée sur la figure 4.16, retraçant son évolution au cours des cycles.

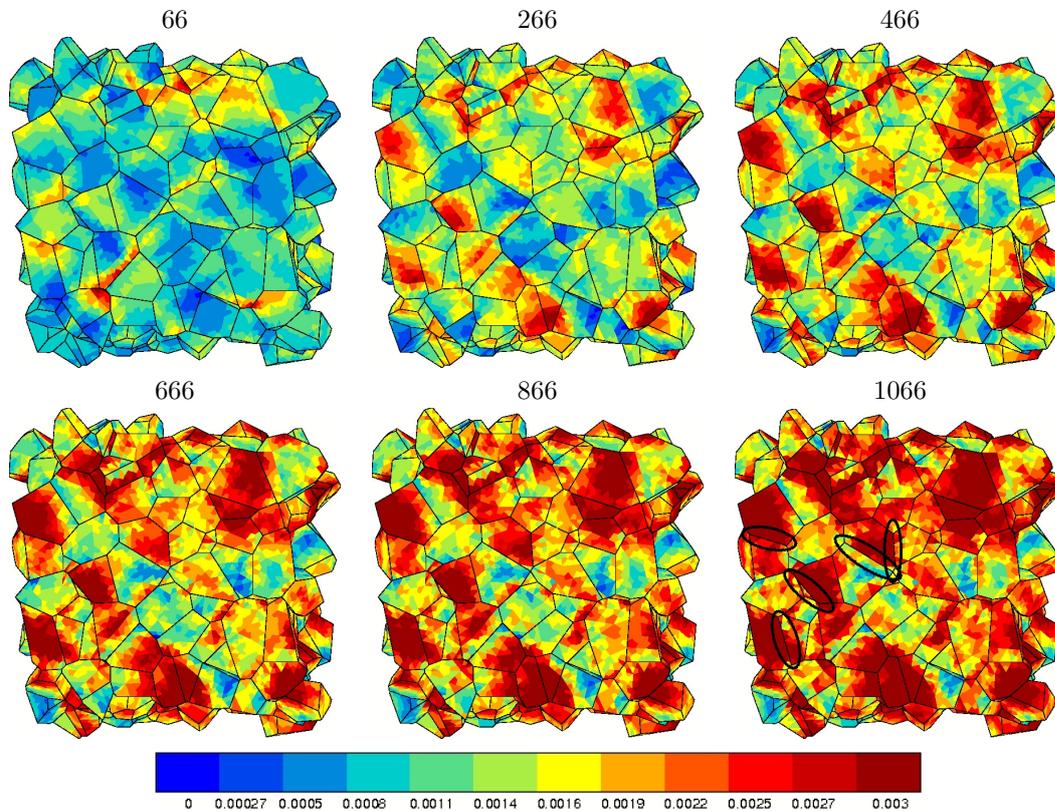


FIG. 4.16 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation équivalente  $\sqrt{\frac{2}{3}}\tilde{\varepsilon}$ :  $\tilde{\varepsilon}$  tous les 200 cycles.

Sur la figure 4.16, on relève que la déformation équivalente augmente progressivement dans certains grains. Il existe des zones de déformations plus intenses confinées dans certains grains, la déformation équivalente augmentant de manière hétérogène. Une étude plus locale sur certains nœuds est effectuée par la suite et permettra de quantifier et analyser cet aspect. En effet, quelques zones restent très peu déformées même après 1000 cycles, alors que la déformation se localise par ailleurs près de certains joints de grains (cercles noirs). Quand le nombre de cycles augmente, l'incrément de déformation plastique devient de plus en plus faible, mais ne s'annule pas pour autant, et l'hétérogénéité de déformation subsiste.

#### 4.2.4 Évolution du glissement total

Une autre grandeur d'intérêt a été sélectionnée, portant directement sur les systèmes de glissement  $s$  :  $\sum_s |\gamma^s|$ . Ainsi, on est à même de détecter les zones où le glissement est le plus actif sur la figure 4.17.

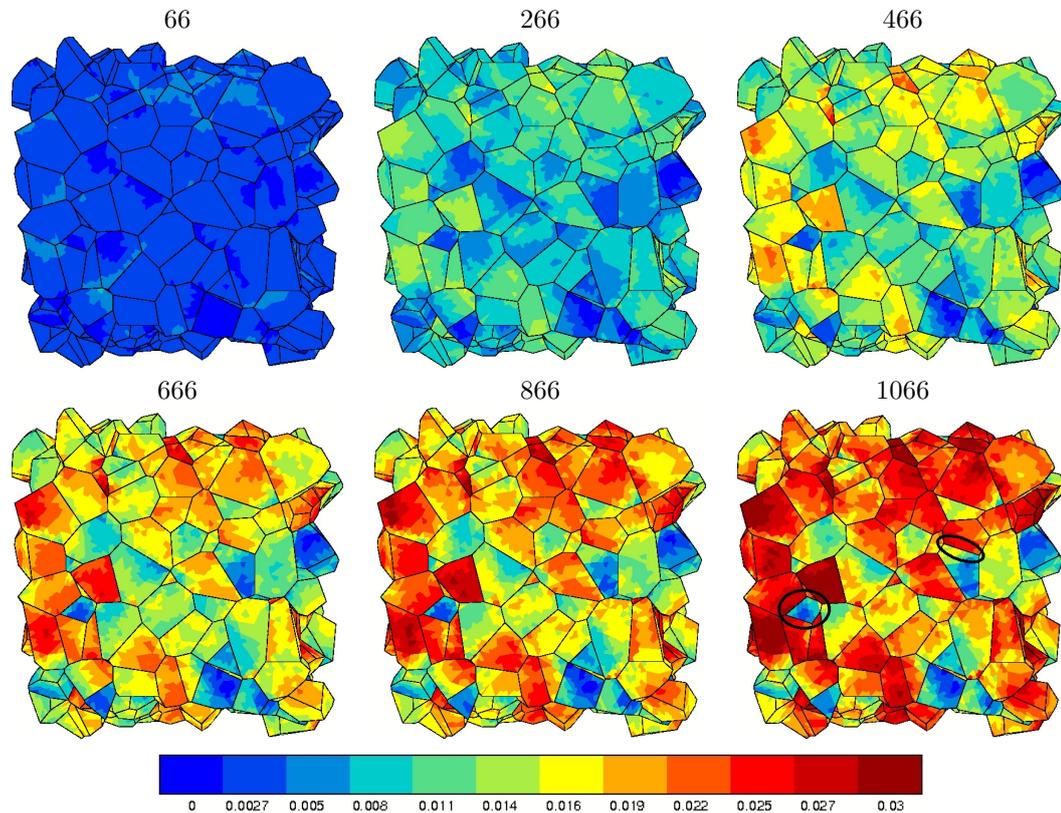


FIG. 4.17 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Évolution de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  tous les 200 cycles.

La figure 4.17 révèle que le glissement est également hétérogène. En effet, certains grains orientés de manière peu favorable ne sont quasiment pas déformés, même après 1000 cycles. D'autre part, on relève la présence d'une forte hétérogénéité dans certains grains, qui d'un côté peuvent être très actifs, et près d'un autre joint de grain quasiment inactifs (cercles noirs). Ces constats recourent ceux fait sur les clichés retraçant l'évolution de la topologie de surface (cf. figure 4.2).

À mesure que le nombre de cycles augmente, l'incrément de glissement entre les cycles est de moins en moins important mais reste positif. En revanche, le glissement demeure hétérogène tout au long de la simulation, et c'est bien l'intensification de l'hétérogénéité du glissement qui conduit progressivement à la ruine du matériau.

#### 4.2.5 Étude locale de certains nœuds

Comme nous l'avons vu, l'activité plastique n'est pas homogène à la surface de l'agrégat. Au cours des cycles, la déformation (et le glissement) augmentent progressivement dans certaines zones de l'agrégat. De ce fait, il est intéressant de sélectionner certains nœuds de la surface libre et d'en étudier le comportement local au cours du temps. Il va être également utile de comparer

leur comportement pour un cycle donné.

En se basant sur les observations précédentes en surface, 6 nœuds ont été arbitrairement choisis pour approfondir l'étude locale de l'agrégat pour un chargement cyclique (cf. figure 4.18). Parmi ces 6 nœuds, trois ont été sélectionnés dans des zones particulièrement actives (nœuds 1, 2 et 3), tandis que les trois autres ont été sélectionnés dans des zones où peu d'activité est relevée (nœuds 4, 5 et 6).

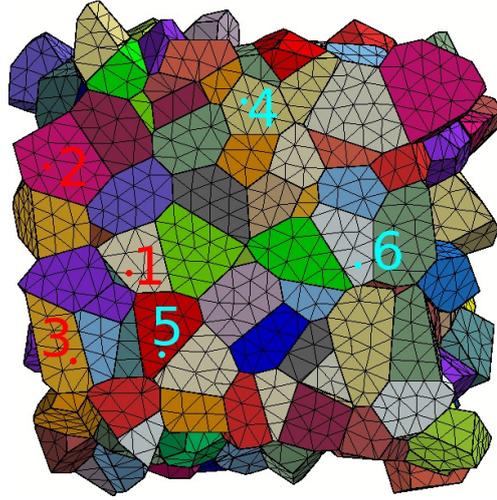


FIG. 4.18 – Choix des nœuds d'intérêt pour l'étude locale.

Il est possible d'extraire plusieurs variables en ces points particuliers, comme par exemple les courbes  $\sigma_{22} - \varepsilon_{22}$  à différents instants (cf. figure 4.19). Ces courbes sont à comparer avec celle de la courbe macroscopique  $\langle \sigma_{22} \rangle - \langle \varepsilon_{22} \rangle$  présentée sur la figure 4.12.

L'accumulation progressive de la déformation que l'on observe sur les courbes de la figure 4.19 est appelée effet ou phénomène de rochet. Il s'agit d'un mécanisme associé à la plasticité cyclique, au même titre que l'accommodation cyclique, correspondant à une stabilisation de la boucle d'hystérésis ou à l'adaptation qui correspond à une stabilisation élastique [Chaboche and Lemaitre, 2008].

Le phénomène de rochet (appelé “ratchetting” ou “cyclic creep” en anglais) se produit lorsque l'incrément de déformation plastique lors de la charge n'est pas contrebalancé par un incrément équivalent lors de la charge dans la direction opposée [Suresh, 1998]. Ce mécanisme apparaît en général lorsque la contrainte moyenne est non nulle (rochet positif si contrainte moyenne positive, rochet négatif si contrainte moyenne négative). Il est à la fois observé dans le cas de sollicitations uniaxiales et également pour des sollicitations multiaxiales telles que le contact [Bower and Johnson, 1989, McDowell, 1995, Zhang et al., 2009].

De nombreux modèles phénoménologiques ont été développés et comparés afin de modéliser le phénomène de rochet sous diverses conditions de chargements, basés sur l'introduction d'un (ou plusieurs) écrouissages cinématiques, linéaires ou non [Bower and Johnson, 1989, Abdel-Karim and Ohno, 2000, Bari and Hassan, 2000, Chaboche and Lemaitre, 2008]. Ces modèles sont plus ou moins à même de restituer le phénomène de rochet. Un écrouissage cinématique linéaire ne permet pas de générer d'accumulation de la déformation, tandis que les autres modèles tendent à surestimer cette accumulation de déformation.

Les deux familles de nœuds présentent des comportements assez similaires, mais des ten-

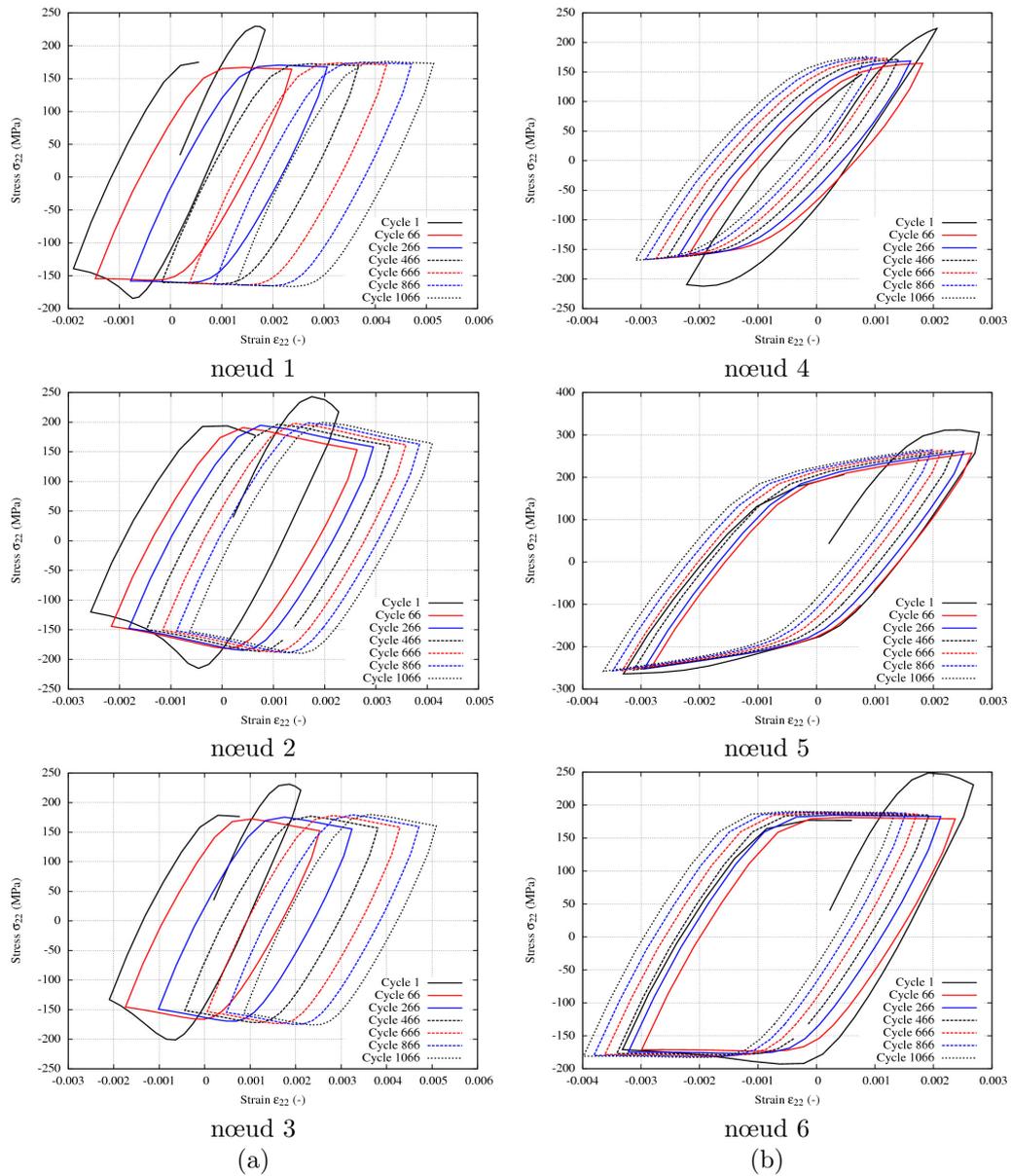


FIG. 4.19 – Courbes locales  $\sigma_{22}$  -  $\epsilon_{22}$  à différents cycles. (a) nœuds fortement déformés (nœuds 1,2,3), (b) nœuds faiblement déformés (nœuds 4,5,6).

dances différentes (cf. figure 4.19). En effet, les nœuds 1, 2 et 3, correspondant à des zones se déformant fortement, présentent une accumulation de la déformation positive. À l'inverse, les nœuds 4,5 et 6 présentent une accumulation de la déformation négative et plus lente.

Dans tous les cas, le pic de traction est présent lors de la première charge et est très marqué. Son amplitude est de l'ordre de 50 MPa pour tous les nœuds considérés. La première décharge ayant généralement lieu avant la fin du désancrage (chute de la contrainte associée au vieillissement), le pic de surcontrainte se prolonge également lors de la première compression. Cette observation avait été faite par ailleurs dans le cas du polycristal, notamment dans le chapitre 2 sur la figure 2.3.

Les niveaux de déformation  $\varepsilon_{22}$  atteints lors de la première décharge (correspondant à la consigne de déformation imposée  $\langle \varepsilon_{22} \rangle = 0,2\%$ ) sont assez disparates, variant de 0,18% pour le nœud 1 à quasiment 0,3 % pour le nœud 5. Ces différences de niveaux de déformation à l'échelle locale confirment le début de courbe peu linéaire associé au désancrage progressif des grains en fonction de leurs orientations cristallines sur la figure 3.1 dans le chapitre 3. Pour les nœuds 1, 2 et 3, la boucle d'hystérésis évolue peu, et la déformation moyenne augmente de manière constante pour atteindre des valeurs de l'ordre de  $\varepsilon_{22} = 0,3\%$  après 1066 cycles.

Si l'on compare les niveaux de contrainte  $\sigma_{22}$  atteints localement aux nœuds, on relève qu'ils sont plus faibles (aux environ de  $\pm 150$  MPa) que le niveau de contrainte macroscopique qui se situe à  $\pm 200$  MPa, sauf pour le nœud 5, où les niveaux de contraintes atteints sont de l'ordre de  $\pm 300$  MPa. Au cours des cycles, on note également un faible écrouissage isotrope, associé à une faible asymétrie de comportement entre traction et compression, avec une contrainte moyenne légèrement positive.

La figure 4.20 présente l'évolution de la contrainte locale  $\sigma_{11}$  en fonction de la déformation locale  $\varepsilon_{11}$  pour les six nœuds sélectionnés.

Il apparaît que le trajet de chargement est très différent pour le premier cycle, quel que soit le nœud considéré. L'amplitude de contrainte est très importante pour les nœuds fortement déformés au premier cycle à cause du mécanisme de désancrage. Si le désancrage n'est pas complet lors du premier quart de cycle, on relève également une surcontrainte lors de la première compression.

Ensuite, dès le 66<sup>e</sup> cycle, les boucles d'hystérésis évoluent peu, avec un phénomène de rochet négatif pour les nœuds "actifs", tandis qu'un phénomène de rochet faiblement positif ou nul (nœud 5) est observé pour les nœuds peu actifs.

La figure 4.21 présente une comparaison de la boucle d'hystérésis  $\sigma_{22} - \varepsilon_{22}$  pour les 6 nœuds à différents cycles de la simulation. Il est possible une nouvelle fois de distinguer les deux familles de nœuds. Au début de la simulation, les courbes sont globalement centrées autour d'une déformation moyenne nulle, puis les nœuds fortement déformés (1,2 et 3) voient le centre de leur domaine d'élasticité se traduire progressivement vers une déformation positive, tandis que les nœuds faiblement déformés prennent des valeurs légèrement négatives. Une nouvelle fois, on note que le niveau de contrainte du nœud 5 est beaucoup plus important quel que soit le cycle considéré.

La figure 4.22 présente une comparaison de la boucle d'hystérésis  $\varepsilon_{11} - \sigma_{11}$  pour les 6 nœuds à différents instants. Les différentes courbes présentent des tendances similaires à celles présentées sur la figure 4.21, avec un décalage progressif des boucles vers des déformations non nulles. En revanche, la boucle d'hystérésis du nœud 5 est complètement différente des autres, puisque sollicitée d'abord en compression.

Finalement, l'étude de l'évolution de la boucle d'hystérésis locale a permis de mettre en évi-

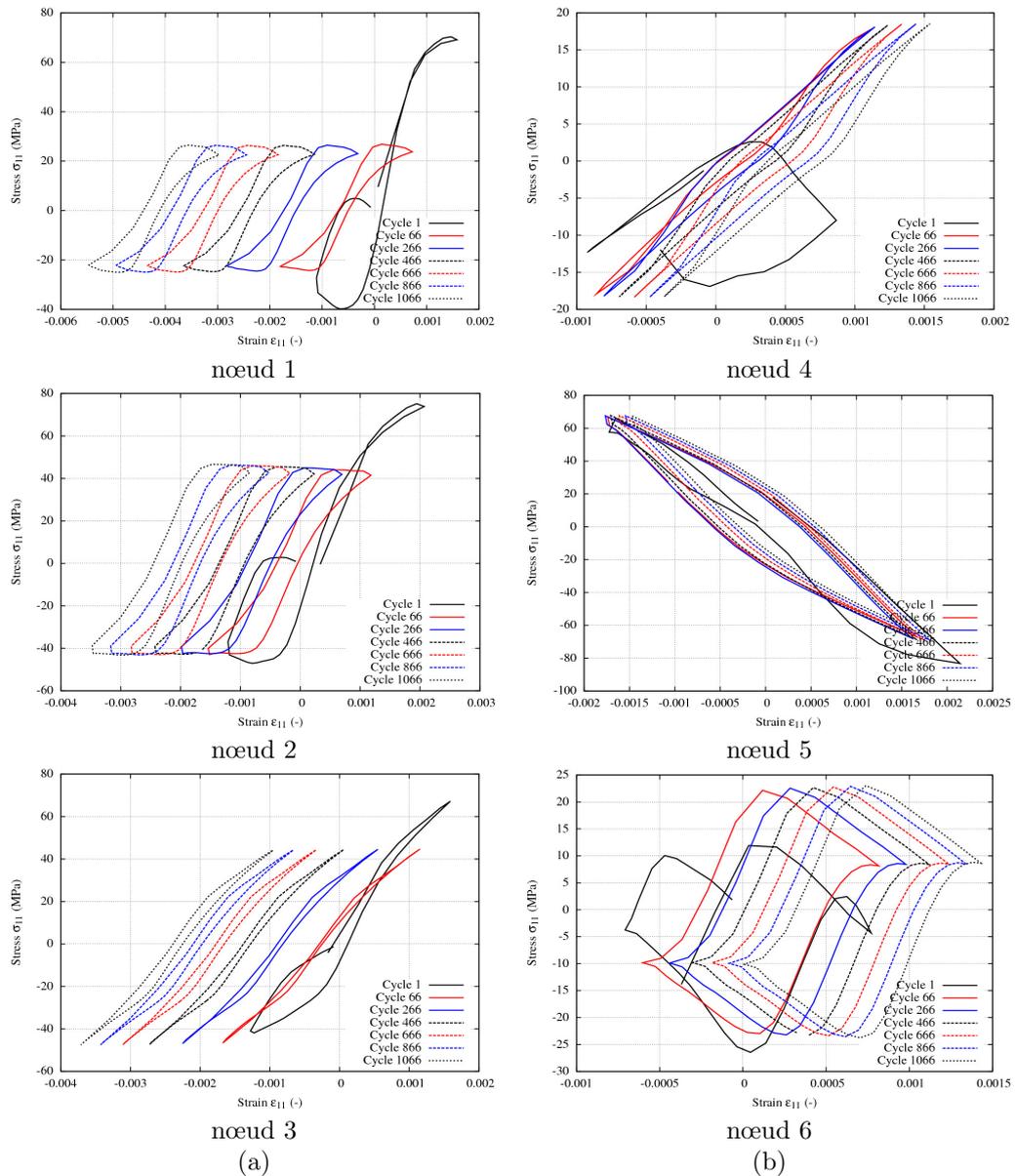


FIG. 4.20 – Courbes locales  $\sigma_{11} - \varepsilon_{11}$  à différents cycles. (a) nœuds fortement déformés (nœuds 1,2,3), (b) nœuds faiblement déformés (nœuds 4,5,6).

4.2. ÉTUDE D'UN AGRÉGAT SEMI-PÉRIODIQUE SOUMIS À UNE SOLLICITATION CYCLIQUE 161

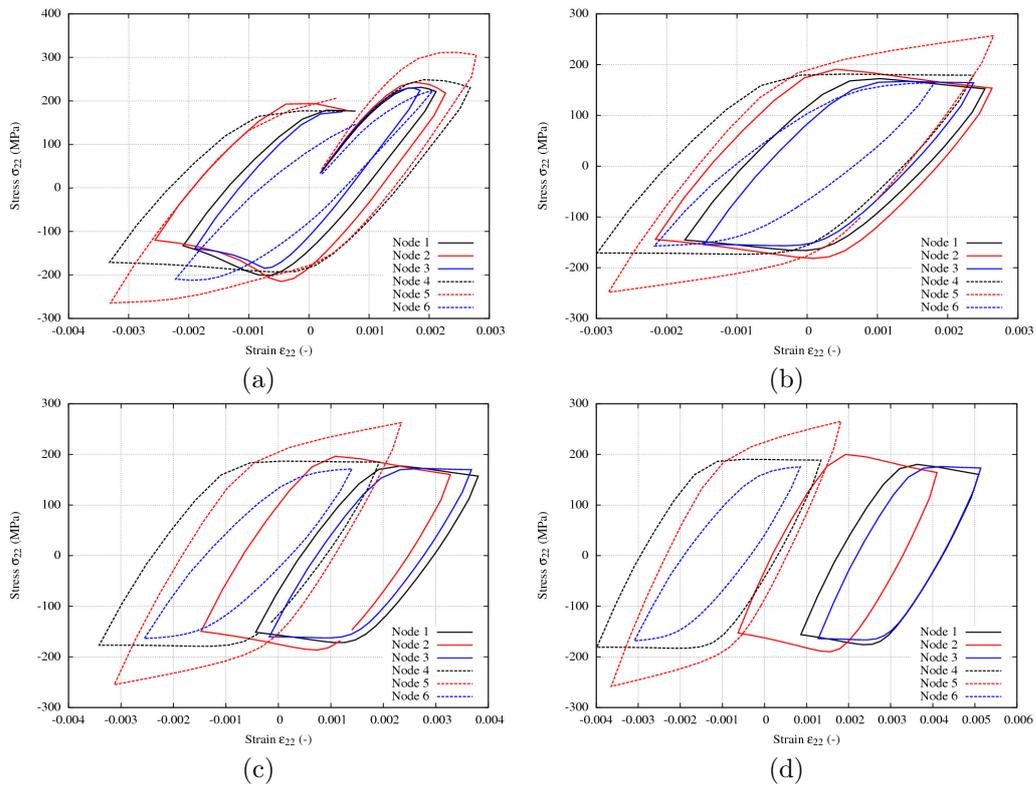


FIG. 4.21 – Courbes locales  $\sigma_{22} - \epsilon_{22}$  des 6 nœuds à différents cycles : (a) cycle 1, (b) cycle 66, (c) cycle 466, (d) cycle 1066.

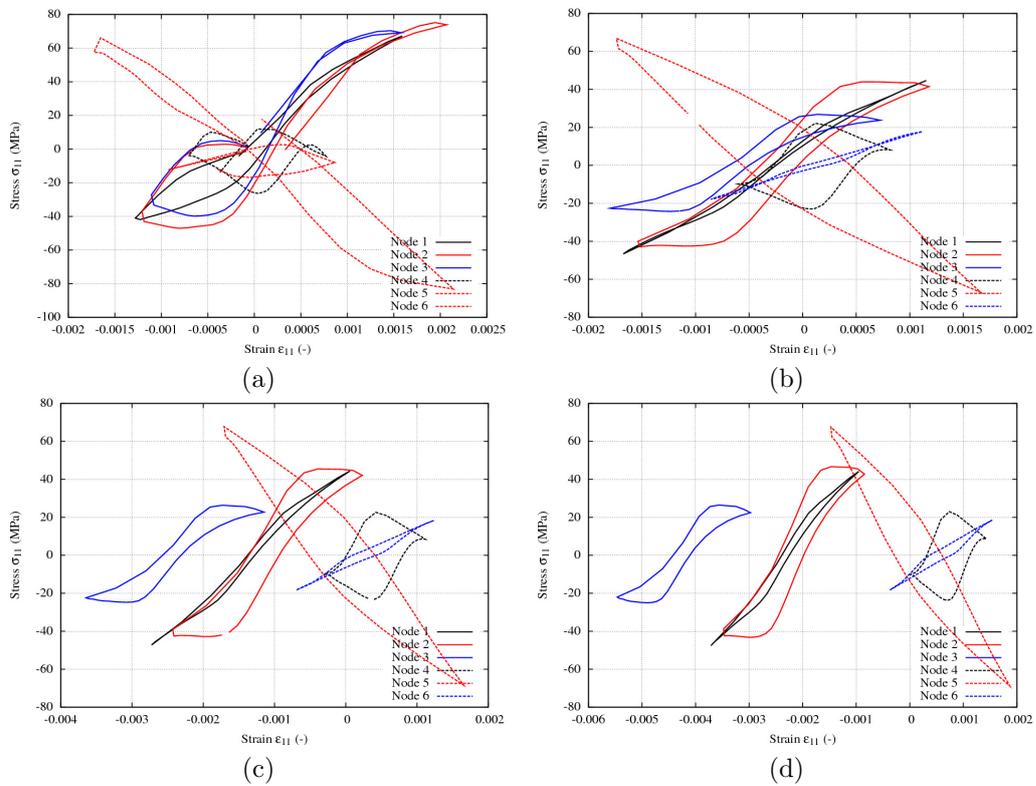


FIG. 4.22 – Courbes locales  $\sigma_{11} - \epsilon_{11}$  des 6 nœuds à différents cycles : (a) cycle 1, (b) cycle 66, (c) cycle 466, (d) cycle 1066.

dence divers phénomènes locaux. Tout d'abord au niveau de l'amplitude du pic, très différente en fonction de la zone étudiée. De plus, l'étalement du pic en déformation est très différent en fonction du nœud considéré. De ce fait, l'entrée en plasticité est hétérogène, certains grains révélant leur comportement adoucissant (lié au désancrage) avant d'autres.

De plus, du fait des différences d'orientations cristallines et de la direction de sollicitation par rapport au grain considéré, les allures des boucles d'hystérésis sont très différentes, bien que le comportement cyclique de chacun soit assez similaire.

En revanche, les niveaux de contrainte vus par les nœuds étudiés sont très différents et combinés à des niveaux de déformation très disparates peuvent conduire à la ruine locale du matériau. En effet, l'intense accumulation de la déformation plastique relevée notamment pour les nœuds 1 et 3 laisse présager un amorçage de fissure inéluctable.

#### 4.2.6 Étude du phénomène de rochet local

L'accumulation progressive de la déformation en surface lors de la simulation d'un essai de fatigue à faible niveau de déformation imposée est un paramètre important, car il a été démontré qu'il peut conduire à l'amorçage de fissures et finalement à la rupture du matériau [Suresh, 1998, Chaboche and Lemaitre, 2008, Zhang et al., 2009, Priester, 2011]. Une étude spécifique du phénomène de rochet local observé dans la partie précédente est présentée ici. Pour ce faire, un postprocessing spécifique a été utilisé, basé sur les travaux de Zhang *et al.* [Zhang et al., 2009].

Ainsi, on commence par définir l'incrément de déformation plastique de rochet  $(\Delta\varepsilon_{ij}^p)_{ratch}$  tel que :

$$(\Delta\varepsilon_{ij}^p)_{ratch} = \varepsilon_{ij}^p|_{end\ of\ the\ cycle} - \varepsilon_{ij}^p|_{start\ of\ the\ cycle} \quad (4.4)$$

Ensuite, à partir de l'équation 4.4 on définit l'incrément de déformation plastique de rochet effectif tel que :

$$\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p = \sqrt{\frac{2}{3}(\Delta\varepsilon_{ij}^p)_{ratch}(\Delta\varepsilon_{ij}^p)_{ratch}} \quad (4.5)$$

La quantité  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$ , soit l'incrément de déformation plastique associée au phénomène de rochet pour un cycle donné, a été calculée à différents cycles de la simulation, dont le champ de surface est reporté sur la figure 4.23, du 66<sup>e</sup> au 1066<sup>e</sup> cycle.

Au travers de la figure 4.23, il apparaît que l'incrément de déformation de rochet en surface pour un cycle donné est de moins en moins actif (attention aux échelles qui varient à chaque cycle présenté). Cependant, le phénomène de rochet reste hétérogène : il est plus actif dans certains grains, notamment près des joints de grains. Jusqu'à cycle 866, l'activité devient de plus en plus faible, mais reste toujours hétérogène et ne s'annule jamais : seules certaines zones présentent un rochet marqué par cycle, sinon tout le reste de l'agrégat présente des valeurs (quasi-) nulles. Enfin, pour le dernier cycle présenté, le phénomène de rochet est devenu plus diffus, associé à un incrément très faible (de l'ordre de  $5.10^{-6}$ ). Cependant, l'incrément de déformation plastique par cycle ne s'annule pas. Par conséquent, la déformation cumulée ne va cesser de croître et pourra alors être reliée à la durée de vie du matériau.

Comme précédemment, la figure 4.24 présente une comparaison de l'évolution de  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$  pour les 6 nœuds d'intérêt en fonction du nombre de cycles. On retrouve la distinction entre les deux familles de nœuds : ceux qui se déforment beaucoup (nœuds 1, 2 et 3) et ceux qui se déforment peu (4, 5 et 6).

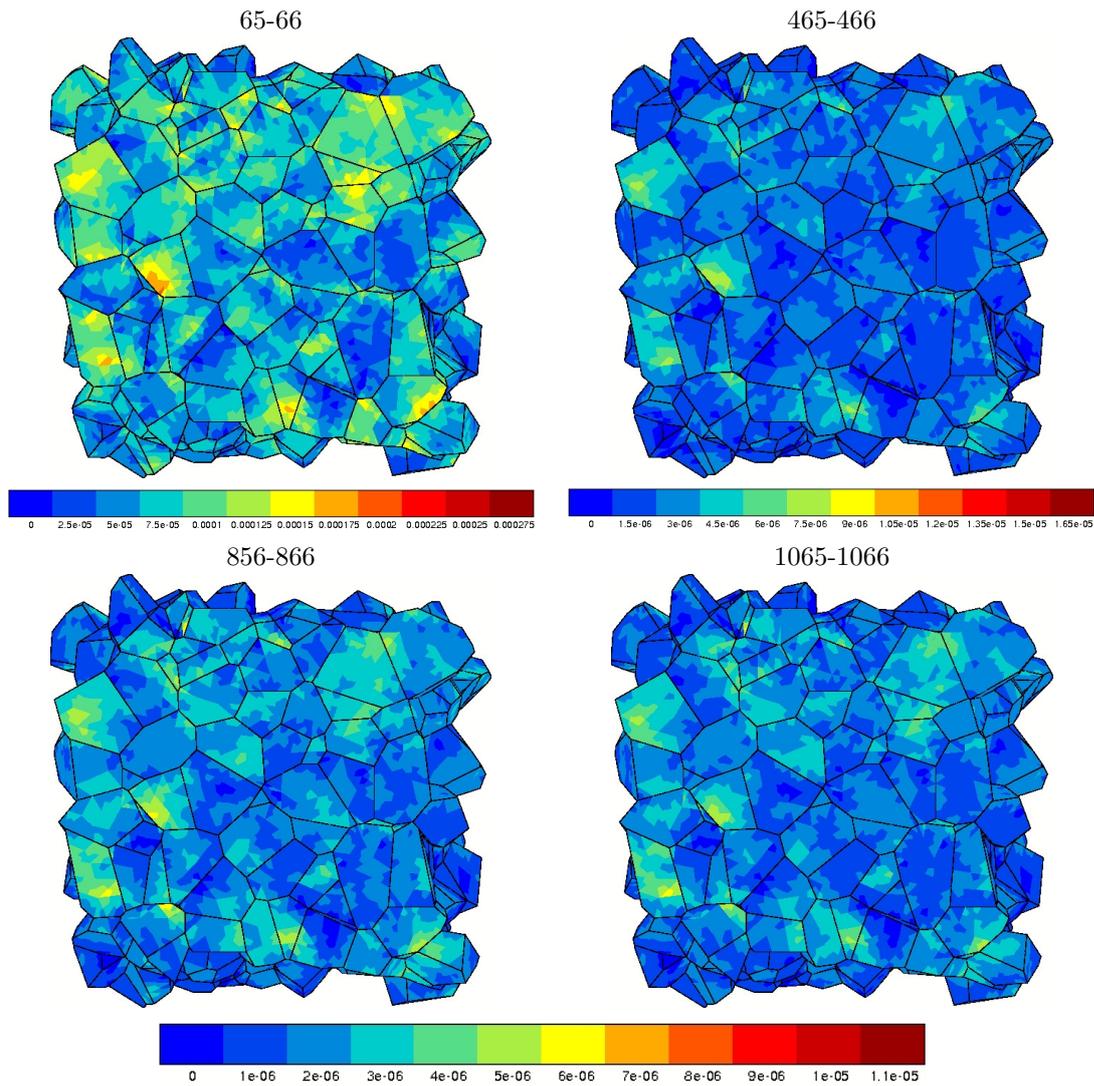


FIG. 4.23 – Incrément de déformation plastique associée au phénomène de rochet  $\Delta \varepsilon_{ratch,eff}^p$  aux cycles 66, 466, 866 et 1066.

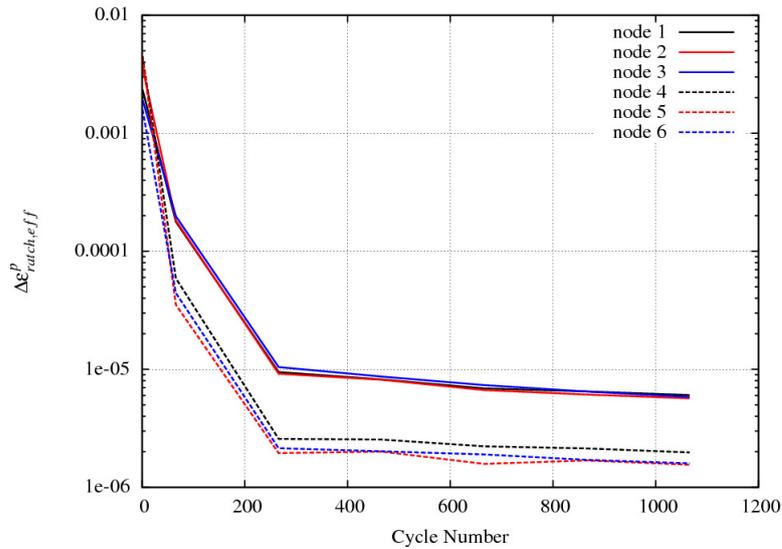


FIG. 4.24 – Evolution de l’incrément de déformation plastique associée au phénomène de rochet  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$  pour les 6 nœuds d’étude.

En effet, les trois nœuds où la déformation est intense ont un incrément de rochet qui se stabilise à une valeur d’environ  $6.10^{-6}$  par cycle, tandis que les zones se déformant faiblement ont un incrément de déformation par cycle de l’ordre de  $2.10^{-6}$  après 1000 cycles. Ensuite, l’évolution est linéaire, permettant ainsi d’extrapoler vers de grands nombres de cycles. D’après cette figure, il semble par ailleurs qu’un calcul de 300 cycles suffise pour pouvoir déduire les tendances à rupture avec un critère basé sur l’incrément local de déformation plastique associée au phénomène de rochet.

Finalement, l’accumulation de la déformation plastique en surface associée au phénomène de rochet apparaît bien dans les zones où la déformation plastique équivalente et la somme des glissements ont été détectées comme élevées. Cette déformation est importante au début de la simulation, puis tend rapidement vers une valeur constante positive. Cependant, le phénomène de rochet conduit à des déformations locales très importantes. Ainsi, l’incrément de déformation plastique par cycle  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$  est un bon indicateur pour discriminer les zones où la déformation va continuer d’augmenter. Ce sont ces zones qui accumulent de la déformation qui vont progressivement conduire à l’amorçage d’une fissure de fatigue.

#### 4.2.7 Comparaison des champs de surface avec la réponse dans le volume

##### Introduction

Les études présentées jusqu’alors ont été focalisées sur l’évolution de différentes variables à la surface libre de l’agrégat. La simulation polycristalline tridimensionnelle a pour avantage de permettre non seulement une analyse en surface *a posteriori*, mais également d’avoir accès aux variables étudiées à l’intérieur de la matière, chose impossible expérimentalement sans détruire l’échantillon.

Dans cette partie, une comparaison entre les champs des différentes variables étudiées précédemment en surface avec les mêmes champs tracés à mi-épaisseur de l’agrégat aux mêmes instants sont présentées.

## Composantes du tenseur de déformation

L'étude des champs de déformation des variables  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{22}$  en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur pour l'essai simulé est présentée sur les figures 4.25, 4.26 et 4.27.

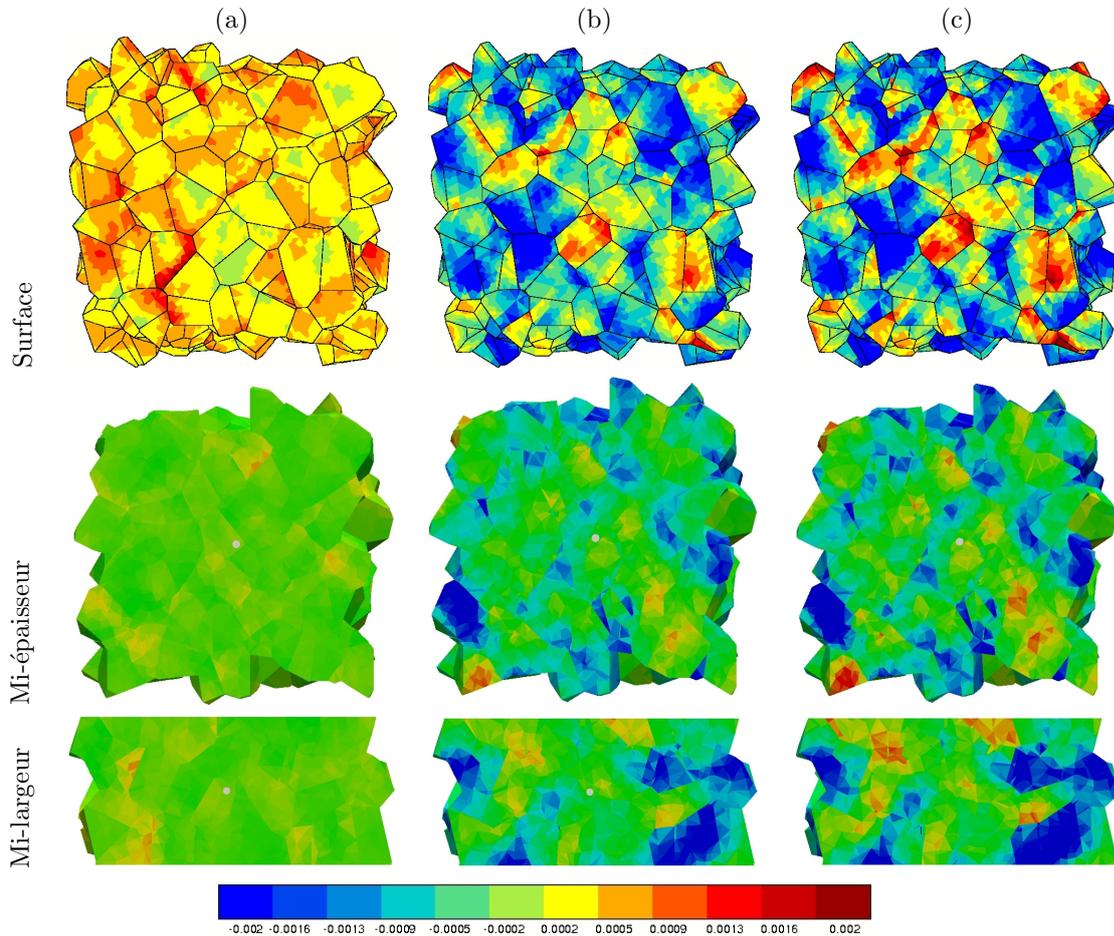


FIG. 4.25 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation  $\varepsilon_{11}$  (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066 en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur (la surface libre est en haut). La direction de sollicitation correspond à la verticale pour les deux premières lignes.

Sur les figures 4.25, 4.26 et 4.27, les composantes de déformation locales sont à la fois plus hétérogènes et plus intenses en surface. En effet, bien que les valeurs aient été interpolées pour la vue à mi-épaisseur, il semble que les composantes de la déformation y soient plus homogènes, et prennent des valeurs plus proches de zéro. Ce résultat est en accord avec la littérature, dans le sens où l'activité plastique est plus intense en surface du fait des conditions de surface libre [Guilhem, 2011, Keller. et al., 2012, Agbessi, 2013, Guilhem et al., 2013].

Les vues à mi-largeur (la surface libre étant en haut), permettent de constater que l'hétérogénéisation de la déformation au cours de cycles se produit dans l'ensemble de l'agrégat, bien qu'il n'y ait que 4 grains dans l'épaisseur.

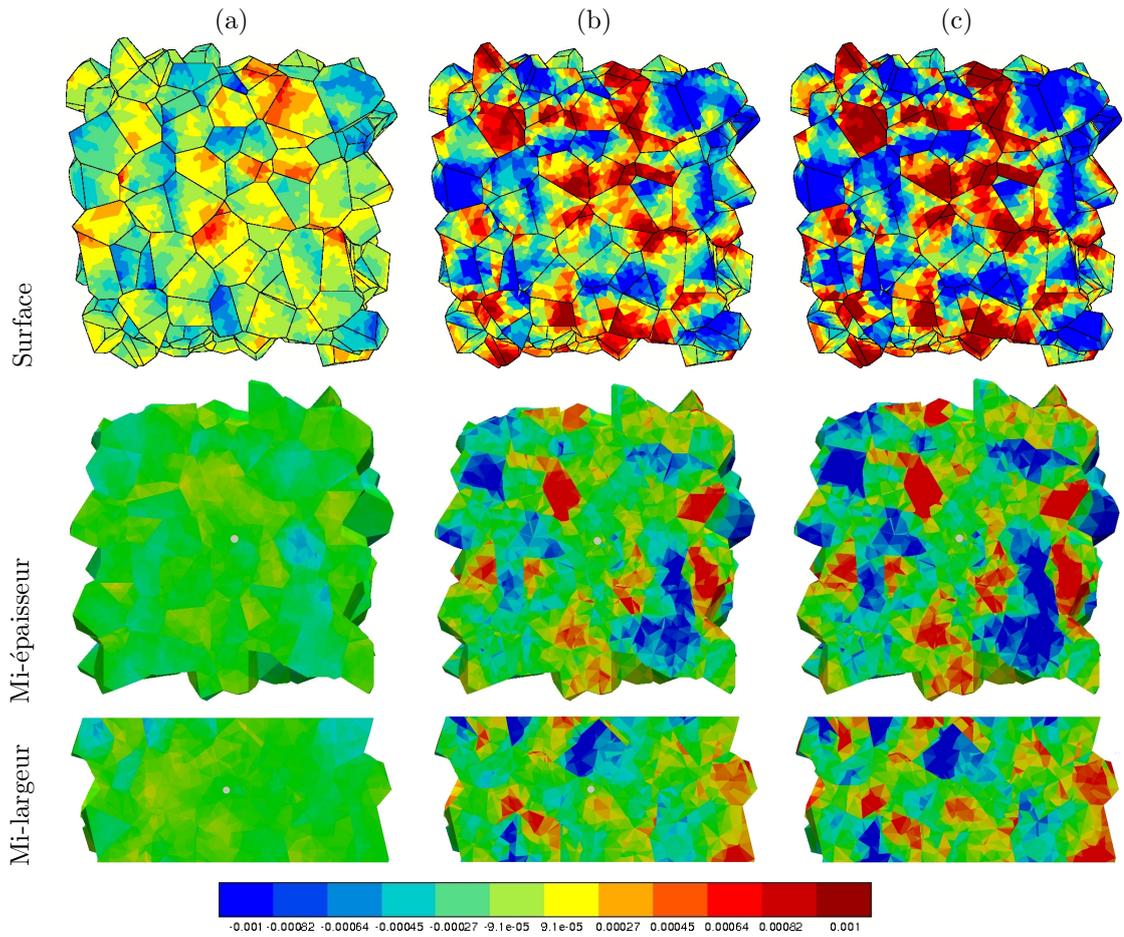


FIG. 4.26 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation  $\varepsilon_{12}$  (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066 en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur (la surface libre est en haut). La direction de sollicitation correspond à la verticale pour les deux premières lignes.

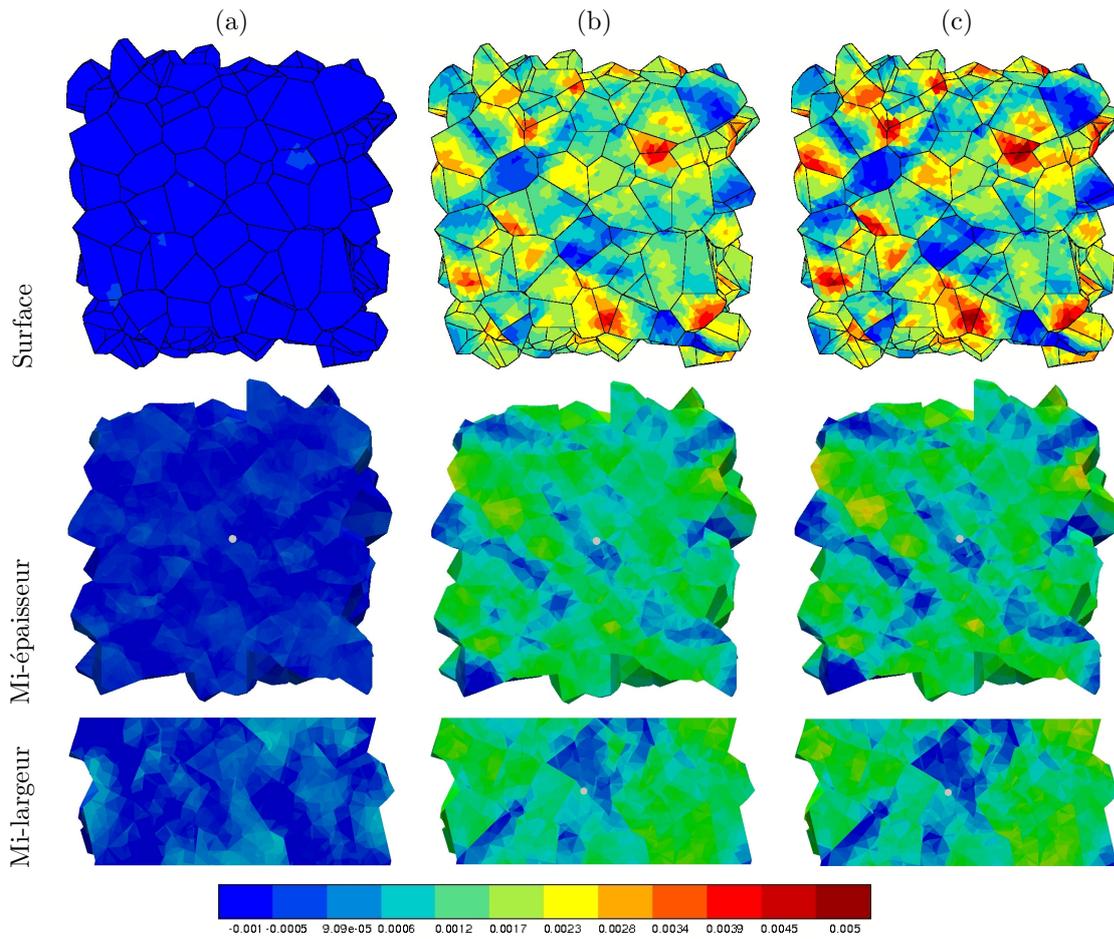


FIG. 4.27 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation  $\varepsilon_{22}$  (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066 en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur (la surface libre est en haut). La direction de sollicitation correspond à la verticale pour les deux premières lignes.

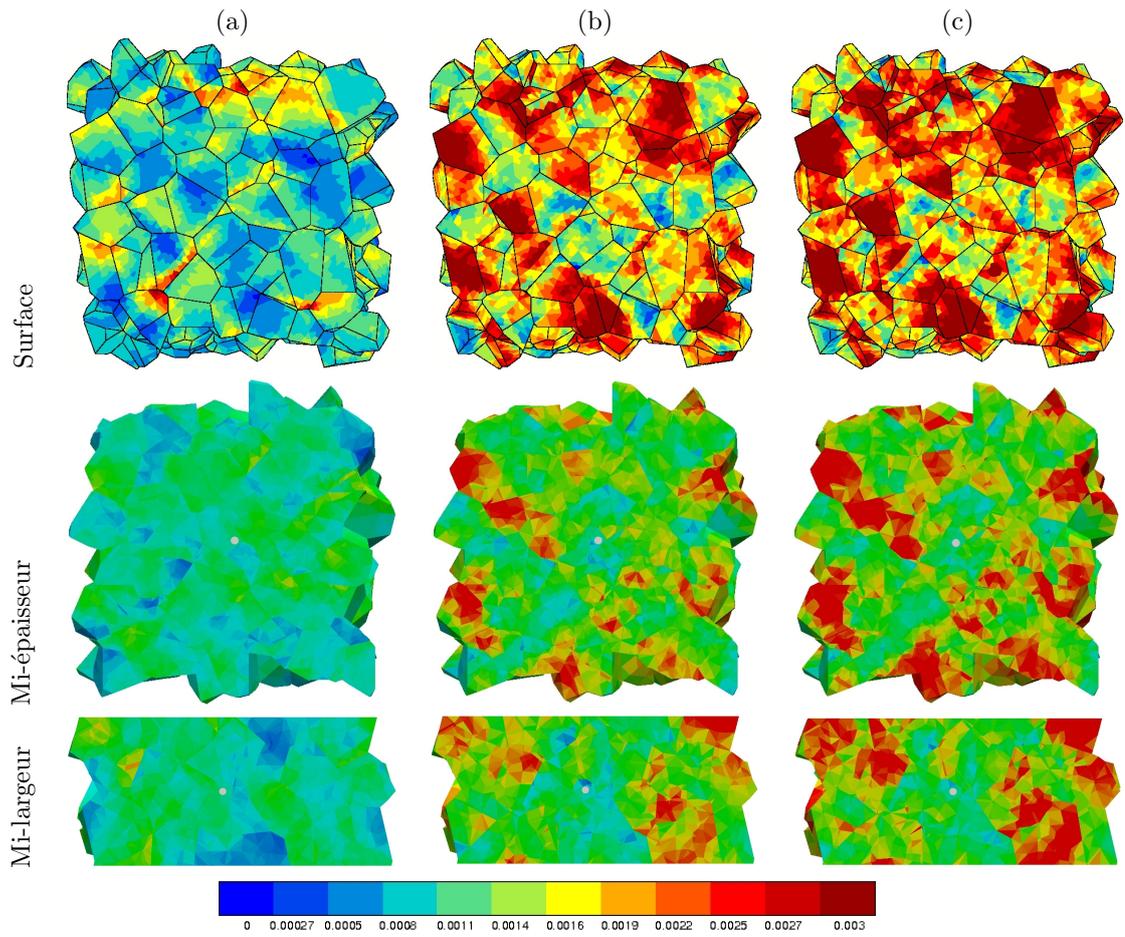


FIG. 4.28 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Evolution de la déformation équivalente  $\sqrt{\frac{2}{3}}\bar{\varepsilon}$ :  $\bar{\varepsilon}$  (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066 en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur (la surface libre est en haut). La direction de sollicitation correspond à la verticale pour les deux premières lignes.

### Déformation plastique équivalente

La comparaison des champs de déformation équivalente en surface et à mi-épaisseur sur la figure 4.28 permet de constater de nouveau que la plasticité est à la fois plus intense et plus hétérogène en surface qu'à mi-épaisseur. Cependant, la déformation équivalente n'augmente pas de manière homogène au cours de cycles. Les vues à mi-largeur (la surface libre étant en haut) montrent que la déformation équivalente est hétérogène.

### Somme des glissements

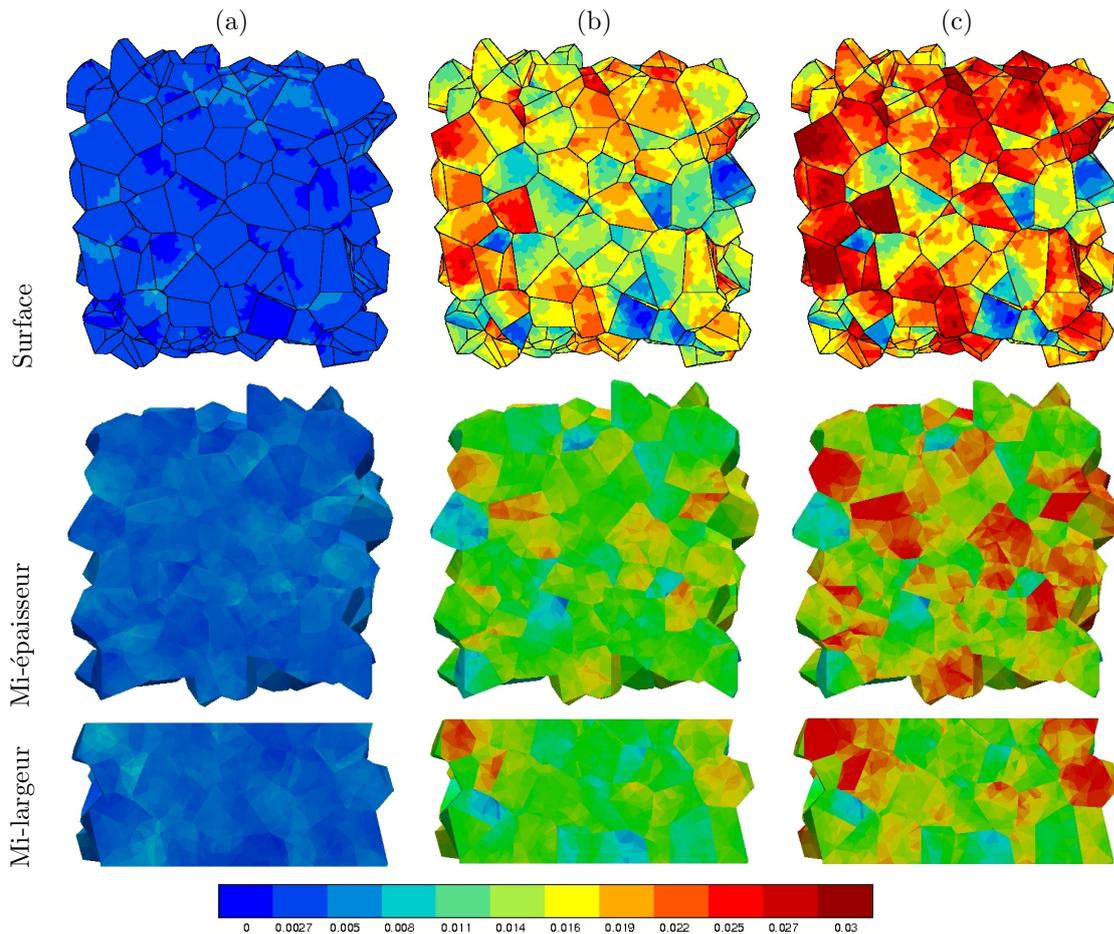


FIG. 4.29 – Simulation d'un essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $10^{-2} s^{-1}$ . Évolution de la somme des glissements  $\sum_s |\gamma^s|$  (a) cycle 66, (b) cycle 666 et (c) cycle 1066 en surface, à mi-épaisseur et à mi-largeur (la surface libre est en haut). La direction de sollicitation correspond à la verticale pour les deux premières lignes.

Comme dans les cas précédents, la figure 4.29 montre que le glissement est plus intense en surface qu'à mi-épaisseur de l'agrégat. De plus, l'hétérogénéité de glissement y est plus importante, avec à la fois des grains fortement déformés, et d'autre très peu actifs.

### Phénomène de rochet

Dans ce paragraphe, l'accumulation de la déformation plastique  $\Delta \varepsilon_{ratch,eff}^P$  au cours des cycles est comparée en surface et à cœur de l'agrégat sur la figure 4.30.

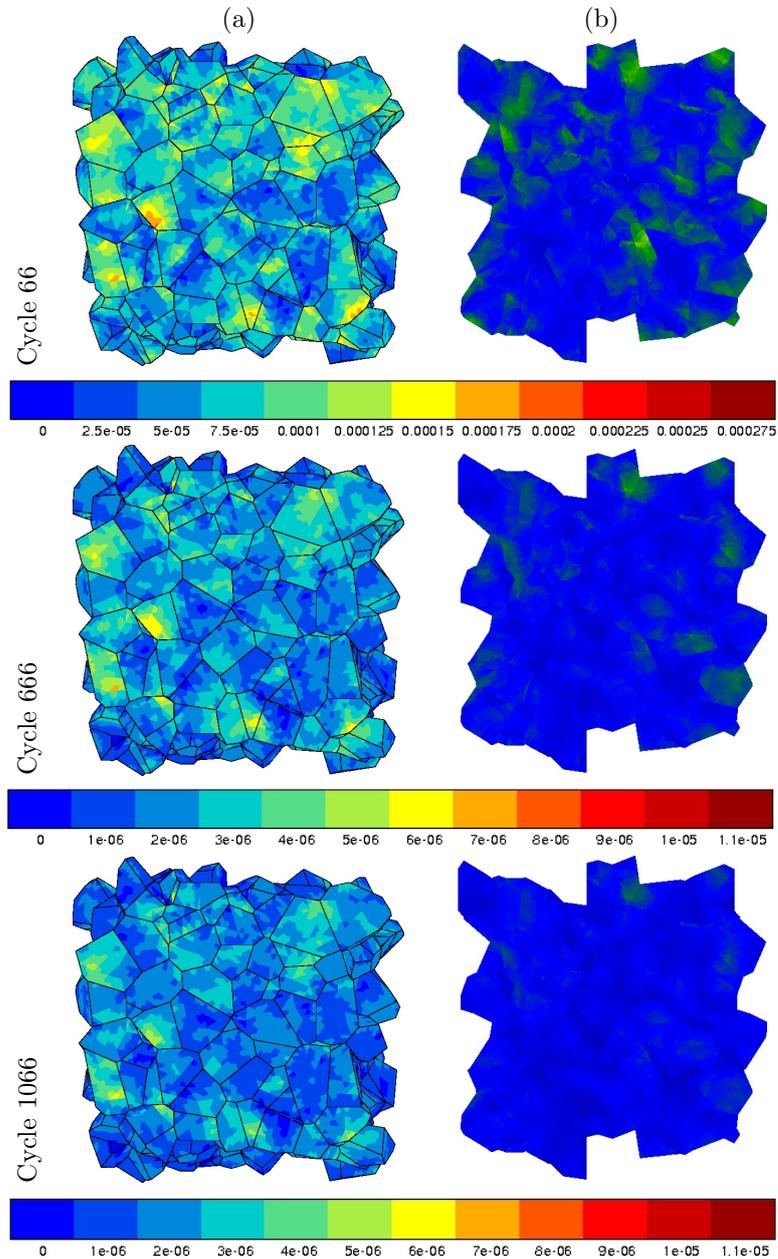


FIG. 4.30 – Increment de déformation plastique associée au phénomène de rochet  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$ ; (a) en surface, (b) à mi-épaisseur pour les cycles 66, 666 et 1066.

Sur la figure 4.30, l'incrément de déformation par cycle est globalement plus intense en surface qu'à mi-épaisseur. Les valeurs dans les deux cas restent très faibles, mais la surface présente plus de zones où l'incrément de déformation de rochet est assez important, notamment dans les zones étudiées précédemment (cf. partie 4.2.5). Il se peut que l'interpolation des valeurs à mi-épaisseur ait tendance à niveler les niveaux de déformation locales.

### Conclusions

Au travers de ces différentes comparaisons entre les champs de différentes variables en surface et à mi-épaisseur de l'agrégat pour différents cycles, il semble que l'activité plastique soit la plus intense en surface, quelle que soit la variable étudiée. L'incrément de déformation plastique associée au phénomène de rochet est également plus important en surface.

D'autre part, l'hétérogénéité des champs de différentes variables est plus importante en surface, du fait des conditions de surface libre. Cette hétérogénéité associée à une activité plus intense, notamment l'accumulation de la déformation plastique cyclique conduira à la recherche de l'amorçage de fissures en surface, en se basant sur les variables présentées ici.

### 4.3 Confrontation des champs simulés et issus de l'expérience

#### Commentaires préliminaires

Grâce aux différentes approches adoptées dans ce chapitre, il est possible de confronter les champs de déformation obtenus par corrélation d'images lors de l'essai de fatigue interrompu avec ceux issus de la simulation. Cependant, avant toute comparaison il est important de garder à l'esprit différents points importants.

Tout d'abord l'essai de fatigue a été effectué à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , tandis que la simulation a été réalisée à  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Les différences de contributions de la contrainte visqueuse dans la réponse globale et locale sont donc à garder à l'esprit. D'autre part, les zones étudiées sont très différentes, du fait du nombre de grains étudiés en surface, des conditions aux limites différentes ainsi que des épaisseurs de grains sous la surface très différentes. De ce fait, ni les champs de déformation issus du calcul ni ceux provenant de l'expérience ne sont représentatifs du comportement réel du matériau, trop peu de grains étant considérés. Enfin, les orientations cristallines utilisées pour le calcul ne sont ni issues de la zone d'étude ni de l'EBSD, mais on été tirées aléatoirement. De plus, les effets de voisinage ne sont pas pris en compte. Cependant, les observations suivantes constituent des informations précieuses et significatives sur le comportement cyclique du matériau.

#### 4.3.1 Évolution des statistiques de déformation

La confrontation entre les grandeurs statistiques issues de la simulation avec celles provenant de l'expérience est effectuée sur la figure 4.31. Elle permet de mettre en évidence les différences assez sensibles entre les deux et les limites de la simulation. Ainsi, si la simulation est capable de capter l'hétérogénéité de déformation, elle fournit des niveaux de déformation très différents de ceux calculés par le logiciel de corrélation d'images.

L'analyse statistique après 1000 cycles des cartes issues du logiciel de corrélation d'images révèle des déformations maximales importantes pour les trois composantes, de l'ordre de 3 %. Ces valeurs restent à considérer avec prudence, étant souvent localisées aux limites de la zone traitée par la corrélation d'images ou dans des zones où le calcul du déplacement s'effectue difficilement. D'autre part, les valeurs moyennes sont quasi-nulles, mais associées à un écart-type important, témoignant d'une forte hétérogénéité dans la distribution de la déformation.

Du point de vue de la simulation, les valeurs calculées restent centrées autour de déformations nulles, du fait de la consigne de déformation imposée sur un VER. D'autre part, les valeurs maximales sont faibles, de l'ordre de 0,5% quelle que soit la composante de déformation étudiée. L'augmentation progressive de l'écart-type rend bien compte l'hétérogénéisation de la déformation à la surface de l'agrégat.

Différentes hypothèses peuvent être formulées (en plus des rappels faits en introduction de cette partie) pour expliquer les différences sensibles entre la simulation et l'expérience après 1000 cycles. Tout d'abord, le temps de vieillissement entre les sollicitations expérimentales s'étend à plusieurs jours (jusqu'à 9 jours entre le 1000<sup>e</sup> cycle et le début de l'essai suivant). Ce temps de non sollicitation de l'éprouvette a été suffisant pour que les atomes interstitiels puissent de nouveau ancrer les dislocations, et de ce fait forcer la localisation. Un pic à la première charge a d'ailleurs été observé pour l'essai jusqu'à 2000 cycles (cf. figure 4.1). Cela peut conduire à des déformations encore plus hétérogènes que si l'essai avait été réalisé d'une traite.

Enfin, les paramètres d'érouissage isotrope identifiés modélisent mal le durcissement cy-

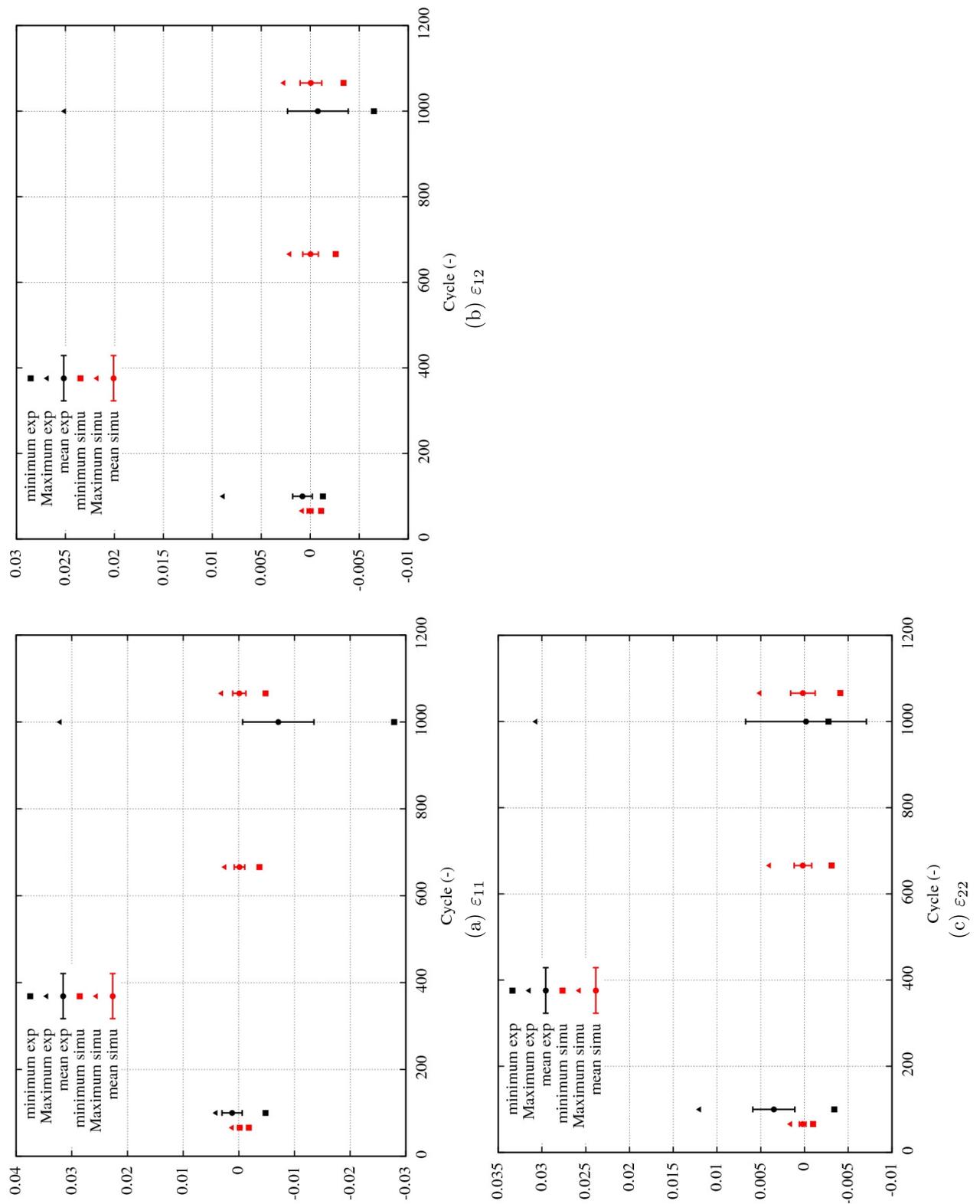


FIG. 4.31 – Évolution des grandeurs statistiques caractéristiques de la simulation à 66, 666 et 1066 cycles. Comparaison avec l'expérience, les barres d'erreur correspondent à deux écarts type.

clique pour de fortes amplitudes de déformations qui peuvent être rencontrées localement. De plus, le modèle ne prend pas en compte l'effet de l'amplitude de déformation sur le comportement cyclique, alors que son influence a été mise en évidence dans le chapitre 2, notamment au travers de la figure 2.3.

Finalement, la confrontation entre les champs de déformation en surface expérimentaux et issus de la simulation a permis de montrer que l'hétérogénéité de déformation en surface est bien présente, avec des zones fortement déformées. D'autre part, des gradients de déformation importants de part et d'autre de certains joints de grains ont été mis en évidence à la fois dans la simulation et dans l'expérience. Les déformations moyennes quasi-nulles pour toutes les composantes de déformation sont cohérentes avec les conditions aux limites appliquées, tant expérimentalement que numériquement. De plus, l'amplitude entre les déformations extrêmes relevées à la surface de l'agrégat sont comparables à l'écart-type issu des champs de surface expérimentaux. Ainsi, bien que les valeurs maximales expérimentales soient entachées de fortes incertitudes, l'élargissement des distributions de déformation est qualitativement cohérent.

### 4.3.2 Évolution de la rugosité en surface

La simulation permet par ailleurs d'avoir accès à l'évolution du déplacement hors-plan de la surface par la composante de déplacement hors plan. Ces cartes peuvent être comparées à celles obtenues au MEB grâce aux électrons secondaire, bien que ces dernières ne fournissent qu'une information qualitative.

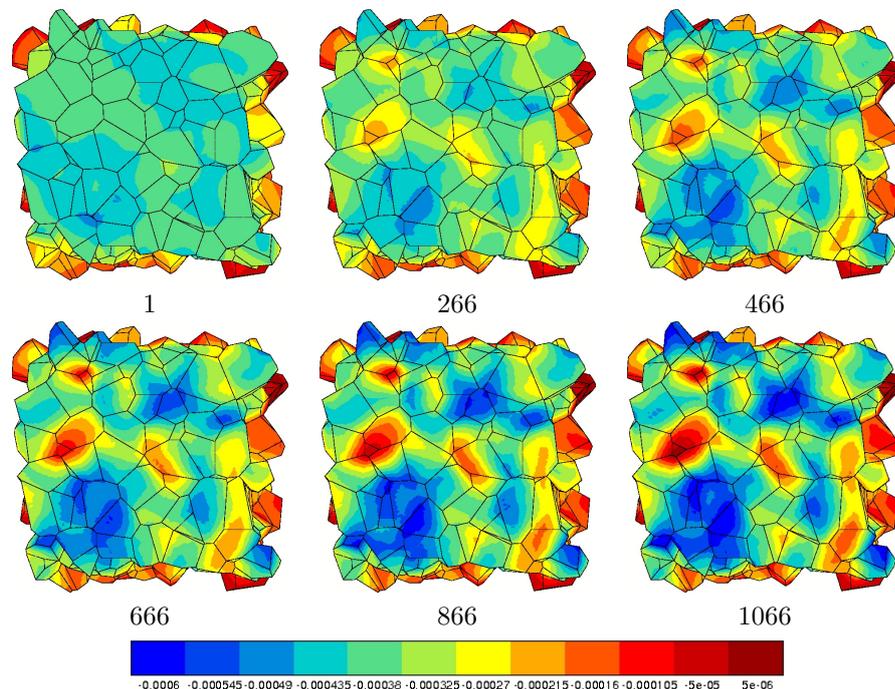


FIG. 4.32 – Evolution de la rugosité (déplacement suivant la direction 3) en surface en fonction du nombre de cycles (en mm).

La figure 4.32 présente l'évolution du déplacement hors plan au cours des cycles. La topologie de surface s'intensifie fortement, notamment près d'un point triple. On constate également que des grains ou "clusters" se creusent, avec un déplacement maximal de plus de 600 nm (en valeur absolue). Cette intensification de la rugosité se fait progressivement au cours de cycles,

et est marquée dès le cycle 266.

Les valeurs de déplacement calculées sont en accord avec celles mesurées dans des études précédentes, où des extrusions de l'ordre de 500 nm à 1  $\mu\text{m}$  ont été mesurées par AFM pour une éprouvette de tantale sollicitée en fatigue à plus de  $10^5$  cycles [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010]. D'autre part, ces valeurs sont cohérentes avec celles mesurées dans la littérature pour d'autres matériaux sollicités en fatigue, où la rugosité atteint des valeurs de l'ordre de 300 à 700 nm [Villechaise et al., 2002, El Bartali et al., 2009].

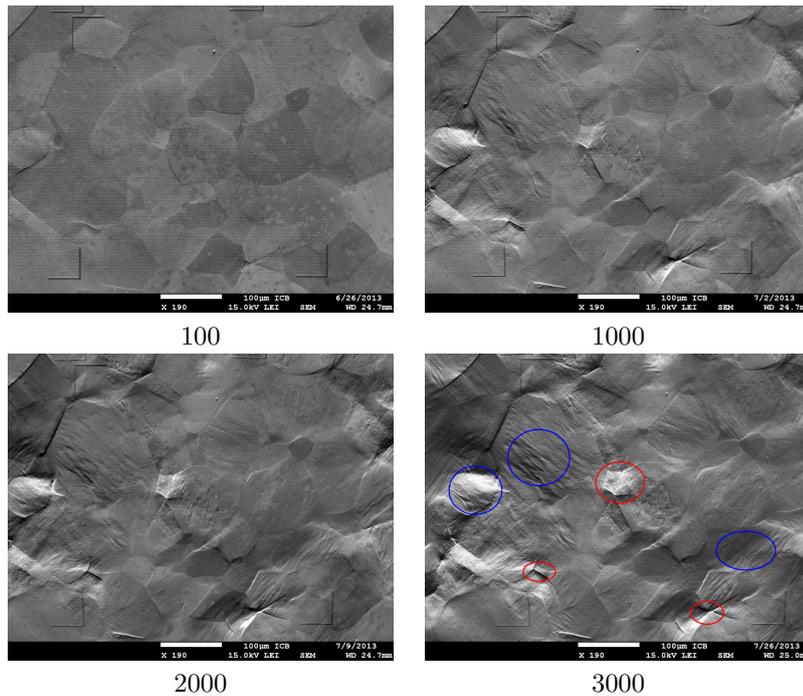


FIG. 4.33 – Evolution de la rugosité en surface en fonction du nombre de cycles.

La figure 4.33 présente des clichés effectués à partir de la collecte des électrons secondaires, permettant ainsi d'étudier l'évolution de la topologie de la surface. On relève ainsi l'apparition de lignes glissement dans les grains, avec certains grains dont les joints semblent s'effondrer ou au contraire ressortir de manière saillante (cercles rouges). D'autre part, certains grains ou groupes de grains présentent un creusement ou un "gonflement" intragranulaire (cercles bleus), avec des lignes de glissement courbes et marquées, témoignant de l'activité intense de cette zone.

Dans les deux cas, il semble que les points les plus critiques se situent au niveau des joints de grains et surtout des points triples, où de forts gradients de déplacement de part et d'autre des joints de grains sont observés.

Bien que l'amorçage de fissures n'ait pas été observé après 3000 cycles, l'activité intense de la surface laisse présager leur apparition imminente, comme nous le verrons dans la partie suivante. Cette évolution de la topologie, avec certaines zones proches des joints de grains qui ressortent tandis que d'autres zones semblent s'effondrer est bien rendue par le modèle. Cependant, nous n'avons pas de mesures de l'évolution de la rugosité de surface pour comparer quantitativement ces observations. Des mesures AFM ou à l'aide d'un microscope 3D confocal pourraient permettre d'étayer cet aspect de l'étude.

## Conclusions

Finalement, cette confrontation a permis une première comparaison qualitative des champs de déformations entre simulation et expérience. Bien que la résolution spatiale fournie par la corrélation d'images soit assez faible, il est possible de mettre en évidence l'hétérogénéisation progressive de la déformation à l'échelle locale. Cette hétérogénéité est particulièrement intense près de certains joints de grains, présentant des gradients de déformation importants.

Le modèle est également capable de restituer des déplacements hors plan cohérents avec l'expérience et la littérature, certains grains particulièrement actifs se déchaussant progressivement, intensifiant la déformation aux joints de grains.

## 4.4 Élaboration d'un critère de fatigue

### Introduction

Dans la littérature, de nombreuses études ont porté sur l'élaboration de critères d'amorçage de fissures de fatigue en se basant sur différents indicateurs. Les grandes familles de critères utilisés dans la littérature sont rappelés dans cette partie. Ils se basent généralement sur une combinaison de grandeurs telles que l'amplitude de déformation ou de contrainte imposées, ou de grandeurs locales telles que la contrainte normale au plan de glissement ou la cission résolue.

L'essai interrompu de fatigue a permis de mettre en évidence la forte hétérogénéité de déformation en surface, ainsi que les gradients de déformation et de rotations importants près de certains joints de grains. Certains grains présentent également des déformations intragranulaires importantes et présentent de nombreuses lignes de glissement. Ces observations sont à considérer en priorité dans le choix des variables du critère de fatigue.

L'étude locale du comportement de l'agrégat nous a permis d'établir des grandeurs pertinentes telles que l'incrément de déformation plastique par cycle  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}^p$  pour localiser finement la déformation la plus intense et la plus active en surface au cours des cycles. Cet incrément de déformation plastique atteint une valeur constante par cycle dès le 300<sup>e</sup> cycle et permettra d'extrapoler les champs obtenus en surface au 1000<sup>e</sup> cycle pour le calcul du nombre de cycles à amorçage.

### 4.4.1 Étude de la surface après 5000 cycles

L'essai cyclique présenté jusqu'alors a été poursuivi pour détecter l'apparition de fissures de stade I telle que définie par Forsyth [Forsyth, 1972]. Dans ce cas, la fissure a une longueur de l'ordre de la taille de grain, et peut être soit intergranulaire soit transgranulaire. Il est à distinguer du stade II, où la fissure devient perpendiculaire à la direction de sollicitation en première approximation.

Après 5000 cycles, l'observation de la surface permet de mettre en évidence un amorçage de fissure essentiellement intergranulaire, comme on le voit sur la figure 4.34 sur différentes zones. Les fissures s'amorcent près des points triples, où l'activité plastique semble particulièrement importante. Il existe également des zones présentant d'intenses intrusions / extrusions (cercle bleu sur la figure 4.34). Un amorçage transgranulaire, en très petites proportions, est également relevé (cercle rouge).

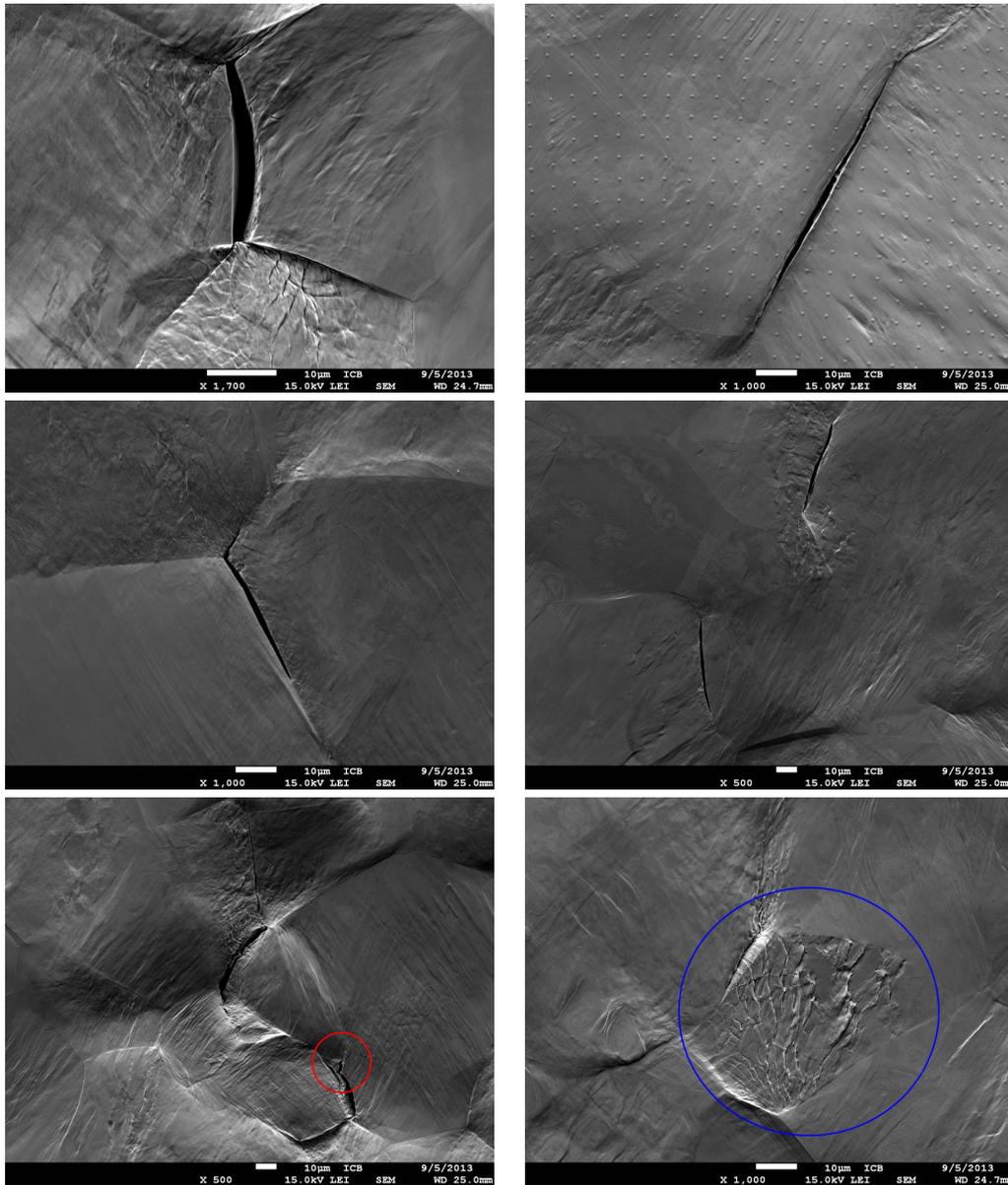


FIG. 4.34 – Clichés de la surface de l'éprouvette après 5000 cycles à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 4.4.2 Critères de fatigue existants

#### Rappels de l'état de l'art sur le tantale

Comme nous l'avons vu dans la partie 1.5, différentes études sur le tantale ont déjà été menées, portant essentiellement sur l'étude du mode de rupture du tantale à température ambiante. Dans la plupart des cas pour notre matériau d'étude, l'amorçage se fait en surface (de manière cristallographique dans des grains favorablement orientés). Ce constat est en accord avec la littérature sur la fatigue à haute fréquences du tantale [Papakyriacou et al., 2001, Papakyriacou et al., 2002]. La propagation des fissures courtes en stade I est intergranulaire. Quand la fissure continue sa propagation, une transition s'effectue vers le stade II, où des facettes qui présentent des stries de fatigue à leur surface apparaissent. Des stries de fatigue se forment, avec une vitesse de propagation de l'ordre de  $1,5 \mu\text{m}/\text{cycle}$ , puis la propagation s'accélère avec des stries sinueuses à la vitesse de  $3 \mu\text{m}/\text{cycle}$  jusqu'à rupture finale ductile [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010]. Ces résultats sur la vitesse de propagation sont cohérents avec littérature, notamment Bathias [Bathias and J.P., 1980].

D'autre part, des études par AFM ont permis de mettre en évidence de fines bandes de glissement en surface, inclinées à  $56^\circ$  par rapport l'axe de chargement et d'une hauteur d'environ  $340 \text{ nm}$  après 50000 cycles à 1 Hz et  $\Delta\varepsilon = 10^{-3}$  [Guillaumain, 2009, Helstroffer, 2010]. Ces études ont par ailleurs mis en évidence une propagation de fissure mixte intergranulaire et transgranulaire sur éprouvette partiellement rompue.

Enfin, l'étude de l'influence de la contrainte moyenne en traçant le diagramme de Haigh a été effectuée [Haigh, 1915, Haigh, 1917]. La droite de Goodman [Goodman, 1899] à  $10^7$  cycles arrive bien à capter l'effet de contrainte moyenne, mais très peu de points étant disponibles, il est difficile de statuer catégoriquement [Guillaumain, 2009]. Cette étude a par ailleurs permis de montrer qu'à rapport de charge élevé ( $R = 0,6$  et  $R = 0,9$ ), le faciès de rupture devient ductile (en pointe avec striction).

Dans la littérature, de nombreux modèles sont disponibles pour prédire la durée de vie d'un métal, le premier et plus largement utilisé étant le modèle de Wöhler, tel que présenté dans la partie 1.5. Par ailleurs, il existe trois grandes familles de modèles de durée de vie en fatigue pour les polycristaux : ceux basés sur l'amplitude de contrainte, ceux basés sur l'amplitude de déformation, et enfin les modèles microstructuraux, prenant en compte diverses grandeurs locales telles que la cisssion  $\tau$  ou la contrainte normale au glissement  $\sigma_n$ .

#### Critères basés sur la contrainte

Le modèle le plus utilisé pour relier le nombre de cycles à rupture à l'amplitude de contrainte est le modèle proposé par Basquin en 1910 [Basquin, 1910] :

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_f (2N_f)^b \quad (4.6)$$

Dans les métaux, la puissance  $b$  est comprise entre  $-0,05$  et  $-0,12$  et  $\sigma_f \approx R_m$

Cependant, ce modèle a pour inconvénient de ne pas prendre en compte l'effet de contrainte moyenne. Il est possible de le prendre en compte grâce au diagramme de Haigh [Haigh, 1915, Haigh, 1917]. Différents "modèles" ont alors été proposés, tels que les droites de Goodman, Söderberg ou la parabole de Gerber.

Le critère de Dang-Van est également largement utilisé dans la littérature et dans l'industrie [Dang-Van, 1973, Dang-Van et al., 1989, Robert et al., 2012, Saintier et al., 2013]. Il est basé sur une formulation de type plan critique, faisant apparaître la contrainte hydrostatique  $\sigma_H$  :

$$\max_{\bar{n}} \{ \max_t \{ \|\bar{\tau}(\bar{n}, t)\| + \alpha^{DV} \sigma_H(t) \} \} < \beta^{DV} \quad (4.7)$$

$\|\bar{\tau}(\bar{n}, t)\|$  est la cission mésoscopique à la normale  $\bar{n}$  d'une facette et  $\sigma_H(t)$  la contrainte hydrostatique. Les paramètres  $\alpha^{DV}$  et  $\beta^{DV}$  sont identifiables expérimentalement.

Il a par ailleurs été adapté aux modèles de plasticité cristalline en l'écrivant sur les systèmes de glissement  $s$  [Agbessi, 2013] :

$$\max_{s=1, \dots, 12} \{ \max_t \{ \|\bar{\tau}(s, t)\| + \alpha^{DV} \sigma_H(t) \} \} < \beta^{DV} \quad (4.8)$$

### Critères basés sur la déformation

Dans le domaine de la fatigue à faible nombre de cycles, là où la déformation plastique est importante, il est possible de relier le nombre de cycles à amorçage à l'amplitude de déformation via une loi puissance, telle que proposé par la loi de Manson-Coffin [Coffin, 1954, Manson, 1954] :

$$\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = \varepsilon_f (N_f)^c \quad (4.9)$$

En général,  $c$  est compris entre  $-0,5$  et  $-0,7$  et  $\varepsilon_f$  correspond à la déformation de striction.

Ce modèle, appliqué au tantale dans une étude précédente a permis d'établir les coefficients de la loi 4.9 tels que  $\varepsilon_f = 0,07$  et  $c = -0,476$  [Nadal, 2011].

Si l'amplitude de déformation est constante, on peut réécrire les équations 4.6 et 4.9 sous la forme :

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} + \frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \varepsilon_f (N_f)^c + \frac{\sigma_f}{E} (2N_f)^b \quad (4.10)$$

De plus, il est possible d'enrichir ce modèle pour prendre en compte la microstructure, par exemple en utilisant le facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  [Gerberich et al., 1998]. Par ailleurs, cette loi peut être réécrite en décomposant le nombre de cycles pour l'initiation d'une part et pour la propagation d'autre part.

### Critères microstructuraux

D'autre part, certains modèles sont associés à des mécanismes physiques. Dans ce domaine où la phase d'amorçage est considérée comme faible devant la propagation, le modèle le plus souvent utilisé est la loi de Paris [Paris et al., 1961, Paris and Erdogan, 1963] :

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (4.11)$$

$a$  est la longueur de fissure. Dans les aciers,  $C \approx 10^{-11}$  et  $m \approx 4$  dans le régime linéaire de propagation.  $\Delta K = \sigma Y \sqrt{\pi a}$  est le facteur d'intensité de contrainte introduit par Irwin en 1957 [Irwin, 1957], lui-même basé sur des paramètres géométriques représentées par  $Y$ .

Un autre modèle est celui proposé par Jacquelin et Pineau en 1983 [Jacquelin et al., 1983], basé sur celui de Manson-Coffin :

$$N_i = N_0 (\Delta \gamma_p)^\alpha (\sigma_N)^\beta \quad (4.12)$$

$N_i$  est le nombre de cycle d'initiation de fissure,  $\Delta \gamma_p$  l'amplitude maximale de cisaillement,  $\sigma_N$  la contrainte normale au plan de glissement et  $N_0$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  sont des paramètres.

Le modèle proposé par Tomkins décrit les stades I et II de la propagation de fissure dans un matériau polycristallin ductile [Tomkins, 1968]. Ce modèle considère que le stade I débute par une fissuration suivant le plan cristallographique supportant la contrainte de cisaillement maximale et que le stade II correspond à la propagation de la fissure perpendiculairement à la direction de sollicitation. Il suppose en outre que deux bandes de glissement sont présentes en pointe de fissure. La loi de propagation de fissure est alors :

$$\frac{da}{dN} = \Delta\varepsilon_p \left( \frac{1}{\cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{\Delta\sigma}{2\sigma_c}\right)} - 1 \right) a \quad (4.13)$$

avec  $\sigma_c$  la contrainte de cisaillement.

Enfin, des critères d'endommagement basés sur la combinaison entre expérience et modélisation numérique ont été proposés récemment [Hochhalter and Littlewood, 2010, Hochhalter and Littlewood, 2011] :

La modélisation se fait à partir des douze plans primaires des FCC  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . Il prend en compte le glissement cumulé sur chaque système  $\Gamma^s = \int |\dot{\gamma}^s| dt$ , ainsi que la contrainte normale (comme fait par ailleurs dans [Parisot et al., 2000, Parisot et al., 2004a, Parisot et al., 2004b]), nécessaire à l'ouverture d'une fissure :

$$D_5 = \max_p \int \sum_{s=0}^{N_d} |\dot{\gamma}^s| \left( 1 + k \frac{\langle \sigma_n^p \rangle}{g_0} \right) dt \quad (4.14)$$

$\sigma_n^p$  étant la contrainte normale au plan  $p$ .  $\langle \cdot \rangle$  est défini tel que  $\langle x \rangle = x$  si  $x > 0$  et  $\langle x \rangle = 0$  sinon ;  $g_0$  est la dureté initiale sur les systèmes de glissement ;  $k$  est un paramètre pilotant la contribution de la contrainte normale à l'activité plastique (il est communément fixé à 0,5 [Fatemi and Socie, 1988]).

### 4.4.3 Critère proposé

D'après les micrographies présentées sur la figure 4.34, il faut environ 5000 cycles pour qu'un amorçage de fissure de stade I essentiellement intergranulaire apparaisse. La présente étude a également mis en évidence la forte hétérogénéité de déformation à l'échelle locale, avec des grains et des joints de grains qui se déchaussent. D'autre part, les forts gradients de déformation et de désorientations cristallines de part et d'autre de certains joints de grains conduisent à un phénomène de rochet microstructural [Priester, 2011].

Par ailleurs, le critère de Dang-Van appliqué sur les systèmes de glissement est basé sur la contrainte hydrostatique et la cission résolue, conduisant à prédire un amorçage à cœur [Agbessi, 2013]. Or, il a été démontré que l'amorçage se produit en surface 4.34.

En se basant sur les informations fournies par le calcul à l'échelle locale, le critère proposé est basé sur la déformation équivalente locale  $\varepsilon_{eq}(\bar{x}, t) = \sqrt{\frac{2}{3}} \tilde{\varepsilon}(\bar{x}, t) : \tilde{\varepsilon}(\bar{x}, t)$ , qui permet d'exprimer le taux de déformation plastique local à l'instant  $t$ . La prise en compte de l'incrément de déformation plastique cumulée par cycle associé au phénomène de rochet  $\Delta\varepsilon_{ratc,eff}(\bar{x}, t)$  comme initiateur de l'amorçage permet de discriminer les zones présentant un incrément de déformation plastique par cycle important de celles où la déformation est plus faible, comme nous l'avons vu précédemment. De plus, on définit un seuil de déformation plastique critique  $\varepsilon_c^p(\bar{x})$  issu de la littérature sur le tantale [Nadal, 2011], comme premier ordre de grandeur.

Pour ce faire, on utilise les valeurs en tout point  $\bar{x}$  issues de la simulation au 1000<sup>e</sup> cycle. L'incrément de déformation plastique  $\Delta\varepsilon_{ratc,eff}(\bar{x}, t)$  est considéré comme ayant atteint une valeur stable en tout point  $\bar{x}$ , mais avec des valeurs locales hétérogènes dans l'agrégat.

On considère qu'il y a initiation d'une fissure lorsque :

$$\varepsilon_{eq}(\bar{x}, N) = \varepsilon_c^p(\bar{x}) \quad (4.15)$$

Avec  $\varepsilon_{eq}(\bar{x}, N)$  extrapolé depuis le 1000<sup>e</sup> cycle. En considérant que l'incrément de rochet sature à partir du 1000<sup>e</sup> cycle, soit  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}(\bar{x}, N > 1000) \approx \Delta\varepsilon_{ratch,eff}(\bar{x}, N = 1000)$ , on peut alors écrire :

$$\varepsilon_{eq}(\bar{x}, N) = \varepsilon_{eq}(\bar{x}, 1000) + \Delta\varepsilon_{ratch,eff}(\bar{x}, 1000)(N - 1000) \quad (4.16)$$

Ainsi, le nombre de cycles nécessaires pour l'amorçage d'une fissure de fatigue locale en tout point  $\bar{x}$  s'écrit sous la forme :

$$N_{initiation}(\bar{x}) - 1000 = \frac{\varepsilon_c^p(\bar{x}) - \varepsilon_{eq}(\bar{x}, 1000)}{\Delta\varepsilon_{ratch,eff}(\bar{x}, 1000)} \quad (4.17)$$

Afin d'établir avec certitude le site d'amorçage et le nombre de cycles nécessaires à l'apparition d'une fissure de fatigue, une surface minimale est requise. Fleury [Fleury, 1991] a défini un critère d'amorçage surfacique correspondant au nombre de cycles nécessaires au développement d'une fissure de 50  $\mu\text{m}$ . L'utilisation d'une taille minimale permet de s'affranchir des valeurs trop localisées qui pourraient apparaître en certains points (un seul nœud par exemple), et dont la taille serait insuffisante pour conduire à un amorçage de fissure.

Dans la littérature [Bathias and Pineau, 2008], on considère la déformation critique locale  $\varepsilon_c^p(\bar{x})$  comparable à celle en monotone. Ainsi, la résistance à l'amorçage de fissures est directement reliée à la résistance mécanique du matériau. Cependant, d'après l'étude récente de Nadal [Nadal, 2011] sur le tantale, la déformation critique identifiée à partir de plusieurs amplitudes de déformation est de  $\varepsilon_f = \varepsilon_c^p(\bar{x}) = 0,07$ . C'est cette dernière valeur qui est choisie pour le critère comme premier ordre de grandeur.

La carte du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure tel que défini dans l'équation 4.17 en utilisant  $\varepsilon_c^p = 0,07$  est présentée sur la figure 4.35. L'amorçage se produit dans les régions des nœuds étudiés précédemment (nœuds 1, 2 et 3), notamment celle du nœud 3 où le niveau de déformation de rochet était très élevé. Il y a également des zones où les gradients de déformation importants de part et d'autre d'un joint de grain présentent un nombre de cycle à amorçage faible (cercles noirs). L'amorçage majoritairement proche du joint de grain est en accord avec les observations expérimentales précédentes.

Si le critère de surface minimale de fissure est de la moitié de la taille de grain, le nombre de cycles nécessaires pour l'amorçage d'une fissure est d'environ 15000 cycles (cf. zones rouges sur la figure 4.35 (a)). Si on utilise un critère moins restrictif en imposant une taille minimale de l'ordre de 10 % de la taille de grain, le nombre de cycles nécessaires descend à une valeur de l'ordre de 10000 cycles (cf. figure 4.35 (b)). On remarque par ailleurs sur la figure 4.35 (c) que le nombre de cycles à amorçage est plus faible en surface qu'à cœur.

La figure 4.36 reporte la statistique du nombre de cycles pour l'amorçage sur l'ensemble de l'agrégat. La valeur la plus faible a été relevée en surface au niveau du nœud 3 identifié sur la figure 4.18. L'analyse statistique des données de surface donne un nombre de cycles à amorçage minimum de 5001 cycles, un maximum à  $4,21.10^5$  cycles, une moyenne à  $3,70.10^4$  cycles et un écart type de  $1,65.10^4$  cycles.

La loi de Manson-Coffin (équation 4.9) utilisée avec les paramètres  $\varepsilon_f = 0,07$  et  $c = -0,476$  identifiés par Nadal [Nadal, 2011] dans le cas du tantale prévoit une durée de vie d'environ 7450 cycles. Le temps d'apparition d'une fissure de stade I dans les métaux correspond la plus grande part de durée de vie, de 40 à 99 % [Bathias and Pineau, 2008]. Ici, cela représente donc de 2980

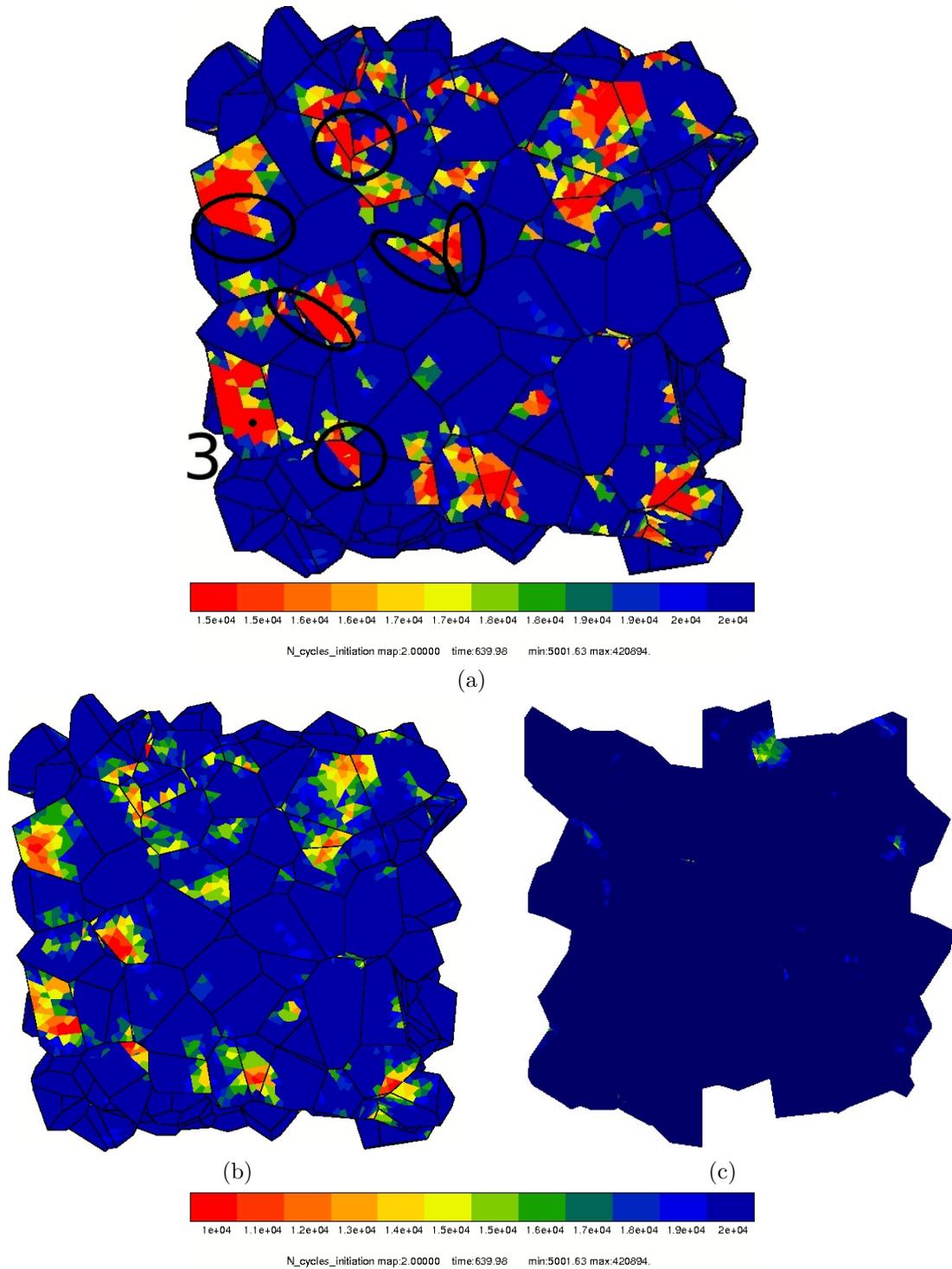


FIG. 4.35 – Nombre de cycles d’amorçage pour l’essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . (a) échelle de 15000 à 20000 cycles en surface; (b) échelle de 10000 à 20000 cycles en surface; (c) échelle de 15000 à 20000 cycles à mi-épaisseur.

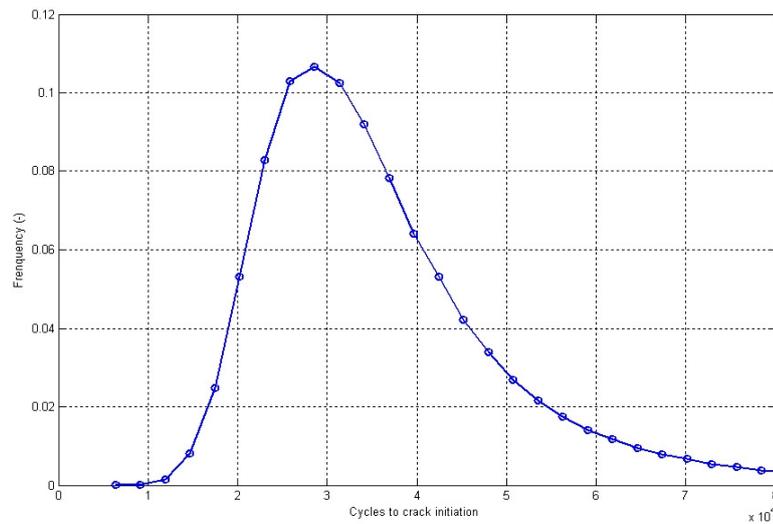


FIG. 4.36 – Histogramme du nombre de cycles d'amorçage pour l'essai de fatigue à  $\pm 0,2\%$  et  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  sur l'ensemble de l'agrégat.

à 7375 cycles pour la phase d'amorçage, ce qui est cohérent avec la présente observation et en accord avec la valeur fournie par le critère utilisé ici. De plus, il y a une grande dispersion dans les valeurs expérimentales de limite d'endurance pour un niveau de contrainte ou de déformation donné : il n'est pas rare d'observer un facteur 5 entre les valeurs extrêmes. De ce fait, le nombre de cycles d'amorçage obtenu ici est acceptable et constitue un bon indicateur pour le dimensionnement des structures en fatigue. La faible représentativité statistique de l'échantillon contribue également à la surestimation de la durée de vie.

## Conclusions

L'étude expérimentale du comportement local a permis de mettre en évidence une forte hétérogénéité de déformation à l'échelle locale, avec la formation progressive de bandes de glissement intenses dans les grains et un déchaussement progressif de certains grains. En outre, cette analyse a été étayée par les informations issues de l'EBSD, permettant d'identifier des zones critiques à la fois intergranulaires et transgranulaires. Les désorientations locales et moyennes augmentent au cours de cycles, tout en présentant une hétérogénéité importante, surtout près de certains joints de grains. Par ailleurs, l'amorçage de fissures courtes est intergranulaire et se produit après 5000 cycles environ.

D'autre part, les calculs de déformations locales par corrélation d'images ont révélé des gradients importants, notamment aux joints des grains identifiés précédemment. L'évolution des statistiques de déformation montre un étalement des distributions au cours des cycles, faisant ressortir des déformations locales de l'ordre de plusieurs pourcents alors que les valeurs moyennes restent centrées en zéro.

En parallèle, la simulation d'un essai de fatigue similaire réalisée sur un agrégat semi-périodique utilisant des conditions de surface libre et constitué de 250 grains a été présentée. L'étude en surface de différentes grandeurs telles que les déformations locales, la déformation plastique équivalente ou la somme de glissements a montré une intensification de l'hétérogénéité locale au cours des cycles, surtout près des joints de grains. La comparaison des champs en surface et à mi-épaisseur de l'agrégat a montré que c'est bien en surface que la déformation est la plus intense.

L'étude locale de certains nœuds particulièrement actifs a révélé un phénomène d'accumulation de la déformation plastique par cycle associée au phénomène de rochet. Cette accumulation est très hétérogène à la surface de l'agrégat et se stabilise progressivement à une valeur non nulle pour certains nœuds.

La confrontation entre les distributions des déformations expérimentales et celles issues de la simulation reste délibérément qualitative, témoignant de l'hétérogénéisation progressive au cours des cycles dans les deux cas autour de valeurs moyennes proches de zéro. D'autre part, la topologie de la surface de l'agrégat s'est progressivement modifiée, présentant des grains et des joints de grains déchaussés comme il a été observé expérimentalement.

Enfin, l'ensemble des informations issues de l'expérience et de la simulation a été utilisé afin de proposer un critère d'amorçage aussi simple et pertinent que possible, basé sur la déformation plastique équivalente ainsi que sur l'incrément de déformation plastique identifié à partir de l'étude de certains nœuds. C'est le couplage de l'hétérogénéité de déformation et de son intensité qui conduisent à l'amorçage. L'approche locale permet de prendre en compte cette hétérogénéité, et les variables utilisées pour le critère permettent de détecter les zones qui se déforment fortement. Le critère proposé dans cette étude prévoit un amorçage de stade I intergranulaire en surface pour moins de 10000 cycles, ce qui est en accord avec les données expérimentales en considérant leur dispersion. Il fournit ainsi un indicateur utile pour le dimensionnement des structures. Pour affiner cette analyse, il est nécessaire d'effectuer d'autres calculs, en utilisant d'autres tirages d'orientations cristallines sur plusieurs géométries d'agrégat. Des informations statistiques plus robustes pourront ainsi être sélectionnées, permettant d'affiner le critère proposé ici.

# Conclusion générale et perspectives

Le principal objectif de ce travail a été de corréler les mécanismes microstructuraux régissant le vieillissement statique avec le comportement monotone et cyclique du tantale à l'échelle du polycristal. Sous certaines conditions de température, de vitesses de déformation et de pureté, des anomalies de comportement ont été constatées. Leur origine a été attribuée aux interactions entre les atomes interstitiels et les dislocations. Ces interactions ont un effet à la fois sur le comportement macroscopique et microscopique. Une étude expérimentale aussi exhaustive que possible devait permettre d'étoffer la connaissance du comportement global ainsi que de la microstructure et de son évolution.

En parallèle, un modèle phénoménologique simple prenant en compte le vieillissement statique était attendu, permettant de restituer le comportement macroscopique du tantale pour des chargements monotones et cycliques. En complément, un modèle prenant explicitement en compte la microstructure a été requis, afin d'évaluer l'impact du vieillissement à la fois sur le comportement global et local.

L'étude multi-échelle à la fois expérimentale et numérique d'un essai de fatigue devait permettre de proposer un critère local simple pour l'amorçage de fissures de fatigue.

Pour répondre à ces objectifs, mes contributions ont été de mener des essais mécaniques afin de mieux comprendre les interactions entre le vieillissement et le comportement macroscopique, tant pour des chargements monotones que cycliques. Le couplage de ces essais avec des outils tels que la thermographie infrarouge a mis en évidence la difficulté d'observation de la localisation de la déformation associée au pic de traction. Nous avons mis en évidence l'existence d'un phénomène de localisation de la déformation sous forme de bande pouvant se propager, associé à la présence du pic. Cependant, cette localisation est très limitée (moins de 1%), fait qui a été attribué à la forte sensibilité du tantale à température ambiante à la vitesse de déformation.

Par la suite, j'ai mené une étude à l'échelle locale de l'évolution de la microstructure. Cette étude a permis d'observer l'avancée d'un front de bande de plasticité lors d'un essai de traction interrompu. De plus, la corrélation d'images couplée aux outils de microscopie électronique à balayage a permis de quantifier la forte hétérogénéité de déformation présente à cette échelle et d'observer son évolution. La quantification de la déformation locale a été rendue possible par le dépôt de grilles de plots de nickel d'un diamètre inférieur au micromètre sur la surface, au moyen d'un dispositif de lithographie électronique.

Dans le cas d'un essai monotone, les déformations mesurées en surface dans de nombreux grains sont importantes devant la déformation macroscopique imposée. Les déformations moyennes augmentent progressivement, tout comme l'hétérogénéité de déformation. Dans le cas du chargement cyclique, j'ai pu observer l'apparition de bandes de glissement intenses en surface, s'intensifiant progressivement quand le nombre de cycles augmente. Les zones des joints de grains ont également été observées avec attention, présentant des gradients de déformation importants. Le couplage avec des mesures d'orientation cristallines a permis de corréler ces observations et les mesures de déformation avec des désorientations progressives dans certains

grains et surtout au niveau des joints de grains. Finalement, l'interruption de l'essai après 5000 cycles m'a permis de confirmer l'amorçage intergranulaire se produisant dans le tantale à température ambiante même si des fissures transgranulaires ont également été observées.

En parallèle, plusieurs modèles de comportement ont été identifiés dans le domaine de chargements et de vitesses de sollicitations couverts par l'étude. Le premier modèle, un modèle phénoménologique macroscopique dit "EKMC" (Estrin Kubin, McCormick) m'a permis de prendre en compte le vieillissement, la sensibilité à la vitesse de déformation et l'écroutissage cinématique pour des chargements monotones et cycliques.

Les effets de différents paramètres tels que la viscosité ou l'alignement de l'éprouvette sur l'hétérogénéité de déformation ont été évalués. D'autre part, cette étude a permis de quantifier les dissipations thermiques associées au pic de traction de manière tout à fait comparable à l'expérience. Ces investigations m'ont permis de démontrer qu'un faible désalignement de l'éprouvette peut conditionner l'apparition d'une bande de localisation de la déformation. D'autre part, j'ai pu confirmer l'effet régularisateur de la viscosité sur la localisation de la déformation. Ce modèle simple et cependant assez complet est ainsi utilisable facilement pour le calcul des structures.

D'autre part, j'ai adapté au cas spécifique du tantale un modèle prenant en compte les caractéristiques de la microstructure polycristalline. Un modèle de type Méric-Cailletaud a été utilisé, auquel un terme de vieillissement similaire à celui implémenté dans le cas du modèle macroscopique a été ajouté. L'étude des champs de déformation en surface a requis la génération de microstructures synthétiques spécifiques, tout en conservant des faces périodiques afin de diminuer les temps de calculs, en se basant sur l'approche de Guilhem [Guilhem, 2011]. Comme dans le cas du modèle EKMC, les paramètres du modèle ont été identifiés afin de restituer au mieux le comportement macroscopique du matériau, à la fois dans le cas monotone et dans le cas de sollicitations cycliques.

Par la comparaison de calculs effectués avec et sans le terme de vieillissement j'ai pu souligner son importance cruciale dans l'établissement de l'hétérogénéité de déformation locale, au même titre que celle induite par les orientations cristallines.

La comparaison volontairement qualitative entre expérience et simulation m'a permis de corrélérer les évolutions des niveaux de déformation en surface. L'hétérogénéité de déformation prédite par la simulation est qualitativement réaliste et permet de bien cerner la complexité des mécanismes de déformation locaux.

L'étude attentive de certains nœuds à la surface de l'agrégat m'a permis par ailleurs de dégager un indicateur original  $\Delta\varepsilon_{ratch,eff}$ , quantifiant le rochet local. Cet indicateur permet de localiser les zones les plus critiques de la surface de l'agrégat, là où la déformation est la plus active. Ces zones ont été identifiées à la fois proches des joints de grains et des points triples ; ainsi qu'à l'intérieur de certains grains, en bon accord avec l'expérience.

Enfin, en me basant sur cet indicateur et en confrontation avec l'expérience, j'ai pu établir un critère local de fatigue simple, permettant de prédire le nombre de cycles nécessaires à l'amorçage de fissures inférieur à 10000 cycles. Cet amorçage se produit en surface. L'expérience et la bibliographie ont fourni des valeurs comparables, de l'ordre de 5000 à 7500 cycles. Cet amorçage est prédit comme étant essentiellement intergranulaire, comme observé pour l'essai cyclique et en accord avec la littérature.

L'ensemble de ces travaux, basés sur des techniques et des outils existants ont permis de dégager plusieurs résultats intéressants et nouveaux :

- l'observation de la propagation d'une bande de localisation de la déformation à la surface de l'éprouvette ;
- la mise en évidence de la dépendance du comportement cyclique du tantale à l'amplitude

- de déformation imposée ;
- l'observation systématique du pic de traction si le temps de vieillissement est suffisant ;
- le suivi de l'hétérogénéisation progressive des champs de déformation locaux grâce aux grilles de plots de nickel ;
- l'observation expérimentale d'un amorçage intergranulaire après 5000 cycles pour une amplitude de  $\pm 0,2\%$  ;
- le développement d'un modèle permettant de restituer le comportement macroscopique du tantale, notamment du pic de traction ;
- la dépendance de l'apparition d'une bande de localisation de la déformation aux paramètres expérimentaux tels qu'un désalignement ;
- l'influence de la prise en compte du vieillissement sur l'hétérogénéité de déformation locale, se superposant à celle induite par la microstructure ;
- l'apport de l'approche polycristalline avec vieillissement pour la simulation d'un essai piloté en contrainte. Seule la prise en compte du vieillissement statique dans un modèle de plasticité cristalline permet de simuler un désancrage après quelques cycles pilotés en contrainte ;
- la réalisation d'un calcul inédit de plus de 1000 cycles sur un agrégat polycristallin de 250 grains ;
- l'observation d'un rochet local important dans certaines zones ;
- la proposition d'un critère local original, basé sur la déformation de rochet.

L'ensemble de ces travaux a soulevé de nombreuses difficultés, notamment pour ce qui est de la préparation des éprouvettes pour les essais interrompus. Les paramètres assurant un dépôt de plot correct et reproductible a nécessité par ailleurs plusieurs essais, demandant de nombreux polissages.

Les motifs réguliers utilisés pour la corrélation d'images étant très néfastes à la bonne convergence des calculs des champs de déformation, de nombreux tests et développements ont été nécessaires pour établir des résultats intéressants.

D'autre part, les phénomènes observés étant très sensibles aux conditions expérimentales, les essais mécaniques ont été assez délicats. Ils ont nécessité un contrôle des machines ainsi qu'un outillage précis, des réglages fin et un protocole strict.

Enfin, les observations de l'évolution de la microstructure au microscope électronique et les acquisitions EBSD ont nécessité de nombreuses observations longues à mettre en place et à exploiter.

Il est important de garder à l'esprit que l'ensemble de cette étude est soumise à plusieurs limitations dans l'interprétation des résultats obtenus. Tout d'abord, la simulation revêt un aspect exploratoire, et comporte des limitations telles que :

- la prise en compte de seulement 12 systèmes de glissement ;
- l'écriture sommaire des écrouissages en densité de dislocations et l'écrouissage latent uniforme ;
- l'insuffisance de la représentativité du calcul, qui n'a pas été répété, a été réalisé sur un agrégat comportant un faible nombre de grains, avec des orientations cristallines différentes de l'EBSD et ne prenant pas en compte les effets de voisinage des grains.

Par ailleurs, la corrélation d'images comporte de nombreux biais, notamment par l'utilisation d'un motif régulier, ou encore par le fait d'avoir négligé la composante hors-plan, importante pour des cas de sollicitation en fatigue. De ce fait, les résultats n'ont été exploités que qualitati-

vement, en tâchant de comparer l'évolution des tendances des différentes distributions calculées.

## Perspectives

Afin de poursuivre les études présentées ici, de nombreuses perspectives sont à envisager. Tout d'abord, l'influence de l'amplitude de déformation a été déterminée comme un élément clé sur le comportement cyclique macroscopique du matériau. Sa prise en compte quantitative peut avoir un effet important sur les champs de déformation locaux, notamment pour le phénomène de rochet. Il se peut également qu'elle ait un impact sur le mode de rupture du matériau. Une simulation pour un chargement tel que présenté dans le chapitre 4 à une autre amplitude de déformation permettrait également d'obtenir une première partie de réponse.

Par ailleurs, des essais à contrainte imposée tels que présentés dans le chapitre 3 seront à réaliser à différentes amplitudes. Des essais interrompus permettraient une étude de l'amorçage de fissures. De plus, des essais permettant d'étudier l'effet de contrainte moyenne seraient intéressants, notamment pour l'étude du rochet local.

D'autre part, il serait intéressant de mener des études spécifiques des joints de grains et des types de désorientations correspondantes, telles que réalisées par ailleurs [Diard et al., 2002, Diard et al., 2005, Musienko, 2005]. Pour compléter l'approche de l'EBSA, une analyse des lignes de glissement et des types de joints de grains conduisant à la fissuration apporteraient de nombreuses réponses et contribueraient à l'amélioration du modèle utilisé. Des mesures AFM permettraient de suivre l'évolution des PSBs en surface, et pourraient être couplées à des clichés réalisés à l'aide d'un microscope 3D. Ainsi, le déchaussement des grains serait mieux analysé et les déplacements hors plan seraient quantifiés précisément.

L'étude présentée ici a été menée à l'échelle macroscopique et à celle du polycristal. Or le vieillissement est lié aux interactions entre solutés et dislocations, échelle à laquelle nous n'avons pas travaillé. Des travaux complémentaires, basés sur des observations aux MET, seront donc nécessaires pour conforter et justifier les résultats obtenus dans notre étude. Des observations au MET d'échantillons en tantale permettraient de valider les familles de dislocations mises en jeu ainsi que les systèmes de glissement actifs lors de la déformation. Il serait alors possible de faire évoluer les modèles utilisés vers une description plus réaliste de l'évolution des densités de dislocations et dans le choix des systèmes de glissement utilisés. L'approche du vieillissement que nous avons mise en place est donc de caractère phénoménologique même si nous sommes descendus à l'échelle du grain.

Une étude du comportement du tantale monocristallin permettrait de lever les zones d'ombres persistantes sur l'origine des anomalies de comportement. Elle étofferait par ailleurs les données disponibles pour l'identification des paramètres du modèle de plasticité cristalline, sans avoir recours à une approche inverse. Ainsi, une campagne de caractérisation du comportement monotone et cyclique de monocristaux de tantale de différentes orientations a été initiée. Les monocristaux utilisés ont été réalisés par la société *Goodfellow* par croissance de germes, permettant d'obtenir des éprouvettes d'assez grandes dimensions. Les éprouvettes ont ensuite été usinées de sorte que le diamètre de la zone utile est de 5 mm, pour une longueur de jauge de 12,5 mm et une longueur totale de l'ordre de 45 mm.

La comparaison des comportements pour une sollicitation en traction sur la figure 4.37 ne permet pas de mettre en évidence de grandes différences. En effet, les niveaux de contraintes atteints sont proches entre monocristal et polycristal pour l'orientation [001]. C'est en effet une direction de fort écrouissage car cette orientation active beaucoup de systèmes en même temps.

La courbe du monocristal semble dessiner un léger pic de traction pour la première sollicitation, mais peut également être associée à un court stade I de déformation du monocristal. Afin

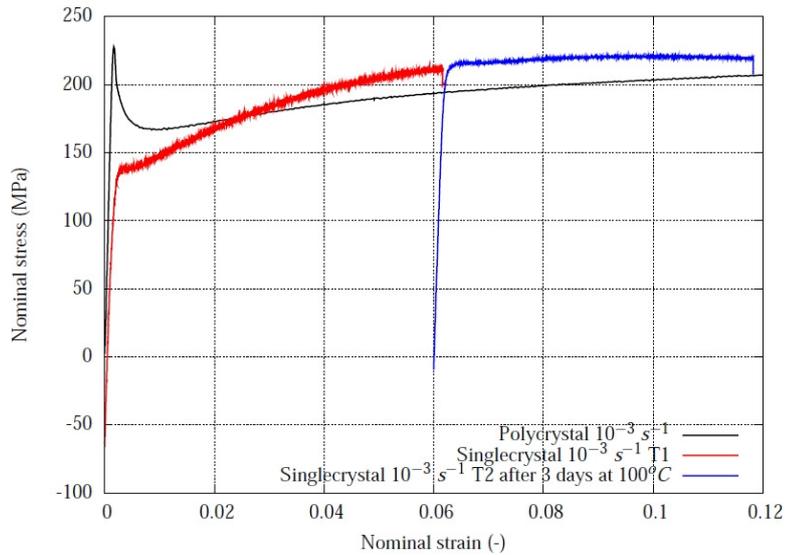


FIG. 4.37 – Comparaison du comportement macroscopique d'un monocristal de tantale orienté à  $[001]$  avec le polycristal. Essai de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ .

de lever cette hypothèse, le monocristal a été vieilli pendant 3 jours à  $100^\circ C$  après la première traction à 6% de déformation, de la même manière que présentée dans le chapitre 2 pour le cas du polycristal.

Cependant, ce temps important de vieillissement n'a pas permis de générer un pic de traction, contrairement au polycristal. Une étude plus précise est ainsi nécessaire, notamment pour quantifier la pureté du tantale utilisé, ainsi que pour déterminer l'orientation réelle des monocristaux utilisés. Il se peut également que la symétrie importante de l'orientation  $[001]$  ait tendance à "écraser" le pic de traction, plusieurs systèmes de glissement s'activant en même temps. L'ensemble de ces essais est à poursuivre, avec en complément une étude pour une orientation du monocristal  $[111]$  (cf figure 4.38). En complément, des essais cycliques sont à réaliser, afin de connaître le comportement cyclique du monocristal, permettant ainsi d'en affiner la modélisation.

Enfin, l'étude du vieillissement et de la fatigue pourra être conduite sur une plus large gamme de température. En particulier, le phénomène de Portevin-Le Chatelier, se manifeste à  $170^\circ C$  et une approche unifiée du vieillissement pourrait être proposée sur une large gamme de température, en suivant des l'esprit de travaux réalisés sur les aciers [Belotteau et al., 2009]. Ces essais permettraient également de prendre en compte l'influence de la température sur le mode de rupture.

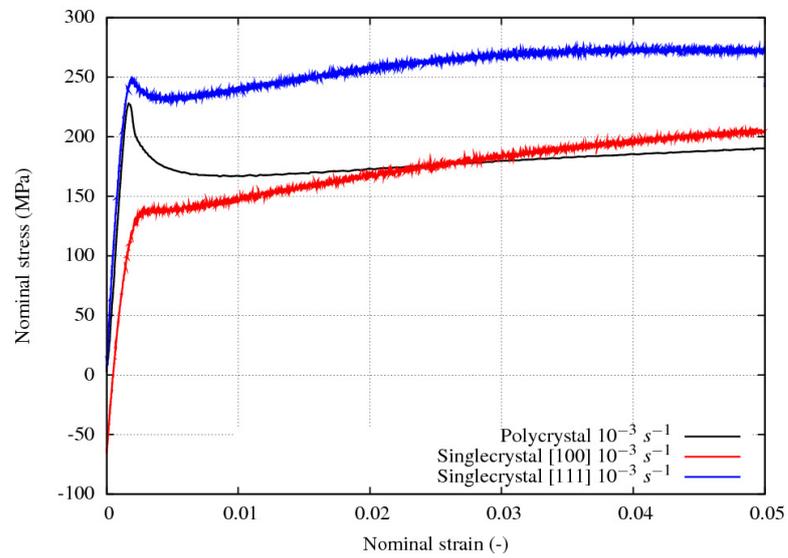


FIG. 4.38 – Comparaison du comportement macroscopique d'un monocristal de tantale orienté à [001] et [111] avec le polycristal. Essai de traction à  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ .

# Bibliographie

- [Abdel-Karim and Ohno, 2000] Abdel-Karim, M. and Ohno, N. (2000). Kinematic hardening model suitable for ratchetting with steady-state. *International Journal of Plasticity*, 16 :225–240.
- [Agbessi, 2013] Agbessi, K. (2013). *Approches expérimentales et multi-échelles des processus d’amorçage des fissures de fatigue sous chargements complexes*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure d’Arts et Métiers.
- [Allais et al., 1994] Allais, L., Bornert, M., Bretheau, T., and Caldemaison, D. (1994). Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta Metallurgica and Materialia*, 42 :3865–3880.
- [Badji et al., 2013] Badji, R., Chauveau, T., and Bacroix, B. (2013). Texture, misorientation and mechanical anisotropy in a deformed dual phase stainless steel weld joint. *Materials Science and Engineering A*, 575 :94–103.
- [Barbe, 2000] Barbe, F. (2000). *Etude numérique de la plasticité d’agrégats polycristallins*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Barbe et al., 2001] Barbe, F., Decker, L., Jeulin, D., and Cailletaud, G. (2001). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1 : F.E. model. *International Journal of Plasticity*, 17 :513–536.
- [Bari and Hassan, 2000] Bari, S. and Hassan, T. (2000). Anatomy of coupled constitutive models for ratchetting simulation. *International Journal of Plasticity*, 16 :381–409.
- [Basquin, 1910] Basquin, O. (1910). The exponential law of endurance tests. *Proceedings of the ASTM*, 10 :625–630.
- [Bathias and J.P., 1980] Bathias, C. and J.P., B. (1980). *La fatigue des matériaux et des structures*. Les presses de l’Université de Montréal.
- [Bathias and Pineau, 2008] Bathias, C. and Pineau, A. (2008). *La fatigue des matériaux et des structures 1*. Hermès Science.
- [Belotteau et al., 2009] Belotteau, J., Berdin, C., Forest, S., Parrot, A., and Prioul, C. (2009). Mechanical behavior and crack tip plasticity of a strain aging sensitive steel. *Materials Science and Engineering A*, 526 :156–165.
- [Berveiller and Zaoui, 1979] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1979). An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 26 :325–344.
- [Besnard, 2010] Besnard, G. (2010). *Caractérisation et quantification de surfaces par stéréocorrélation pour des essais mécaniques du quasi-statique à la dynamique ultra rapide*. PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- [Besnard et al., 2011] Besnard, G., Gérard, S., Roux, S., and Hild, F. (2011). A space-time approach in digital image correlation : Movie-DIC. *Optics and Lasers in Engineering*, 49 :71–81.
- [Besson et al., 2001] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J., and Forest, S. (2001). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermès Science.

- [Bodelot, 2008] Bodelot, L. (2008). *Etude couplée des champs cinématiques et thermiques à l'échelle de la microstructure des matériaux métalliques*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologies de Lille I.
- [Bodelot et al., 2011] Bodelot, L., Charkaluk, E., Sabatier, L., and Dufrénoy, P. (2011). Experimental study of heterogeneities in strain and temperature fields at the microstructural level of polycrystalline metals through fully-coupled full-field measurements by digital image correlation and infrared thermography. *Mechanics of Materials*, 43 :654–670.
- [Bower and Johnson, 1989] Bower, A. and Johnson, K. (1989). The influence of strain hardening on cumulative plastic deformation in rolling and sliding contact. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 37 :471–493.
- [Bronkhorst et al., 2006] Bronkhorst, C., Cerreta, E., Xue, Q., Maudlin, P., Mason, T., and Gray III, G. (2006). An experimental and numerical study of the localization behavior of tantalum and stainless steel. *International Journal of Plasticity*, 22 :1304–1335.
- [Buy, 1996] Buy, F. (1996). *Etude expérimentale et modélisation du comportement plastique du tantale. Prise en compte de la vitesse de déformation et de l'histoire de chargement*. PhD thesis, Université de Metz.
- [Cailletaud, 1987] Cailletaud, G. (1987). *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6.
- [Cailletaud and Pilvin, 1994] Cailletaud, G. and Pilvin, P. (1994). Utilisation de modèles polycristallins pour le calcul par éléments finis. *Revue Européenne des Éléments Finis*, 3-4 :515–541.
- [Chaboche and Lemaitre, 2008] Chaboche, J. and Lemaitre, J. (2008). *Mécanique des matériaux solides. Éd. 3*. Dunod.
- [Chan, 2010] Chan, K. (2010). Roles of microstructure in fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*, 32 :1428–1447.
- [Chen et al., 2007] Chen, D., Kuo, J.-C., Tung, S.-H., and Shih, M.-H. (2007). Characterization of misorientation gradient of an aluminum bicrystal in simple shear. *Materials Science and Engineering A*, 454-455 :523–527.
- [Chen et al., 1999] Chen, Y., Meyers, M., and Nesterenko, V. (1999). Spontaneous and forced shear localization in high-strain-rate deformation of tantalum. *Materials Science and Engineering A*, 268 :70–82.
- [Chrysochoos, 1987] Chrysochoos, A. (1987). *Dissipation et blocage d'énergie lors d'un essai d'écroutissage en traction simple*. PhD thesis, Université de Montpellier II.
- [Clair, 2011] Clair, A. (2011). *Caractérisation expérimentale des propriétés micromécaniques et micromorphologiques des alliages base nickel contraints par la croissance d'une couche d'oxydes formée dans le milieu primaire d'une centrale nucléaire*. PhD thesis, Université de Bourgogne.
- [Clair et al., 2011] Clair, A., Foucault, M., and O., C. (2011). Strain mapping near a triple junction in strained Ni-based alloy using EBSD and biaxial nanogauges. *Acta materialia*, 59 :3116–3123.
- [Coffin, 1954] Coffin, L. (1954). A study on the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. *Transactions of the American Society of Mechanical Engineers*, 76 :931–950.
- [Cottrell and Bilby, 1949] Cottrell, A. and Bilby, B. (1949). Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron. *Proc. Phys. Soc. Conf. A*, 62 :49–62.
- [Dang-Van, 1973] Dang-Van, K. (1973). Sur la résistance à la fatigue des métaux. *Sciences et Techniques de l'Armement*, 47 :641–722.
- [Dang-Van et al., 1989] Dang-Van, K., Cailletaud, G., Flavenot, J.-F., Douraon, L., and Lieurade, H.-P. (1989). Criterion for high-cycles failure under multiaxial loading. *Biaxial and Multiaxial Fatigue (Sheffield)*, pages 459–478.

- [Decker and Jeulin, 2000] Decker, L. and Jeulin, D. (2000). Simulation 3d de matériaux aléatoires polycristallins. *Revue de métallurgie, CITScience et Génie des matériaux*, 97 :271–275.
- [Depres, 2004] Depres, C. (2004). *Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [Depres et al., 2008] Depres, C., Fivel, M., and Tabourot, L. (2008). A dislocation-based model for low-amplitude fatigue behaviour of face-centered cubic single crystals. *Scripta Materialia*, 58 :1086–1089.
- [Diard et al., 2002] Diard, O., Leclercq, S., Rousselier, G., and Cailletaud, G. (2002). Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals : application to an intergranular damage modeling. *Computational Materials Science*, 25 :73–84.
- [Diard et al., 2005] Diard, O., Leclercq, S., Rousselier, G., and Cailletaud, G. (2005). Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity. application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21 :691–722.
- [Diaz and Reed-Hill, 1979] Diaz, A. and Reed-Hill, R. (1979). Evidence for slow strain-rate embrittlement in tantalum due to oxygen. *Scripta Metallurgica*, 13 :491–496.
- [Doquet and Bertolino, 2008a] Doquet, V. and Bertolino, G. (2008a). Local approach to fatigue crack bifurcation. *International Journal of Fatigue*, 30 :942–950.
- [Doquet and Bertolino, 2008b] Doquet, V. and Bertolino, G. (2008b). A material and environment-dependent criterion for the prediction of fatigue crack paths in metallic structures. *Engineering Fracture Mechanics*, 75 :3399–3412.
- [Doumalin, 2000] Doumalin, P. (2000). *Microextensométrie Locale par Corrélation d'Images Numériques : Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, Palaiseau.
- [Dunne et al., 2007] Dunne, F., Wilkinson, A., and Allen, R. (2007). Experimental and computational studies of low cycle fatigue crack nucleation in a polycrystal. *International Journal of Plasticity*, 23 :273–295.
- [Dziaszyk et al., 2010] Dziaszyk, S., Payton, E., Friedel, F., Marx, V., and Eggeler, G. (2010). On the characterization of recrystallized fraction using electron backscatter diffraction : A direct comparison to local hardness in an IF steel using nanoindentation. *Materials Science and Engineering A*, 527 :7854–7864.
- [El Bartali et al., 2009] El Bartali, A., Aubin, V., and Degallaix, S. (2009). Surface observation and measurement techniques to study the fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 31 :2049–2055.
- [Elliot et al., 2004] Elliot, R., Orowan, E., Udoguchi, T., and Argon, A. (2004). Absence of yield points in iron on strain reversal after aging and the baushinger overshoot. *Mechanics of Materials*, 36 :1143–1153.
- [Eshelby, 1957] Eshelby, J. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London*, 241 :376–396.
- [Essmann et al., 1981] Essmann, U., Gösele, U., and Mughrabi, H. (1981). A model of extrusion and intrusions in fatigued metals. 1. Point-defect production and the growth of extrusions. *Philosophical Magazine A*, 44 :405–426.
- [Eyraud, 2000] Eyraud, V. (2000). *Caractérisation par microscopie acoustique en régime impulsif de matériaux mis en forme*. PhD thesis, Université Paris VII.
- [Falanga, 1979] Falanga, A. (1979). Influence des éléments interstitiels dans le tantale. *Note interne CEA*.
- [Fatemi and Socie, 1988] Fatemi, A. and Socie, D. (1988). A critical plane approach to multiaxial fatigue damage including out-of-phase loading. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 11 :149–165.

- [Fisher, 1977] Fisher, E. (1977). Effects of hydrogen and UHV annealing on elastic moduli of tantalum. *Scripta Met.*, 11 :685–688.
- [Fivel and Forest, 2004a] Fivel, M. and Forest, S. (2004a). Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'ingénieur*, m4016 :1–24.
- [Fivel and Forest, 2004b] Fivel, M. and Forest, S. (2004b). Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Techniques de l'ingénieur*, m4017 :1–12.
- [Fleury, 1991] Fleury, E. (1991). *Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Fonshteyn et al., 1969] Fonshteyn, N., Sarrak, V., and Maslenkov, S. (1969). Resistance of tantalum to strain and dislocation interaction with interstitial atoms. *Phys. Metals Metallogr.*, 14 :156.
- [Forest, 1996] Forest, S. (1996). *Mechanical modelling of heterogeneous deformation of single crystals*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Forest, 1998] Forest, S. (1998). Modeling slip, kink and shear banding in classical and generalized single crystal plasticity. *Acta Materialia*, 46 :3265–3281.
- [Forsyth, 1951] Forsyth, P. (1951). Some metallographic observations on the fatigue of metals. *Journal Inst. Met.*, 80 :181.
- [Forsyth, 1953] Forsyth, P. (1953). Exudation of material from slip bands at the surface of fatigued crystals of an aluminium copper alloy. *Nature*, 171 :172–173.
- [Forsyth, 1963] Forsyth, P. (1963). Fatigue damage and crack growth in aluminum alloys. *Acta Metallurgica*, 11 :703–715.
- [Forsyth, 1972] Forsyth, P. (1972). Fatigue behaviour and its dependence on microstructure. *Colloque de Métallurgie de Saclay, Saclay, France*.
- [Friedel, 1964] Friedel, J. (1964). *Dislocations*. Pergamon Press.
- [Frénois, 2001] Frénois, S. (2001). *Modélisation polycristalline du comportement mécanique du tantale. Application à la mise en forme par hydroformage*. PhD thesis, Centrale Paris.
- [Gee et al., 2009] Gee, M., Mingard, K., and Roebuck, B. (2009). Application of EBSD to the evaluation of plastic deformation in the mechanical testing of WC/Co hardmetal. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27 :300–312.
- [Gerberich et al., 1998] Gerberich, W., Harvey, S., Kramer, D., and Hoehn, J. (1998). Low and high cycle fatigue - a continuum supported by AFM observations. *Acta Materialia*, 46 :5007–5021.
- [Gilbert, 1962] Gilbert, E. (1962). Random subdivisions of space into crystals. *Annals of Mathematical Statistics*, 33 :958–972.
- [Goodman, 1899] Goodman, J. (1899). *Mechanics Applied to Engineering*. Longmans Green, London.
- [Graff, 2006] Graff, S. (2006). *Viscoplastic behavior of Zirconium alloys in the temperature range 20C-400C : characterization and modelling of strain ageing*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Graff et al., 2004] Graff, S., Forest, S., Strudel, J., Prioul, C., Pilvin, P., and Bechade, J. (2004). Strain localization phenomena associated with static and dynamic strain ageing in notched specimens : experiments and finite element simulations. *Material Science and Engineering A*, 387-389 :181–185.
- [Graff et al., 2005] Graff, S., Forest, S., Strudel, J., Prioul, C., Pilvin, P., and Bechade, J. (2005). Finite element simulations of dynamic strain ageing effects at V-notches and crack tips. *Scripta Materialia*, 52 :1181–1186.
- [Grédiac and Hild, 2011] Grédiac, M. and Hild, F. (2011). *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*. Hermès Science.

- [Guilhem, 2011] Guilhem, Y. (2011). *Etude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Guilhem et al., 2013] Guilhem, Y., Basseville, S., Curtit, F., Stephan, J., and Cailletaud, G. (2013). Numerical investigations of the free surface effect in three-dimensional polycrystalline aggregates. *Computational Materials Science*, 70 :150–162.
- [Guillaumain, 2009] Guillaumain, J. (2009). Etude du comportement du tantale en fatigue à grand nombre de cycles. *Document interne CEA*.
- [Gérard, 2008] Gérard, C. (2008). *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. PhD thesis, Université Paris 13.
- [Haigh, 1915] Haigh, B. (1915). Report on alternating stress tests of a sample of mild steel received from BASC. *Report of the British Association*, 85 :163–170.
- [Haigh, 1917] Haigh, B. (1917). Experiments on the fatigue of brasses. *Journal of the Institute of Metals*, 18 :55–77.
- [Helstroffer, 2010] Helstroffer, A. (2010). Etude en fatigue du tantale. *Rapport de stage Document interne CEA*.
- [Herrera et al., 2011] Herrera, C., Ponge, D., and Raabe, D. (2011). Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by reduction of austenite stability. *Acta Materialia*, 59 :4653–4664.
- [Hill, 1965] Hill, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 13 :89–101.
- [Hirsch, 1960] Hirsch, P. (1960). *5th Int. Congress of Crystallography*. Cambridge.
- [Hochhalter and Littlewood, 2010] Hochhalter, J. and Littlewood, D. (2010). A geometric approach to modeling microstructurally small fatigue crack formation : II. Physically based modeling of microstructure-dependent slip localization and actuation of the crack nucleation mechanism in AA 1075-t651. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18 :045004.
- [Hochhalter and Littlewood, 2011] Hochhalter, J. and Littlewood, D. (2011). A geometric approach to modeling microstructurally small fatigue crack formation : III. Development of a semi-empirical model for nucleation. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 19 :035008.
- [Hoge and Mukherjee, 1977] Hoge, K. and Mukherjee, A. (1977). The temperature and strain rate dependence of the flow stress of tantalum. *Journal of Materials Science*, 12 :1666–1672.
- [Hosseini and Kazeminezhad, 2009] Hosseini, E. and Kazeminezhad, M. (2009). Dislocation structure and strength evolution of heavily deformed tantalum. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27 :605–610.
- [Houillon, 2009] Houillon, M. (2009). *Modélisation du procédé de fluotournage du tantale et du traitement thermique associé*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Irwin, 1957] Irwin, G. (1957). Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24 :361–364.
- [Jacquelin et al., 1983] Jacquelin, B., Hourlier, F., and Pineau, A. (1983). Crack initiation under low-cycle multiaxial fatigue in type 316l stainless steel. *Journal of Pressure Vessel Technology*, 105 :138–143.
- [Jousset, 2008] Jousset, H. (2008). *Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Juanicotena, 1998] Juanicotena, A. (1998). *Etude théorique et expérimentale du comportement viscoplastique deS matériaux aux grandes déformations et grandes vitesses de déformation. Application à l'acier Mars 190 et au tantale*. PhD thesis, Université de Metz.

- [Kamaya et al., 2006] Kamaya, M., Wilkinson, A., and Titchmarsh, J. (2006). Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*, 54 :539–548.
- [Keller. et al., 2012] Keller., C., Hug, E., Habraken, A., and Duchene, L. (2012). Finite element analysis of the free surface effects on the mechanical behavior of thin nickel polycrystals. *International Journal of Plasticity*, 29 :155–172.
- [Kerisit, 2012] Kerisit, C. (2012). *Analyse de recristallisation statique du tantale déformé à froid pour une modélisation en champ moyen*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure de Mines de Paris.
- [Knobbe et al., 2010] Knobbe, H., Köster, P., Christ, H.-J., Fritzen, C.-P., and Riedler, M. (2010). Initiation and propagation of short fatigue cracks in forged Ti6Al4V. *Procedia Engineering*, 2 :931–940.
- [Kobayashi et al., 2008] Kobayashi, S., Inomata, T., Kobayashi, H., Tsurekawa, S., and Watanabe, T. (2008). Effects of grain boundary - and triple junction- character on intergranular fatigue crack nucleation in polycrystalline aluminum. *Journal of Materials Science*, 43 :3792–3799.
- [Kothari and Anand, 1998] Kothari, M. and Anand, L. (1998). Elasto-viscoplastic constitutive equations for polycrystalline metals : application to tantalum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 :51–83.
- [Kröner, 1961] Kröner, E. (1961). Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9 :155–161.
- [Kroupa, 1963] Kroupa, F. (1963). Wechselnde Aufspaltung einer Schraubenversetzung in kubisch raumzentrierten Metallen. *Physica Status Solidi*, 3 :K391–K393.
- [Kroupa, 1967] Kroupa, F. (1967). *Plastic deformation of BCC metals with special reference to slip geometry*. Ecole d’été de Pont-à-Mousson, Nancy.
- [Krupp, 2007] Krupp, U. (2007). *Fatigue crack in Metals and Alloys : Microstructural Aspects and Modelling concepts*. Wiley-VCH.
- [Kubin and Estrin, 1985] Kubin, L. and Estrin, Y. (1985). The portevin-le chatelier effect in deformation with constant stress rate. *Acta Metallurgica*, 33 :397–407.
- [Kubin and Estrin, 1989a] Kubin, L. and Estrin, Y. (1989a). Comment on the strain rate sensitivity during serrated yielding. *Scripta Metallurgica*, 23 :815–817.
- [Kubin and Estrin, 1989b] Kubin, L. and Estrin, Y. (1989b). Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the portevin-le chatelier effect. *Acta Metallurgica*, 38-5 :697–708.
- [Kubin et al., 1984] Kubin, L., Estrin, Y., and Spiesser, P. (1984). Low-temperature plastic deformation of metals and the bifurcation theory. *Res. Mechanica*, 10 :25–38.
- [Kuo et al., 2008] Kuo, J.-C., Chen, D., Tung, S.-H., and Shih, M.-H. (2008). Prediction of the orientation spread in an aluminum bicrystal during plane strain compression using a dic-based taylor model. *Computational Materials Science*, 42 :564–569.
- [Lachenmann and Schultz, 1970] Lachenmann, R. and Schultz, H. (1970). Inherent lattice hardening and interstitial solution hardening in tantalum. *Scripta Metallurgica*, 4 :709–714.
- [Lebedkina and Lebyodkin, 2008] Lebedkina, T. and Lebyodkin, M. (2008). Effect of deformation geometry on the intermittent plastic flow associated with de portevin-le chatelier effect. *Acta Materialia*, 56 :5567–5574.
- [Lebensohn et al., 2005] Lebensohn, R., Castelnau, O., Brenner, R., and Gilormini, P. (2005). Study of the antilplane deformation linear 2-d polycrystals with different microstructures. *International Journal of Solids and Structures*, 42 :5441–5459.
- [Lebyodkin et al., 1996] Lebyodkin, L., Brechet, Y., Estrin, Y., and Kubin, L. (1996). Statistical behaviour and strain localization patterns in the portevin-le chatelier effect. *Acta Materialia*, 44 :4531–4541.

- [Lebyodkin et al., 1997] Lebyodkin, M., Dunin-Barkowskii, L., Brechet, Y., Estrin, Y., and Kubin, L. (1997). Kinetics and statistics of jerky flow : experiments and computer simulations. *Materials Science and Engineering A*, 234 :115–118.
- [Lebyodkin et al., 2000] Lebyodkin, M., Dunin-Barkowskii, L., Brechet, Y., Estrin, Y., and Kubin, L. (2000). Spatio-temporal dynamics of the portevin-le chatelier effect : experiment and modelling. *Acta Materialia*, 48 :2529–2541.
- [Lin, 1957] Lin, T. (1957). Analysis of elastic and plastic strains of a faced-centered cubic crystal. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 5 :143–149.
- [Llorca et al., 2000] Llorca, F., Juanicotena, A., and Dambrun, C. (2000). Modeling of the high strain and high strain rate behavior of tantalum - Application to the dynamic expansion of a spherical shell. *Shock compression of condensed materials*, 505 :455–458.
- [Louche, 1999] Louche, H. (1999). *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans des aciers*. PhD thesis, Université de Montpellier II.
- [Lüders, 1860] Lüders, W. (1860). Über die ausserung der elasticitat an stahlartigen eisenstaben und stahlstaber und uber eine beim biegen solcher stabe beobachtete molecularbewegung. *Dinglers Polytech. Journal*, 155 :18–22.
- [Ma and Laird, 1989] Ma, B. and Laird, C. (1989). Overview of fatigue behavior in copper single crystals (parts 1 to 5). *acta metall.*, 37(2) :325–379.
- [Madec, 2003] Madec, R. (2003). Détermination de la loi de comportement pour l'écroissage haute température du tantale par dynamique des dislocations.
- [Magnin et al., 1984] Magnin, T., Driver, J., Lepinoux, J., and Kubin, L. (1984). Aspects microstructuraux de la deformation cyclique dans les metaux et alliages C.C. et C.F.C. - I. consolidation cyclique. *Revue de Physique Appliquée*, 19 :467–482.
- [Manson, 1954] Manson, S. (1954). *Behavior of materials under conditions of thermal stress*. National Advisory Commission on Aeronautics : Report 1170.
- [Marais, 2012] Marais, A. (2012). *Influence du vieillissement statique sur la transition ductile-fragile des aciers au C-Mn*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Marais et al., 2012] Marais, A., Mazière, M., Forest, S., Parrot, A., and Le Delliou, P. (2012). Identification of a strain-aging model accounting for luders behaviour in a C-Mn steel. *Philosophical magazine*, 92 :3589–3617.
- [Maudlin et al., 2003] Maudlin, P., Bingert, J., and Gray III, G. (2003). Low-symmetry plastic deformation in BCC tantalum : experimental observations, modeling and simulations. *International Journal of Plasticity*, 19 :483–515.
- [McCormick, 1998] McCormick, P. (1998). Theory of flow localisation due to dynamic strain ageing. *Acta Metallurgica*, 36 :3061–3067.
- [McDowell, 1995] McDowell, D. (1995). Stress state dependence of cyclic ratchetting behavior of two rail steels. *International Journal of Plasticity*, 11 :397–421.
- [Mecking, 1981] Mecking, H. K. U. (1981). Kinetics of flow and strain hardening. *Acta Metallurgica*, 29 :1865–1875.
- [Mitchell et al., 1963] Mitchell, T., Foxall, R., and Hirsch, P. (1963). Work hardening in niobium single crystals. *Philosophical Magazine*, 8 :1895–1919.
- [Mitchell and Spitzig, 1965] Mitchell, T. and Spitzig, W. (1965). Three-stage hardening in tantalum single crystals. *Acta Metallurgica*, 13 :1169–1179.
- [Mordike and Rudolph, 1967] Mordike, B. and Rudolph, G. (1967). Three stage hardening in tantalum deformed in compression. *Journal of Materials Science*, 2 :332–338.
- [Mughrabi, 2008] Mughrabi, H. (2008). Cyclic slip irreversibilities and the evolution of fatigue damage. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40A :1257–1279.
- [Mughrabi et al., 1981] Mughrabi, H., Herz, K., and Stark, X. (1981). Cyclic deformation and fatigue behavior of alpha-iron mono- and poly-crystals. *International Journal of Fracture*, 17 :193–220.

- [Mughrabi et al., 1983] Mughrabi, H., Wang, R., Differt, K., and Essmann, U. (1983). *Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in High-Cycle Fatigue*. ASTM STP 811.
- [Musienko, 2005] Musienko, A. (2005). *Plasticité cristalline en présence de grandes déformations et d'endommagement*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Méric and Cailletaud, 1991] Méric, L. and Cailletaud, G. (1991). Single crystal modeling for structural calculations. Part. 2 : finite element implementation. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 113 :171–182.
- [Nadai, 1931] Nadai, A. (1931). *Plasticity - A mechanics of the plastic state of matter*. Ed. Mc Grow-Hill Company.
- [Nadal, 2011] Nadal, F. (2011). *Résistance en fatigue du tantale*. Document interne CEA.
- [Nakada and Keh, 1965] Nakada, Y. and Keh, A. (1965). Solid solution hardening in Fe-N single crystal. *Journal of metals*, 17 :1055–.
- [Nemat-Nasser et al., 1998a] Nemat-Nasser, S., Isaacs, J., and Liu, M. (1998a). Microstructure of high-strain, high-strain-rate deformed tantalum. *Acta Materialia*, 46 :1307–1325.
- [Nemat-Nasser et al., 1998b] Nemat-Nasser, S., Okinaka, T., and Ni, L. (1998b). A physically-based constitutive model for BCC crystals with application to polycrystalline tantalum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 :1009–1038.
- [Norlain, 1999] Norlain, M. (1999). *Comportement mécanique du tantale, texture et recristallisation*. PhD thesis, Travaux non-publiés.
- [Pantleon et al., 2008] Pantleon, W., He, W., Johansson, T., and Gundlach, C. (2008). Orientation inhomogeneities within individual grains in cold-rolled aluminium resolved by electron backscatter diffraction. *Materials Science and Engineering A*, 483 :668–671.
- [Papakyriacou et al., 2002] Papakyriacou, M., Mayer, H., and Plenk, H. (2002). Cyclic plastic deformation of tantalum and niobium at very high number of cycles. *Materials Science and Engineering A*, 325 :520–524.
- [Papakyriacou et al., 2001] Papakyriacou, M., Mayer, H., and Pypen, C. (2001). Influence of loading frequency on high cycle fatigue properties of bcc and hcp metals. *Materials Science and Engineering A*, 308 :143–152.
- [Paris and Erdogan, 1963] Paris, P. and Erdogan, F. (1963). A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, 85 :528–534.
- [Paris et al., 1961] Paris, P., Gomez, M., and Anderson, W. (1961). A rational analytic theory of fatigue. *The Trend in Engineering*, 13 :9–14.
- [Paris, 2008] Paris, T. (2008). *Modélisation du comportement mécanique des liaisons soudées hétérogènes Ta/TA6V4 : comportement et critère de rupture*. PhD thesis, Université de Technologie de Troyes.
- [Parisot et al., 2000] Parisot, R., Forest, S., Gourgues, A., Pineau, A., and Mareuse, D. (2000). Modeling the mechanical behavior of multicrystalline zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheet. *Computational Materials Science*, 19 :189–204.
- [Parisot et al., 2004a] Parisot, R., Forest, S., and Pineau, A. (2004a). Deformation and damage mechanisms of zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheets : Part. I deformation modes. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A :797–811.
- [Parisot et al., 2004b] Parisot, R., Forest, S., and Pineau, A. (2004b). Deformation and damage mechanisms of zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheets : Part. II damage modes. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A :813–823.
- [Park, 1983] Park, S. (1983). *Some aspects of dynamic strain aging in the niobium-oxygen system*. PhD thesis, University of Florida.
- [Peirce et al., 1983] Peirce, D., Asaro, R., and Needleman, A. (1983). Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica*, 31 :1951–1976.
- [Penning, 1972] Penning, P. (1972). Mathematics of the portevin-le chatelier effect. *Acta Metallurgica*, 20 :1169–1175.

- [Pilvin, 1990] Pilvin, P. (1990). *Approches multiéchelles pour la prévision du comportement inélastique des métaux*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6.
- [Pilvin, 1994] Pilvin, P. (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of inelastic behaviour. In a. pineau, g. cailletaud et t. lindley. *4th International Conference on Biaxial/multiaxial Fatigue, Saint-Germain, France*, 1 :311–46.
- [Pilvin and Cailletaud, 1990] Pilvin, P. and Cailletaud, G. (1990). Intergranular and transgranular hardening in viscoplasticity. in m. zyczkowski. *Creep in Structures*, 4 :171–178.
- [Piobert, 1842] Piobert, G. (1842). *Memoire de l'Artillerie*.
- [Pouchou, 2002] Pouchou, J.-L. (2002). *L'analyse EBSD principes et applications*. EDP Sciences.
- [Priester, 2011] Priester, L. (2011). *Joints de grain et plasticité cristalline*. Hermes Science Publications.
- [Rabbe et al., 2000] Rabbe, P., Lieurade, H., and Galtier, A. (2000). Essais de fatigue - Partie 1. *Techniques de l'Ingénieur*, M4170 :2–22.
- [Racine, 2005] Racine, A. (2005). *Influence de l'orientation des hydrures sur les modes de déformation, d'endommagement et de rupture du Zircaloy-4 hydruré*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, Palaiseau.
- [Rittel et al., 2009] Rittel, D., Silva, M., Poon, B., and Ravichandran, G. (2009). Thermomechanical behavior of single crystalline tantalum in the static and dynamic regime. *Mechanics of Materials*, 41 :1323–1329.
- [Robert et al., 2012] Robert, C., Saintier, N., Palin-Luc, T., and Morel, F. (2012). Micro-mechanical modelling of high cycle fatigue behaviour of metals under multiaxial loads. *Mechanics of Materials*, 55 :112–129.
- [Rogaush and Mordike, 1970] Rogaush, K. and Mordike, B. (1970). Asymetry of slip in tantalum and tantalum alloys. *Strength of Metals and Alloys (2nd Conference)*, 1 :168.
- [Saada and Kruml, 2013] Saada, G. and Kruml, T. (2013). Removal of plastic instabilities by reversal of the applied stress. *Philosophical Magazine*, 93 :256–271.
- [Saintier, 2001] Saintier, N. (2001). *Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NR chargé : mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Saintier et al., 2013] Saintier, N., Palin-Luc, T., Bénabes, J., and Cocheteux, F. (2013). Non-local energy based life calculation method under multiaxial variable amplitude loadings. *International Journal of Fatigue*, 54 :68–83.
- [Schoenfeld, 1998] Schoenfeld, S. (1998). Dynamic behaviour of polycrystalline tantalum. *International Journal of Plasticity*, 14 :871–890.
- [Sestak and Zarubova, 1965] Sestak, B. and Zarubova, N. (1965). Asymmetry of slip in fe-si alloy single crystals. *Physica Status Solidi b*, 10 :239–250.
- [Sleeswyk, 1958] Sleeswyk, A. (1958). Slow strain hardening of lingot iron. *Acta Met.*, 6 :598–603.
- [Snoek, 1941] Snoek, J. (1941). Effect of small quantities of carbon and nitrogen on the elastic and plastic properties of iron. *Physica*, 8 :711–733.
- [Soler, 1998] Soler, M. (1998). *Etude du vieillissement d'un acier à bake-hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction - corrélation de la microstructure*. PhD thesis, INSA Lyon.
- [Sommer et al., 1998] Sommer, C., Mughrabi, H., and Lochner, D. (1998). Influence of carbon content on the cyclic deformation and fatigue behavior of alpha-iron. Part II : crack initiation and fatigue life. *Acta Materialia*, 46 :1537–1546.
- [Strudel, 1984] Strudel, J. (1984). *Interactions between dislocations and impurities*. University of Tokyo.
- [Suresh, 1998] Suresh, S. (1998). *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press.

- [Sutton et al., 2008] Sutton, M., Yan, J., Tiwari, V., Schreier, H., and Orteu, J. (2008). The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements. *Optics and Lasers in Engineering*, 46 :746–757.
- [Szkopiak and Elias, 1966] Szkopiak, Z. and Elias, W. (1966). Snoek peaks and their stability in annealed and deformed tantalum. *Journal of Less Common Metals*, 11 :273–285.
- [Tabourot et al., 1997] Tabourot, L., Fivel, M., and Rauch, E. (1997). Generalised constitutive laws for f.c.c single crystals. *Materials Science and Engineering*, A234-236 :639–642.
- [Takao and Kusukawa, 1996] Takao, K. and Kusukawa, K. (1996). Low-cycle fatigue behavior of commercially pure titanium. *Materials Science and Engineering A*, 213 :81–85.
- [Takeuchi et al., 1972] Takeuchi, S., Kuramoto, E., and Suzuki, T. (1972). Orientation dependence of slip in tantalum single crystals. *Acta Metallurgica*, 20 :909–915.
- [Takeuchi and Maeda, 1977] Takeuchi, S. and Maeda, K. (1977). Slip in high purity tantalum between 0.7 and 40K. *Acta Metallurgica*, 25 :1485–1490.
- [Taylor, 1938] Taylor, G. (1938). Plastic strain in metals. *Journal of the Institute of Metals*, 62 :307–324.
- [Teodosiu et al., 1993] Teodosiu, C., Raphanel, L., and Tabourot, L. (1993). Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. In *5th MECAMAT Int. Seminar on Large Plastic Deformations : Fundamental Aspects and Applications to Metal Forming*, pages 153–168.
- [Thompson et al., 1956] Thompson, N., Wadsworth, N., and Louat, N. (1956). The origin of fatigue fracture in copper. *Philosophical Magazine A*, 1 :113–126.
- [Tomkins, 1968] Tomkins, B. (1968). Fatigue crack propagation - an analysis. *Philosophical Magazine*, 18 :1041–1066.
- [Varchon et al., 1982] Varchon, D., Delobelle, P., and Oytana, C. (1982). Mécanismes de relaxation inélastique dans le niobium et le tantale au voisinage de l’ambiante. influence de la teneur en oxygène et de l’écrouissage. *Revue Phys. Appl.*, 17 :261–271.
- [Vignal et al., 2005] Vignal, V., Finot, E., Oltra, R., Lacroute, Y., Bourillot, E., and Dereux, A. (2005). Mapping the 3D-surface strain field of patterned tensile stainless steels using atomic force microscopy. *Ultramicroscopy*, 103 :183–189.
- [Vignal et al., 2013] Vignal, V., Ba, D., Zhang, H., Herbst, F., and Le Manchet, S. (2013). Influence of the grain orientation spread on the pitting corrosion resistance of duplex stainless steels using electron backscatter diffraction and critical pitting temperature test at the microscale. *Corrosion Science*, 68 :275–278.
- [Villechaise et al., 2002] Villechaise, P., Sabatier, L., and Girard, J. (2002). On slip band features and crack initiation in fatigued 316l austenitic steel : Part 1 : Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy. *Materials Science and Engineering*, A323 :377–385.
- [Vitek, 1974] Vitek, V. (1974). Theory of the core structures of dislocations in body centred cubic (BCC) metals. *Crystals lattice defects*, 5 :1–34.
- [Votava, 1965] Votava, E. (1965). Effect of purity on the mechanical properties of niobium. *Journal of the less common metals*, 9 :409–415.
- [Wang et al., 2011] Wang, H., Berdin, C., Mazière, M., Forest, S., Prioul, C., Parrot, A., and Le-Delliou, P. (2011). Portevin-le chatelier (PLC) instabilities and slant fracture in c-mn steel round tensile specimens. *Scripta Materialia*, 64 :430–433.
- [Wasserbach, 1996] Wasserbach, W. (1996). *Work-hardening and dislocation behaviour of tantalum and tantalum alloys*. The minerals, Metals and Materials Society.
- [Wilkinson and Britton, 2012] Wilkinson, A. and Britton, T. (2012). Strains, planes, and EBSD in materials science. *Materials today*, 15 :366–376.

- [Wright et al., 1994] Wright, S., Gray III, G., and Rollett, A. (1994). Textural and microstructural gradient effects on the mechanical behavior of tantalum plate. *Metallurgical and materials transactions A*, 25A :1025–1031.
- [Yoshinaga and Morozumi, 1971] Yoshinaga, H. and Morozumi, S. (1971). The solute atmosphere round a moving dislocation and its drag stress. *Philosophical Magazine*, 23 :1367–1385.
- [Zeghadi, 2005] Zeghadi, A. (2005). *Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Zhang et al., 2009] Zhang, M., Neu, R., and McDowell, D. (2009). Microstructure-sensitive modelling : Application to fretting contacts. *International Journal of Fatigue*, 31 :1397–1406.
- [Zouhal et al., 1996] Zouhal, N., Molinari, A., and Toth, L. (1996). Elastic-plastic effects during cyclic loading as predicted by the taylor-lin model of polycrystal elasto-viscoplasticity. *International Journal of Plasticity*, 12 :343–360.



# Annexe A

## Construction des matrices de déformation

### A.1 Paramètres des matrices de jauges

La méthode de dépôt utilisée ici est celle développée au sein de l'Institut Carnot de l'Université de Bourgogne, telle que décrite dans des précédents travaux [Clair et al., 2011, Vignal et al., 2005]. L'utilisation de cette technique à une échelle aussi petite que la taille de grain va ainsi permettre de mieux étudier les déformations locales à l'intérieur d'un grain ou de part et d'autre d'un joint de grain, l'effet de voisinage, etc.

Elle consiste en un dépôt d'un réseau régulier de plots annulaires de 500 nm de diamètre, distants de 5  $\mu m$  et hauts d'environ 100 nm. Chaque matrice mesure  $400 \times 400 \mu m^2$ , soit 6400 plots au total par matrice.

Cette configuration correspond aux limites autorisées par les moyens de dépôt. En effet, pour des zones plus larges, le faisceau défocalise durant l'insolation. Pour couvrir une zone plus large, il est cependant possible de juxtaposer plusieurs matrices, ce qui a été fait ici. D'autres méthodes ont été utilisées dans la littérature, notamment le dépôt de grilles constituées de fines lignes en or [Saintier, 2001, Doquet and Bertolino, 2008b, Doquet and Bertolino, 2008a].

Le matériau choisi pour les plots est le nickel, qui permet d'avoir un bon contraste avec le tantale. Ainsi, les images en électrons rétrodiffusés permettent d'obtenir un contraste optimum, tout en s'affranchissant partiellement des effets de topologie.

Cette géométrie de matrices de jauges permet un bon compromis entre la résolution de nos mesures et les dimensions de la zone couverte par les grilles. En effet, les temps de fabrication des matrices est assez long, et un choix a dû être fait. De plus, cette géométrie de matrices a permis de ne prendre qu'une seule image par matrice.

### A.2 Processus d'élaboration des jauges de déformation

La fabrication des jauges de déformation comporte six étapes au total. L'éprouvette utilisée nécessite des précautions spécifiques. En effet, ses grandes dimensions sont critiques pour toutes les opérations de préparation et d'observation. Les dimensions des sas des différents MEB permettent juste le passage des éprouvettes, et la densité importante du tantale pose problème pour le dépôt de PMMA (vitesse de rotation très importante lors de la centrifugation). De ce fait, la première étape a été de concevoir un support spécifique pour l'éprouvette, qui permette de réaliser toutes les opérations d'élaboration et d'observation avec un minimum de manipula-

tions.

### A.2.1 Préparation du substrat

Une seule face est polie pour la préparer au dépôt. La surface initiale des éprouvettes étant suffisamment propre, il est possible de commencer le polissage à un grain assez fin, 600 à 800 selon les cas.

Le protocole de polissage est le suivant :

Papier (grain)	Vitesse (tr/min)	Temps	commentaires
600	150	30 sec	eau peu abondante faible pression
800	150	30 sec	eau peu abondante faible pression
1200	150	30-60 sec	eau peu abondante faible pression
2400	150	30-60 sec	eau peu abondante faible pression
4000	150	1 min	eau peu abondante faible pression
feutre + pâte diamantée 1 $\mu m$ + savon visqueux	300	2 min	pas d'eau forte pression
feutre + OPS pur + savon visqueux	300	45 min	pas d'eau très forte pression

TAB. A.1 – Procédure de polissage mécanique.

A chaque étape, il est important de déplacer l'éprouvette sur le disque, par petites rotations et translations alternées, assurant un bon état de surface.

Lors de la dernière étape à l'OPS, l'état de la surface est régulièrement contrôlé (toutes les 10 min environ), pour s'assurer de l'absence de rayures et de la disparition des cratères dûs au polissage aux gros grains. Le nettoyage de l'éprouvette se fait à l'eau. Il faut remettre régulièrement de l'OPS, afin que la mousse soit abondante, permettant un bon polissage.

La surface devient alors rugueuse d'aspect, atténuant l'effet miroir du polissage : ce sont les grains qui apparaissent progressivement.

### A.2.2 Dépôt de la résine

La résine utilisée est du PMMA, déposée en fine couche par centrifugation. On utilise un tour, appelé "spin-coater" qui fait tourner le support d'éprouvette et l'éprouvette suivant un programme prédéfini :

	Étape 1	Étape 2	Étape 3
Temps de rampe (s)	2	2	2
Vitesse de rotation (tr/min)	2000	4000	4000
Temps de maintien (s)	2	2	30

TAB. A.2 – Étapes de centrifugation.

La goutte (15  $\mu L$ ) de PMMA est déposée à l'aide d'une micro-pipette. Lors de la rotation, le PMMA polymérise partiellement, prenant une couleur bleutée. L'ho-

mogénéité de couleur dans la zone d'intérêt permet de juger de l'uniformité de l'épaisseur du dépôt, ici environ 300 nm.

Avant de passer à l'insolation, on laisse recuire l'éprouvette pendant 3 h à 175 °C afin d'évaporer complètement les solvants contenus dans la couche de résine.

### A.2.3 Lithographie électronique

La surface de l'échantillon est ensuite insolée par lithographie électronique, en utilisant le faisceau d'électrons d'un MEB modifié à cet effet. Le faisceau permet de briser localement les chaînes du polymère pour dessiner des motifs qui seront le "pochoir" du motif final. Le motif est borné par des équerres de grandes dimensions, permettant de rapidement localiser la zone d'intérêt à faible grossissement.

Un logiciel dédié (ELPHY Quantum de Raith GmbH) permet de dessiner très simplement le motif désiré, à la manière d'un logiciel de CAO.

On peut ainsi étudier les différents paramètres d'insolation pour optimiser le temps d'élaboration tout en conservant une géométrie correcte, par exemple le taux de magnification, le temps d'insolation, le pas du faisceau ou la dose.

Une observation au microscope optique permet de contrôler l'allure des grilles, si elles sont régulières et correctement insolées.

### A.2.4 Dissolution de la résine insolée

Afin de retirer le PMMA insolé, on utilise des solvants. Ils sont sélectifs en terme de masse moléculaire, et ne vont ainsi retirer que les chaînes de PMMA brisées par le faisceau.

On utilise une cuve à ultrasons à température ambiante. On commence par plonger l'échantillon pendant 45 s dans un bain de MIBK :IPA (développeur) puis pendant 30 s dans le l'isopropanol (stoppeur).

### A.2.5 Métallisation

La machine utilisée est sous vide cryogénique, permettant d'atteindre des pressions de l'ordre de  $10^{-8}$  mbar. L'espace laissé par le PMMA retiré va maintenant être rempli par une couche de nickel. Le nickel est placé dans un creuset, qui est porté à haute température par un bombardement d'électrons à 8,5 kV. Le faisceau est focalisé par des bobines électromagnétiques de part et d'autre du creuset. Une fois vaporisé, le nickel va se déposer sur l'échantillon. L'épaisseur du dépôt nominale est de 75 nm et est contrôlée en continu par des quartz.

### A.2.6 Développement

La dernière étape consiste à retirer le PMMA restant avec la couche de nickel qui s'est déposée, pour ne conserver que les plots de nickel. La dissolution s'effectue en plongeant l'échantillon dans un bain de trichloroéthylène porté à 150 °C. Un bref passage aux ultrasons peut être nécessaire pour complètement retirer le PMMA d'entre les plots. Le motif final est alors révélé. Un contrôle optique est finalement réalisé.

### A.3 Allure des matrices de plots

Les images présentées sur la figure A.1 sont réalisées à partir d'électrons rétrodiffusés. Les plots de nickel ressortent bien en foncé, tandis que le tantale, plus lourd, apparaît plus clair à l'arrière plan. Les contrastes de teintes entre les grains sont dus aux orientations cristallines.

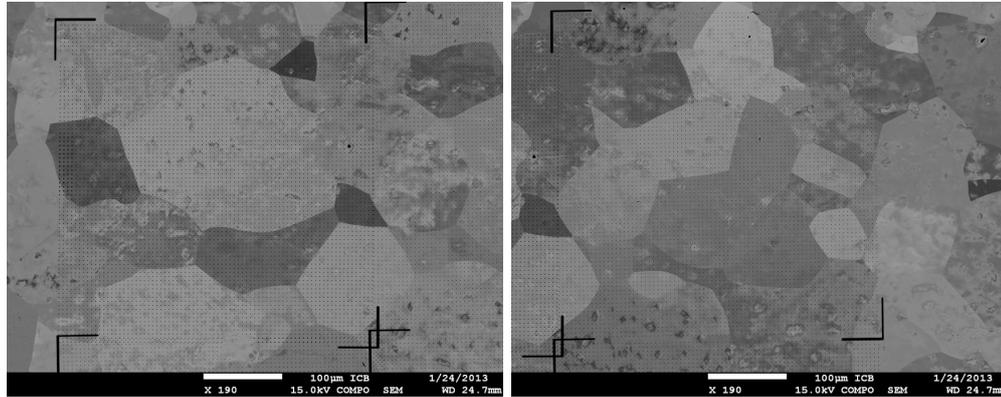


FIG. A.1 – Grilles de plots observées au microscope électronique à balayage.

Les dimensions des matrices de jauges sont tout à fait respectées, tout comme les paramètres de plots (diamètre, hauteur, forme). L'insolation et le dépôt s'effectuent donc dans des conditions optimales. Cependant, la transition entre les différentes matrices juxtaposées n'est pas très bien contrôlée, de sorte que les matrices peuvent se chevaucher ou présenter une zone non quadrillée. De ce fait, pour le dépouillement, il sera nécessaire de considérer chaque matrice de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$  individuellement.

Enfin, la reproductibilité du dépôt est très bonne et seule une faible défocalisation est observée dans les angles des matrices (plots légèrement ovalisés). Cependant, ces conditions opératoires sont tout à fait acceptables et ont été fixées pour le reste de l'étude.

### A.4 Construction des cartes de déformation

Dans un premier temps, des images des grilles ont été successivement prises lors d'un essai de traction interrompu à 0,15 ; 0,3 ; 0,8 ; 1,8 et 10% de déformation. Ces petites grilles ont permis de prendre en main le programme développé par T. Paris lors de sa thèse pour construire les cartes de déformation [Paris, 2008].

Le problème majeur de ces premières cartes est qu'il existe de larges zones sans plots, ce que ne peut pas gérer proprement le programme. Ainsi, la seconde géométrie a été choisie pour ne plus avoir de vides. Ensuite, lorsque la déformation est trop importante, le programme n'arrive plus à associer les plots avant et après déformation. Ceci est problématique pour l'essai de traction à 10% de déformation macroscopique, mais n'a pas posé de problème pour les essais de fatigue.

Plusieurs grilles ont été déposées le long de la zone utile de l'éprouvette. Elles présentent une géométrie particulière, en "damier", comme on peut partiellement le voir sur la figure A.2. La zone couverte est de  $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ , chaque matrice mesurant  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ . Ces matrices sont composées de "gros" marqueurs de  $1 \mu\text{m}$  de diamètre et distants de  $10 \mu\text{m}$ , ainsi que de "petits" marqueurs, mesurant  $100 \text{ nm}$  de diamètre et distants de  $2 \mu\text{m}$ . Cette géométrie particulière en damier a été choisie dans un premier temps pour couvrir une large zone, tout en diminuant au maximum les temps d'insolation et en permettant de conserver une bonne résolution.

Les essais mécaniques présentés ont été réalisés sur une machine électro-mécanique *Zwick* 100 kN sur une éprouvette plate de 15 mm de longueur utile et de section 8x3 mm<sup>2</sup>.

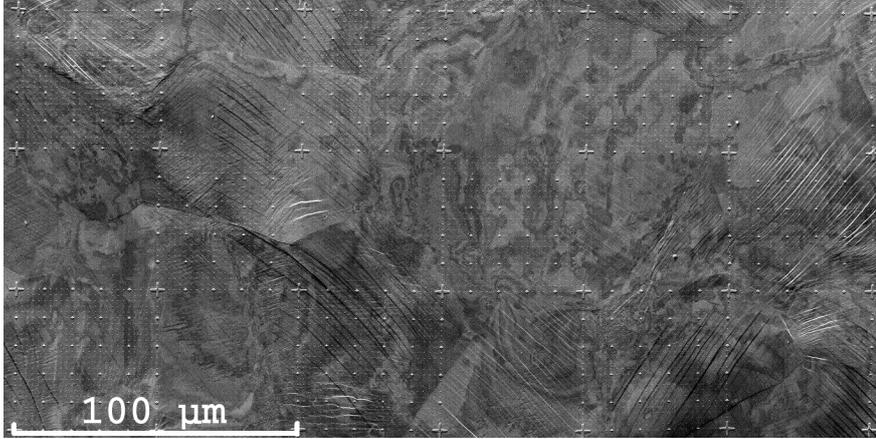


FIG. A.2 – Matrice en “damier” partielle, après 1,8% de déformation plastique.

## A.5 Calcul des déformations

### A.5.1 Méthodes implémentées

Différentes méthodes de calcul de déformations ont été utilisées, afin de tester la robustesse des valeurs de déformation obtenues. Pour de faibles niveaux de déformation, les divergences entre les méthodes de calcul sont assez faibles. En revanche, lorsque la déformation augmente, des différences sensibles sont à prévoir.

Les méthodes testées sont les suivantes :

- Déformation infinitésimale

$$e_{11} = \nabla_{11} , \quad e_{22} = \nabla_{22} , \quad e_{12} = 0.5 * (\nabla_{12} + \nabla_{21})$$

- Déformation de Green-Lagrange

$$\begin{aligned} e_{11} &= \nabla_{11} + 1/2 * (\nabla_{11} * \nabla_{11}); \\ e_{22} &= \nabla_{22} + 1/2 * (\nabla_{22} * \nabla_{22}); \\ e_{12} &= 1/2 * (\nabla_{12} + \nabla_{21}) + 1/2 * (\nabla_{12} * \nabla_{21} + \nabla_{12} * \nabla_{21}); \end{aligned}$$

- Déformation nominale

Calcul du gradient de F

$$\begin{aligned} f_{11} &= \nabla_{11} + \text{ones}(\text{dim}_v \text{ec1}, \text{dim}_v \text{ec2}); \\ f_{22} &= \nabla_{22} + \text{ones}(\text{dim}_v \text{ec1}, \text{dim}_v \text{ec2}); \\ f_{12} &= \nabla_{12}; , \quad f_{21} = \nabla_{21}; \end{aligned}$$

Calcul de U tel que F = R.U

$$\begin{aligned} \text{denom} &= (f_{11}^2 + f_{12}^2 + f_{21}^2 + f_{22}^2 - 2 * f_{12} * f_{21} + 2 * f_{11} * f_{22})^{(1/2)}; \\ u_{11} &= (f_{11}^2 + f_{21}^2 - f_{12} * f_{21} + f_{11} * f_{22}) / \text{denom}; \\ u_{22} &= (f_{12}^2 + f_{22}^2 - f_{12} * f_{21} + f_{11} * f_{22}) / \text{denom}; \\ u_{12} &= (f_{22} * f_{21} + f_{11} * f_{12}) / \text{denom}; \end{aligned}$$

Calcul des déformations nominales

$$\begin{aligned} e11 &= u11 - \text{ones}(\text{dim}_v ec1, \text{dim}_v ec2); \\ e22 &= u22 - \text{ones}(\text{dim}_v ec1, \text{dim}_v ec2); \\ e12 &= u12; \end{aligned}$$

– Déformation logarithmique

$$\begin{aligned} \text{matc11} &= 1 + 2 * \nabla 11 + \nabla 11 * \nabla 11 + \nabla 21 * \nabla 21; \\ \text{matc22} &= 1 + 2 * \nabla 22 + \nabla 22 * \nabla 22 + \nabla 12 * \nabla 12; \\ \text{matc12} &= \nabla 12 + \nabla 21 + \nabla 11 * \nabla 12 + \nabla 21 * \nabla 22; \\ & \text{for } i = 1 : \text{dim}_v ec1, \quad \text{for } j = 1 : \text{dim}_v ec2 \\ t11 &= \text{matc11}(i, j);, \quad t22 = \text{matc22}(i, j);, \quad t12 = \text{matc12}(i, j); \\ \text{deflog} &= \text{logm}([t11t12; t12t22]); \\ e11(i, j) &= 0.5 * \text{deflog}(1, 1);, \quad e22(i, j) = 0.5 * \text{deflog}(2, 2);, \\ e12(i, j) &= 0.5 * \text{deflog}(1, 2); \\ & \text{end}, \quad \text{end} \end{aligned}$$

### A.5.2 Comparatif des méthodes pour 1.8% de déformation macroscopique

Afin de comparer les valeurs de déformation calculées pour chaque pixel avec les différentes méthodes, la valeur en chaque pixel du rapport entre une méthode et une méthode de référence (ici méthode infinitésimale) a été calculé (cf. figure A.3). S’il n’y a pas de différence, l’ensemble des valeurs en chaque pixel vaut 1. Aux erreurs de mesure près, l’écart maximum de valeur de déformation en chaque pixel est de 15% quelle que soit la méthode, ce qui est tout à fait acceptable, d’autant plus que pour les matrices en “damier”, l’incertitude de détermination des barycentres de chaque plot est très importante.

Dans la suite de l’étude, c’est la méthode des déformations infinitésimales qui a été adoptée, car plus simple d’utilisation.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= U_{1,1}; \quad \varepsilon_{22} = U_{2,2}; \quad \varepsilon_{12} = \frac{1}{2}(U_{1,2} + U_{2,1}) \\ & \text{avec } U_{i,j} = \frac{\partial U_i}{\partial x_j} \end{aligned}$$

Pour une description continue de la déformation, une interpolation cubique a été effectuée entre les points de mesure.

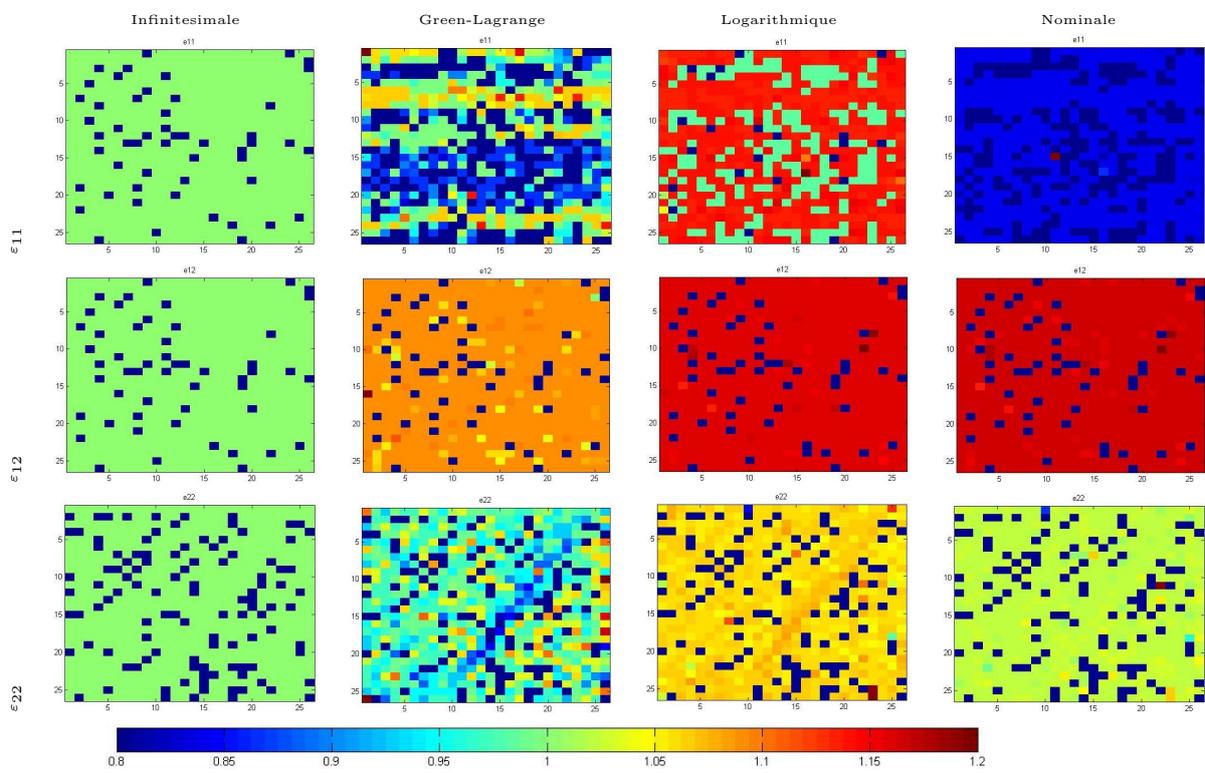


FIG. A.3 – Comparaison des méthodes de calcul des déformations rapporté à la méthode infinitésimale de référence.



# Annexe B

## Génération des microstructures

### B.1 Microstructures synthétiques

#### B.1.1 Génération des agrégats

Les microstructures tridimensionnelles utilisées pour la description des polycristaux se basent sur les outils développés précédemment [Gilbert, 1962, Barbe, 2000, Lebensohn et al., 2005, Gérard, 2008]. Pour ce faire,  $N$  germes sont générés dans un domaine parallélépipédique par processus de Poisson (figure B.1 (a)). L’algorithme s’arrête si les  $N$  germes sont tirés ou si l’ensemble de l’espace est occupé par les sphères de répulsion. Afin d’assurer une bonne géométrie des futurs grains, un paramètre de répulsion est utilisé, interdisant l’apparition d’autres germes dans une certaine zone.

Ensuite, ce domaine est répliqué dans les trois directions de l’espace par translation (figure B.1 (b)). A partir de ces germes, une décomposition de Voronoï (module Qhull) est réalisée (figure B.1 (d)), qui va permettre de délimiter des sous-domaines, qui vont constituer les grains. Enfin, le domaine est maillé d’abord en surface (programme BLSurf) puis en volume (programme GHS3D); les conditions périodiques sont appliquées aux “bords libres”.

Les éléments et limites suivent les formes des grains, on obtient ainsi des limites non-planes. De plus, aucun polyèdre n’étant tronqué, on obtient des éléments non aplatis, avec une taille de maille homogène et un bon indice de qualité, garant d’une bonne convergence des calculs.

Le type de géométries obtenues est typiquement celui présenté sur la figure B.2. Cet agrégat périodique est constitué de 50 grains, et présente des formes de grains tout à fait correctes. Des agrégats plus gros ont été réalisés (jusqu’à 300 grains), avec différentes densités de maillages.

#### B.1.2 Conditions aux limites conservant la périodicité

L’utilisation de conditions aux limites périodiques permet de s’affranchir des effets de bords, nuisibles au rendement des calculs [Barbe, 2000, Gérard, 2008]. En effet, dans les agrégats non périodiques, des contraintes cinématiques sont introduites à cause de la déformation uniforme imposée aux bords suivant les directions périodiques. Pour se départir de ces effets, une déformation moyenne  $\tilde{E}$  est imposée à la frontière du domaine, auquel une variation périodique  $\bar{v}$  des degrés de liberté (DDL) est ajoutée à la frontière du domaine.

$$\bar{u} = \tilde{E} \cdot \bar{x} + \bar{v} ; \forall \bar{x} \in V \quad (\text{B.1})$$

$\bar{u}$  vecteur de déplacement associé à  $\bar{x}$ ;

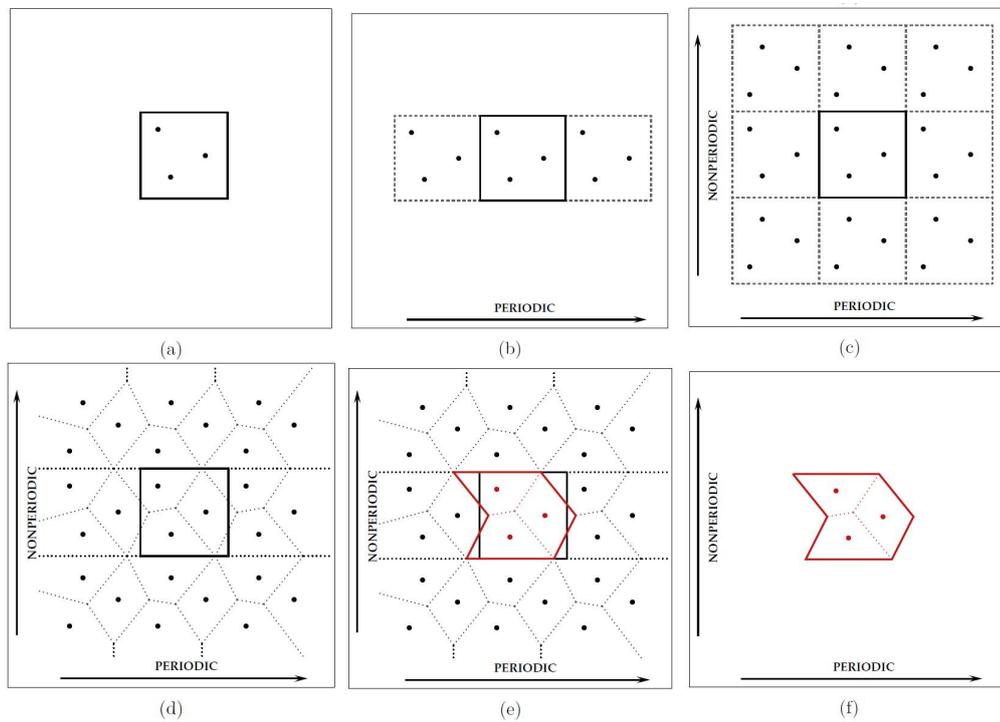


FIG. B.1 – Schéma décrivant la construction en 6 étapes d'un agrégat 2D semi-périodique constitué de trois grains. (a) répartition des germes dans le domaine initial. (b) Réplication par translation dans la direction périodique. (c) Réplication par symétrie dans la direction non-périodique. (d) Décomposition de Voronoï. (e) Récupération des grains issus des germes initiaux. (f) Topologie finale. D'après Y. Guilhem [Guilhem, 2011].

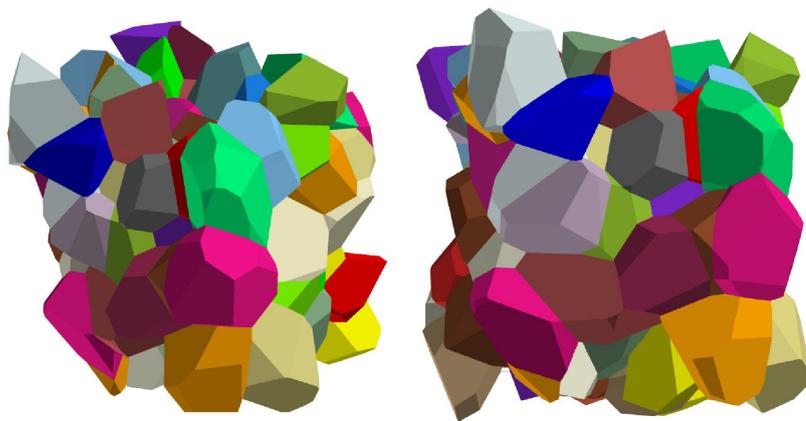


FIG. B.2 – Agrégat synthétique périodique.

$\tilde{E}$  déformation moyenne imposée avec des conditions de périodicité entre les degrés de liberté ;  
 $\bar{x}$  coordonnées d'un point matériel appartenant à  $V$  ;  
 $\bar{v}$  vecteur de fluctuations périodiques, prenant la même valeur en deux points opposés.

Ainsi, pour deux points matériels opposés (de coordonnées  $\bar{x}^+$  et  $\bar{x}^-$ ) on obtient :

$$\bar{u}(\bar{x}^+) - \bar{u}(\bar{x}^-) = \tilde{E}(\bar{x}^+ - \bar{x}^-) \quad (\text{B.2})$$

La différence de déformation entre deux nœuds opposés est ainsi uniquement liée au tenseur de déformation imposée  $\tilde{E}$ .

Dans le cas simple d'un cube, les sommets appartiennent au même groupe de périodicité, les arêtes parallèles constituent également un groupe. Enfin, les nœuds des faces (en excluant les sommets et arêtes) constituent deux à deux des associations de nœuds maître/esclave. L'ensemble de ces procédures a été implémenté dans Z-set, permettant de générer facilement les microstructures souhaitées.

### B.1.3 Conditions semi-périodiques

Il est possible d'enrichir les informations obtenues à partir des agrégats périodiques en introduisant des conditions de surface libre. On sait qu'en fatigue, la localisation de la déformation plastique se fait essentiellement dans les grains de surface [Thompson et al., 1956]. C'est l'organisation progressive de la microstructure qui va engendrer des bandes de glissement intenses, qui seront des lieux potentiels d'amorces de fissures [Ma and Laird, 1989], [Depres, 2004]. On peut ainsi à la fois s'affranchir des effets de bords, et traiter des problèmes de surface libre, qui nous intéressent particulièrement pour la suite de cette étude.

Une méthode de génération de maillage spécifique est alors utilisée : au lieu de répliquer le domaine d'origine par translation, on le fait par symétrie, ce qui permet d'introduire une direction de l'espace non-périodique (figure B.1 (a-f)) [Guilhem, 2011]. Utilisation du module Zvpoly3d, qui permet de générer des maillages synthétiques par décomposition de Voronoï avec les critères voulus (2D-3D, conditions de maillage, type d'éléments, etc.). Ce module est dérivé de Vpoly3d, qui est un programme de génération de structures polycristallines créé par le Centre de Morphologie Mathématique [Decker and Jeulin, 2000].

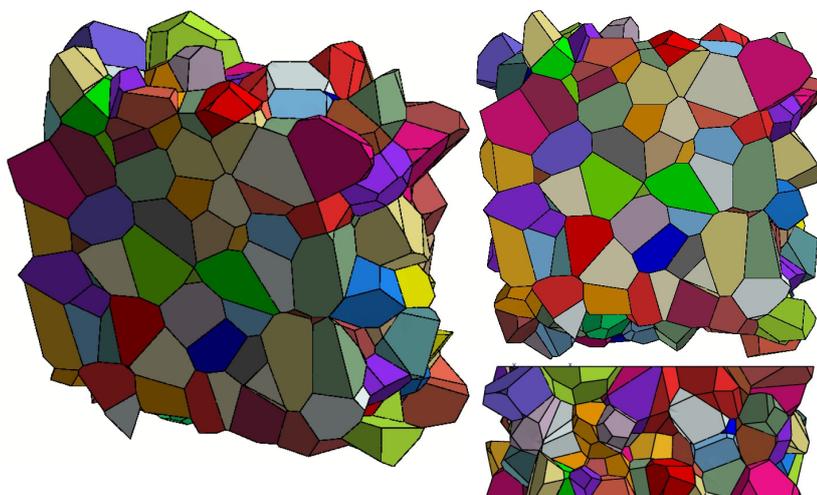


FIG. B.3 – Agrégat synthétique semi-périodique composé de 250 grains.

Le type de géométries obtenues est typiquement celui présenté sur la figure B.3. La direction non-périodique est clairement visible, avec les deux surfaces planes, permettant de générer les conditions de surface libres.

## Annexe C

# Etude des paramètres de viscosité : comportement collaboratif des grains dans le cas d'un acier

### C.1 Approches monocristalline et bicristalline

Cette section est consacrée à l'étude complète en plasticité cristalline du comportement d'un acier C-Mn tel que celui utilisé dans les travaux précédents sur le vieillissement, par exemple ceux d'A. Marais [Marais et al., 2012].

L'acier considéré présente expérimentalement un pic de contrainte assez important et pointu, puis un plateau de Lüders assez large, permettant de bien étudier la propagation de la bande de Lüders au travers de la zone utile de l'éprouvette. Diverses simulations ont ainsi été réalisées en utilisant le modèle de plasticité cristalline avec un terme de vieillissement statique tel que présenté dans le chapitre 3, depuis le monocristal jusqu'au polycristal.

Les paramètres de la loi de comportement ont été identifiés par méthode inverse et sont récapitulés dans le tableau C.1, en utilisant des essais monotones à différentes vitesses et à température ambiante. Il n'y a ainsi pas d'écrouissage cinématique. Les paramètres liés au vieillissement sont basés sur ceux identifiés pour le modèle macroscopique par A. Marais [Marais et al., 2012]. De plus, l'élasticité a été supposée isotrope, avec un module d'Young de 218 GPa et un coefficient de poisson de 0,3. Les simulations pour cette identification ont été effectuées en utilisant un agrégat composé de 50 grains grossièrement maillés, avec une texture tirée aléatoirement.

$d_{e0}$	$2.75 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$	$P_1$	183,2 MPa
$\sigma_0$	18.925 MPa	$P_2$	$0.03951 \text{ s}^{-\beta}$
$Q$	5	$\omega$	$5 \cdot 10^{-4}$
$b$	1.5	$\beta$	0.334
$h_i$	1	$t_{a0}$	$1.59 \cdot 10^4 \text{ s}$

TAB. C.1 – Paramètres du modèle de Méric-Cailletaud avec paramètres de vieillissement identifiés pour un acier C-Mn.

### C.1.1 Monocrystal

Dans un premier temps, on s'attache donc à étudier le comportement intrinsèque du matériau. Le maillage utilisé est de type non-périodique, composé de 3600 éléments et 22208 degrés de liberté. Le monocristal d'orientation  $\bar{n} = [100]$  et  $\bar{m} = [010]$  est incliné à  $50^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation (verticale).

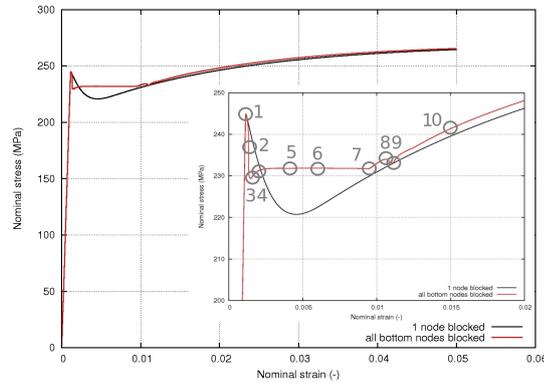


FIG. C.1 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un monocristal en acier : choix des cartes d'intérêt. Deux types de conditions aux limites différentes sont représentées.

Plusieurs cartes ont été extraites du calcul complet (figure C.1) et sont reportées sur la figure C.2, où est tracée la somme des vitesses de glissement sur tous les systèmes de glissement  $\sum_s |\dot{\gamma}^s|$ . Notre intérêt se portant essentiellement sur les phénomènes de localisation de la déformation associés au désancrage, les cartes sont toutes focalisées sur le tout début de la courbe de traction, jusqu'à 1,5% de déformation macroscopique.

Les sauts visibles sur la courbe macroscopique (figure C.1 cartes 3, 7, 8 et 9) correspondent aux interactions entre la bande de localisation et les effets de bords, soit en bas pour la carte (3), soit au moment où la bande atteint l'autre côté de l'éprouvette (7) et où elle s'y résorbe (8) et (9).

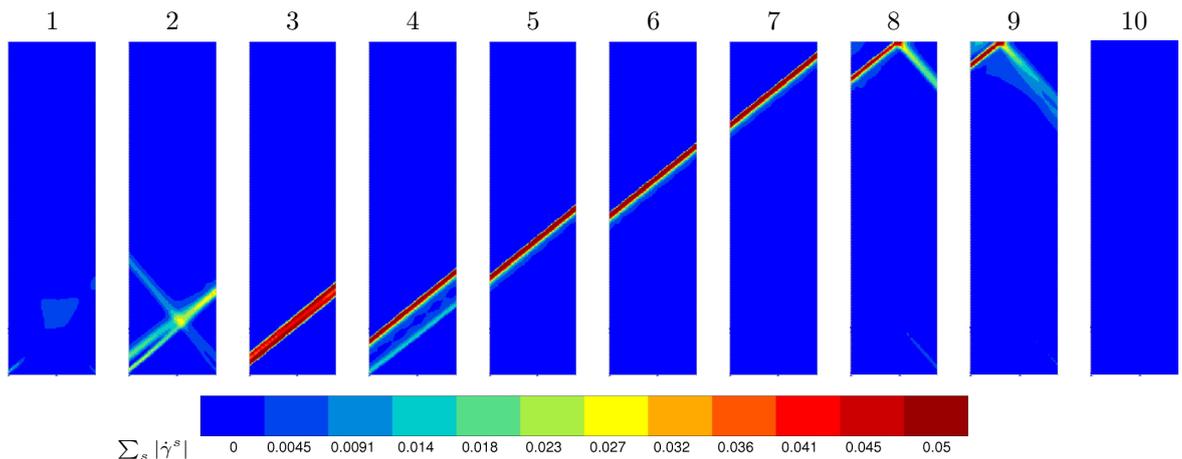


FIG. C.2 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un monocristal en acier. Évolution de la vitesse de glissement cumulée.

Tout d'abord, il est à noter qu'il existe une dépendance aux conditions aux limites pour l'apparition de la localisation. En effet, si un seul nœud de la partie basse est bloqué (courbe noire sur la figure

C.1), il n’y a pas de bande de localisation qui apparaît et le comportement macroscopique ne présente pas de plateau, mais un pic “visqueux” comme celui observé dans le tantale. En revanche, si tous les nœuds de la partie basse sont bloqués (courbe rouge sur la figure C.1), la localisation peut se produire, et une bande de Lüders associée au vieillissement statique apparaît en bas du monocristal et se propage au travers de la zone utile jusqu’à atteindre le haut de l’éprouvette. Les autres termes d’écroutissage deviennent alors prédominants.

L’amplitude du pic est d’environ 15 MPa et la bande de Lüders est très marquée et étroite, avec un front de bande très net et intense.

### C.1.2 Bicristal

Afin de comprendre l’effet d’un joint de grain sur l’apparition et la propagation de la bande, la même simulation a été réalisée sur un bicristal, le joint de grain étant vertical, placé au centre de l’éprouvette. Le maillage utilisé ici est composé de 8000 éléments et 48969 DDL. Chaque grain a une orientation cristalline telle que  $\bar{n} = [100]$  et  $\bar{m} = [010]$  soient inclinés par rapport à la direction de sollicitation, tout en évitant une orientation trop symétrique telle que  $45^\circ$ . Ainsi, le grain de gauche est incliné à  $50^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation et celui de droite à  $30^\circ$ .

Les mêmes conditions aux limites ont été testées que pour le monocristal, et cette fois-ci la localisation se produit dans les deux cas (cf. figure C.3). En effet, la présence du joint de grain en bas du bicristal suffit à déclencher la localisation de la déformation.

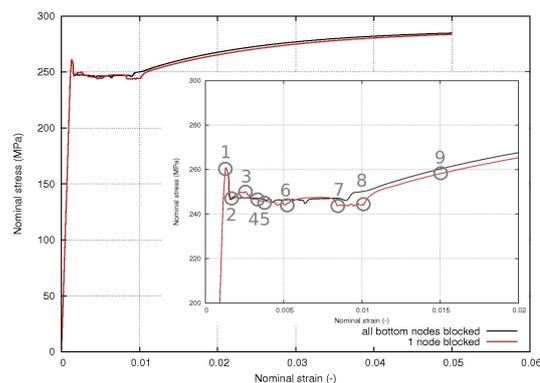


FIG. C.3 – Simulation d’un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un bicristal en acier : choix des cartes d’intérêt.

Certaines cartes extraites de cette simulation montrant l’évolution de la somme des vitesses de glissement sont présentées sur la figure C.4.

La bande de localisation apparaît au niveau du joint de grain, en bas au centre du bicristal. Sa progression à travers l’agrégat est difficile, avec une compétition entre les deux bandes de part et d’autre du joint de grain. Cette compétition chaotique a pour effet d’engendrer des sauts sur la courbe macroscopique dans le plateau de Lüders.

La bande se propage simultanément de part et d’autre du joint de grain, mais est déviée par ce dernier, du fait de leurs différentes orientations cristallines.

Il est à noter que la bande est plus diffuse que dans le cas du monocristal. En effet, le front de bande est moins marqué et plus large. Ceci est imputable au joint de grain, venant perturber la formation et la propagation de la bande, d’autant plus que la viscosité est faible. De plus, l’amplitude du pic de traction est de l’ordre de 10 à 12 MPa, donc un peu plus faible que pour le monocristal. Là encore, il semble que le joint de grain vienne s’opposer au désancrage brusque à travers tout l’agrégat, en ayant

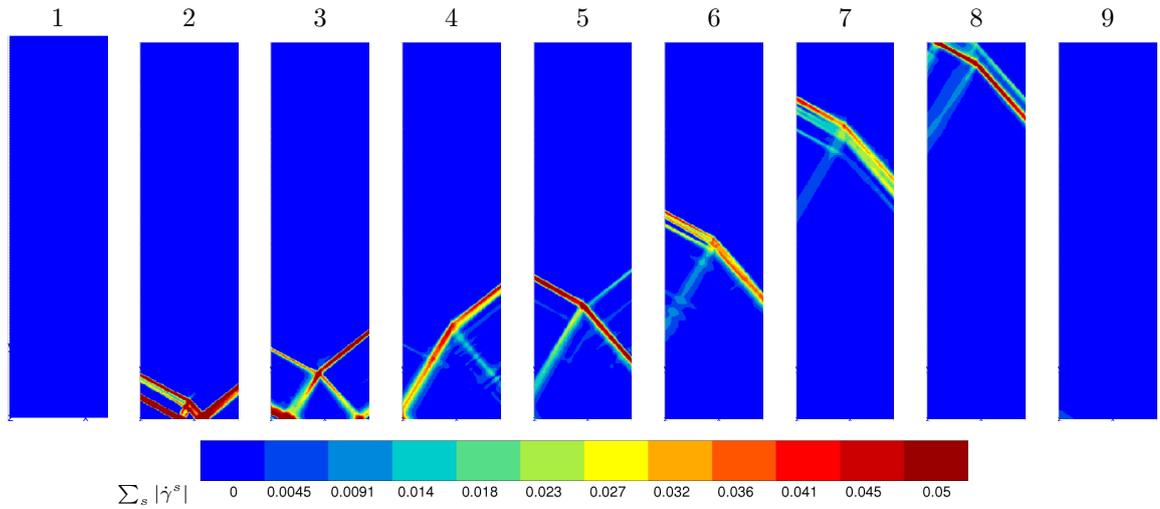


FIG. C.4 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un bicristal en acier. Évolution de la vitesse de glissement cumulée. Le joint de grain est vertical, au centre de l'agrégat.

un effet "amortissant".

## C.2 Polycristal non-périodique

### C.2.1 Simulation 2,5D

La dernière partie de cette étude s'appuie sur des simulations à plus grande échelle, pour étudier les interactions entre la propagation de la bande et les joints de grains. Pour ce faire, un agrégat a été généré de la même manière qu'en 3D, c'est à dire par processus de Poisson puis décomposition de Voronoï avant un maillage surfacique. Un tirage aléatoire des orientations a été effectué pour les 20 grains qui composent de maillage 2,5D composé de 91404 éléments et 367624 DDL.

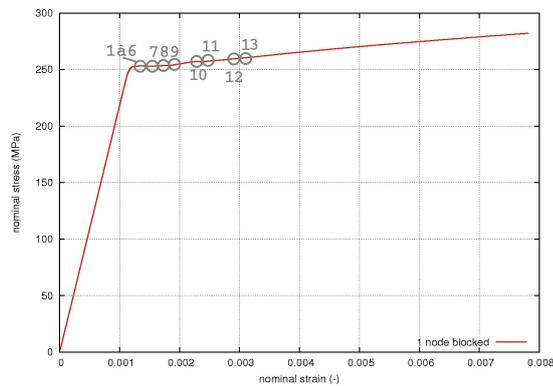


FIG. C.5 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un agrégat de 20 grains en acier : choix des cartes d'intérêt.

Les cartes extraites du calcul complet sont précisées sur la figure C.5. Les cartes de la somme des vitesses de glissement correspondantes sont présentées sur la figure C.6.

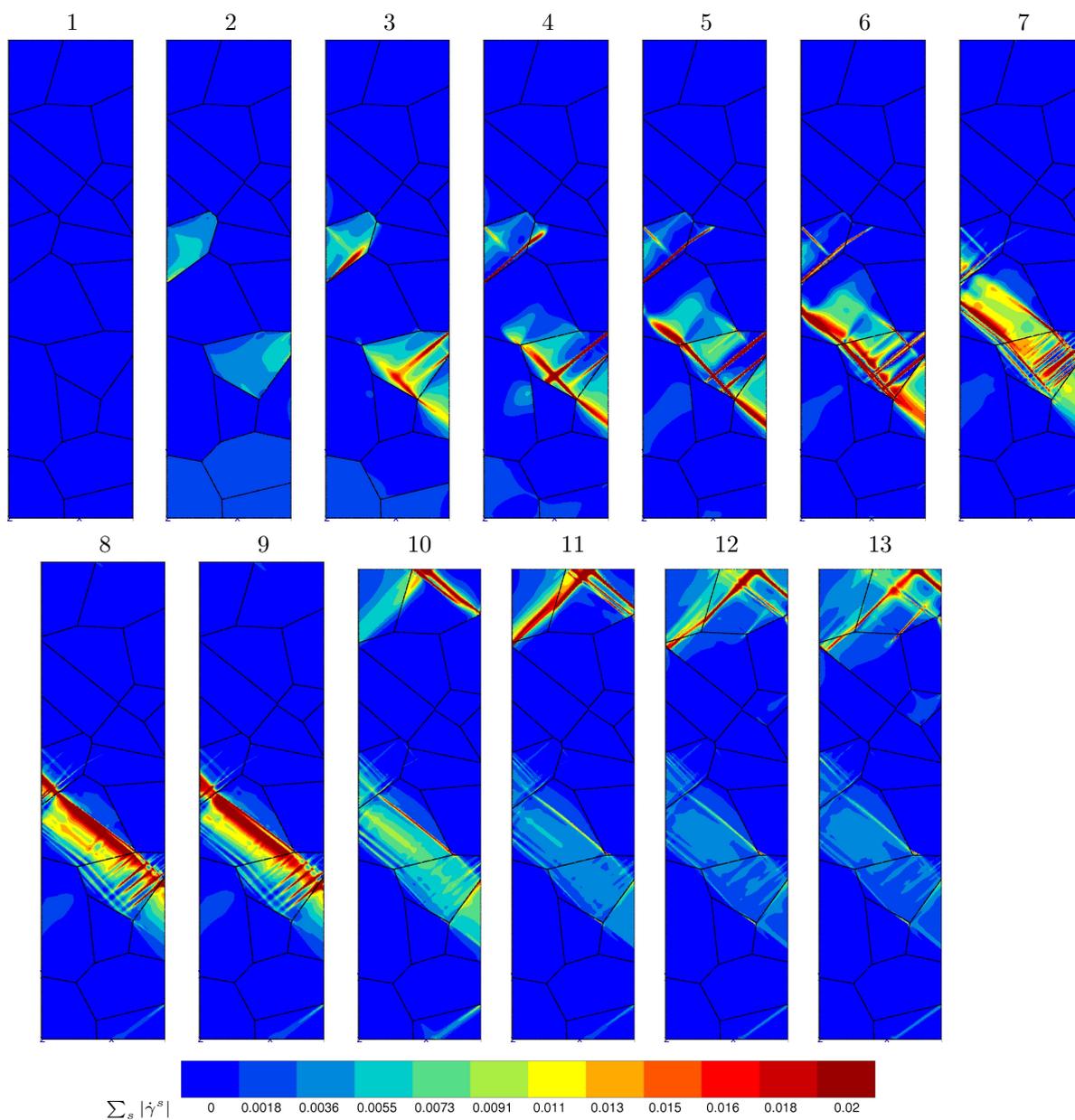


FIG. C.6 – Simulation d'un essai de traction à température ambiante et  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sur un agrégat de 20 grains en acier. Évolution de la vitesse de glissement cumulée.

Cette fois-ci, le nombre de grains est suffisant pour étudier le comportement collaboratif des grains. En effet, une bande de localisation apparaît dès la carte 3 et se propage progressivement à travers les différents grains, jusqu'à couvrir l'intégralité de sa largeur. Cette bande est localisée, apparaissant le long d'un joint de grain, puis se propageant en conservant la même direction à travers trois grains, sans que l'orientation cristalline des grains adjacents aient une influence notable. Une autre bande apparaît plus tard en haut de l'agrégat (carte 10), à cause des effets de bords interagissant avec le joint de grain, mais cette bande reste confinée dans la zone supérieure.

La bande est encore plus diffuse que dans le cas du bicristal (l'échelle n'est plus la même). Sa taille non négligeable par rapport à la taille de grain empêche un front de bande net de se former, plusieurs

bandes parallèles pouvant se former simultanément.

Enfin, il est à noter qu'il n'y a pas de pic de traction sur la courbe macroscopique : il disparaît, vraisemblablement à cause de l'effet collectif des joints de grains. En revanche, un petit plateau est décelable (jusqu'à la carte 8 environ).



# Approches multi-échelles du vieillissement et du comportement mécanique cyclique dans le tantale.

**Résumé :** La conception de structures complexes requiert une connaissance exhaustive des matériaux utilisés à la fois au niveau macroscopique et au niveau microscopique. Dans le cas du tantale, peu d'études ont été menées pour des sollicitations cycliques et pour l'influence du vieillissement (au sens de la diffusion des atomes interstitiels vers les dislocations) sur le comportement macroscopique et sur les champs locaux de déformation. Afin de mieux comprendre les mécanismes microstructuraux régissant la déformation, cette étude mène de front des essais avec un suivi de déformation à l'échelle locale couplés à une modélisation adaptée, autorisant la prise en compte explicite de la microstructure.

Dans un premier volet, une étude macroscopique du vieillissement et du comportement cyclique du tantale est présentée. Plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées, mettant en évidence la propagation d'une bande de localisation de la déformation lors de l'entrée en plasticité. En parallèle, un modèle phénoménologique EKMC (de Estrin, Kubin et McCormick) rendant compte du comportement macroscopique (notamment du pic de traction dû au vieillissement statique) a été identifié ; permettant ensuite des investigations numériques sur les manifestations de la localisation de la déformation.

Ensuite, l'étude a été poursuivie à l'échelle locale à la fois expérimentalement et numériquement. Pour ce faire, des matrices micrométriques de plots en nickel ont été déposées à la surface d'un échantillon. Les images successives autorisent le calcul des cartes de déformation expérimentales lors d'un essai de traction interrompu. La modélisation explicite de la microstructure a été rendue possible par la génération d'agrégats polycristallins spécifiques avec des conditions de surface libre. L'étude de l'influence de la prise en compte du vieillissement sur l'hétérogénéité des champs locaux de déformation a permis de confronter ces derniers avec les champs expérimentaux.

Enfin, une étude multi-échelles du comportement en fatigue a été effectuée. Un essai de fatigue interrompu avec observations microscopiques et construction de cartes de déformation a été réalisé. L'hétérogénéité de déformation locale a ainsi été identifiée et quantifiée, jusqu'à l'amorçage de fissures. Une simulation d'une sollicitation équivalente a été réalisée sur un agrégat polycristallin, permettant la comparaison directe des champs locaux de surface. Des investigations approfondies ont été menées sur l'agrégat pour mettre en place un critère d'amorçage basé sur des grandeurs physiques en accord avec l'expérience.

**Mots clés :** plasticité cristalline, vieillissement statique, fatigue, corrélation d'images, localisation, tantale

## Multiscales approach of aging and cyclic behaviour of tantalum.

**Abstract :** Designing complex structures requires an exhaustive knowledge of the materials used at both macroscopical and microscopical scales. In the case of tantalum, only few studies have been focused on the cyclic behaviour and on static strain aging's (aging in the sense of atoms diffusion to dislocations) influence on macroscopical behaviour and on the local strain fields. In order to extend the comprehension of microstructural mechanisms driving deformation, this study deals with experiments following the local strain fields evolution and with an appropriate modelling, taking into account microstructure explicitly. In a first step, a macroscopical study of aging and cyclic behaviour is presented. Several experimental techniques have been used in order to highlight a strain localisation band propagation associated to the anomalous yield point phenomenon. In parallel, a phenomenological EKMC (from Estrin, Kubin and McCormick) macroscopic model has been adopted, capturing the macroscopic behaviour (especially the anomalous yield point associated to static strain aging) ; and then used for several numerical investigations about the strain localisation occurrence.

Then, the study has been continued at the microscale in both numerical and experimental matters. Thus, several micrometrical matrixes of nickel dots have been led on the sample's surface. They have then been used for the experimental strain maps computation during an interrupted tensile test. The explicit computation of the microstructure through a specific generation of polycrystalline aggregates using free surface conditions has permitted to study the influence of aging on the local strain fields heterogeneity and to compare them with the experimental ones.

Finally, a multi-scale study of the cyclic behaviour has been carried out. An interrupted fatigue test with microscopic observations and strain maps computations has been carried out, permitting the identification and quantification of the local strain heterogeneity up to the crack initiation. A computation of an equivalent loading has been done on a polycrystalline aggregate in order to set up a fatigue criterion based on physical quantities in agreement with experimental datas.

**Keywords :** crystal plasticity, static strain aging, digital image correlation, localisation, tantalum

