



HAL
open science

Etude des mécanismes de transition volume/surface du comportement mécanique d'un alliage Ni20Cr

Mathieu Rudloff

► **To cite this version:**

Mathieu Rudloff. Etude des mécanismes de transition volume/surface du comportement mécanique d'un alliage Ni20Cr. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Technologie de Compiègne, 2010. Français. NNT : 2010COMP1866 . tel-00564947

HAL Id: tel-00564947

<https://theses.hal.science/tel-00564947>

Submitted on 10 Feb 2011

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.

**THÈSE DE DOCTORAT
DE
L'UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE COMPIÈGNE**

Spécialité :
MÉCANIQUE AVANCÉE ET APPLICATIONS

Présentée à l'Université de Technologie de Compiègne
par

Mathieu RUDLOFF

pour l'obtention du grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE COMPIÈGNE

Sujet de la thèse :
**Etude des mécanismes de transition volume/surface
du comportement mécanique d'un alliage Ni20Cr**

Document définitif

Thèse présentée le 11 mars 2010 devant le jury composé de :

XAVIER FEAUGAS	Rapporteur
LAKHDAR TALEB	Rapporteur
MARION RISBET-VOITOT	Directeur de thèse
ERIC HUG	Directeur de thèse
GÉRARD BÉRANGER	Examineur
SALIMA BOUVIER	Examineur

Laboratoire Roberval UTC-CNRS, UMR 6253
Centre de Recherches de Royallieu BP 20529 - 60205 COMPIÈGNE cedex
FRANCE

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je tiens à remercier Jean Marc Roelandt pour m'avoir accueilli au sein du Laboratoire Roberval de l'Université de Technologie de Compiègne. Je tiens également à adresser mes sincères remerciements aux Professeurs Xavier Feugas et Lakhdar Taleb pour avoir accepté de rapporter mon travail de thèse ainsi qu'aux Professeurs Salima Bouvier et Gérard Béranger pour avoir participé au jury.

Je tiens à exprimer ma sincère et chaleureuse reconnaissance à Eric Hug pour m'avoir proposé ce joli challenge que fût cette thèse. Son enthousiasme pour la science, sa rigueur et sa confiance ont jeté les bases d'une relation de travail plus qu'enrichissante à mes yeux. Je le remercie également pour la qualité des échanges divers et variés que nous avons pu avoir. Il n'est pas si courant de voir un directeur de thèse dépasser les conventions et s'investir humainement dans la relation avec ses étudiants. A ce titre, ce fût pour moi un réel plaisir que de travailler et d'échanger avec l'Homme, pas simplement le « Professeur ». Je lui en suis reconnaissant.

Bien entendu, je ne saurai oublier de remercier Marion Risbet-Voitot pour avoir co-encadré de très belle manière cette thèse. Là encore, je me dois de faire remarquer la qualité des échanges que nous avons pu avoir ainsi que son attention à la relation humaine qui se cache derrière le nom « thèse ». Par ailleurs, ce fût là son baptême du feu, je pense pouvoir dire maintenant qu'elle l'a passé de fort belle manière.

A ce stade, les quelques lecteurs encore présents sont en général ceux qui attendent l'énumération des relations qui ont égayé le long chemin de ma thèse. Ainsi dans un premier temps, il convient de n'oublier personne. Aussi glisserai-je ici mes sincères excuses à ceux et celles que je ne manquerai pas d'omettre dans les citations. Voilà...

Je me contenterai donc d'adresser à ces innombrables personnes mes plus sincères remerciements. Aux acteurs de mes longues soirées privées, publiques et aux aurores qui bien souvent suivirent, je lève mon verre accompagné d'un petit pas de danse. A ces (mes ?) étudiants des lendemains d'Estu et aux autres, congratz d'avoir montré qu'il y avait aussi une vie pendant les cours. Par ailleurs, que vous soyez open sur Pic'Asso c'est bien mais n'en abusez pas. Dans un registre différent, je tiens à rassurer le personnel administratif de l'UTC, en particulier celui de Roberval et de l'Ecole Doctorale : j'ai normalement rendu tous les papiers nécessaires, je suis à jour ! Oui, je sais, on a déjà fait mieux comme cadeau de remerciements. Aux briscards du rez-de-chaussée, j'offre deux phases 1, trois phases 4, un 6... J'y ajoute la sincère camaraderie d'un authentique phase 9 en

cours d'homologation. On attend plus que les papiers. Aux sportifs des fins de journées, j'adresse un « Big Up ! Push Up ! » bien en rythme. Aux geeks et autres surfeurs de la Toile, intarissables fournisseurs de liens divers, variés, chronophages parfois, drôles souvent, CAPS LOCK ET GG !! J'y joins une mention spéciale pour la communauté Geekzone, ainsi qu'aux « /b/rothers ». Aux musiciens, de renom ou plus anonymes, je pousse une chansonnette (2 notes, pas plus, n'insistez pas) pour les remercier d'avoir accompagné mes longues périodes de labeur, ou plus simplement d'avoir égayé certaines soirées.

A Tous finalement j'écrirai en toute simplicité : Merci.

```

      ,o8888888o.      ,o8888888o.      88888888 888888888888 8 8888      8 `8.`8888.      ,8'
      8888      `88.      8888      `88.      8 8888      8 8888      8 `8.`8888.      ,8'
,8 8888      `8. ,8 8888      `8.      8 8888      8 8888      8 `8.`8888.      ,8'
88 8888      88 8888      88 8888      8 8888      8 8888      8 `8.`8888.,8'
88 8888      88 8888      88 8888      8 8888      8 8888      8 `8.`88888'
88 8888      88 8888      88 8888      8 8888      8 8888      8 .88.`8888.
88 8888      88888888 88 8888      88888888 8 8888888888888888 .8'`8.`8888.
`8 8888      .8' `8 8888      .8'      8 8888      8 8888      8 .8' `8.`8888.
8888      ,88' 8888      ,88'      8 8888      8 8888      8 .8' `8.`8888.
`88888888P' `88888888P'      8 8888      8 8888      8 .8' `8.`8888.

```

A tous ces physiciens amoureux
de mathématiques qui, comme moi,
voient en l'asymptote un modèle

« Nevertheless, it is vital to remember that information - in the
sens of raw data - is not knowledge ; that knowledge is not
wisdom ; and that wisdom is not foresight. But information
is the first essential step to all of these. »

Arthur C. Clarke, *Greetings, Carbon-Based Bipeds !*, 1999

Table des matières

Table des matières	i
Introduction	1
1 Etude bibliographique	1
1.1 Contexte industriel et économique de l'étude	2
1.2 Exemples de MEMS, des moyens de mise en forme et des problématiques associées	3
1.3 Effet de la taille de grain sur le comportement mécanique des matériaux métalliques	6
1.4 Influence des dimensions et de la méthode d'obtention des échantillons	13
1.4.1 Influence des dimensions sur les matériaux métalliques électrodéposés	14
1.4.2 Influence des dimensions sur les matériaux métalliques laminés	15
1.5 Effets de taille additionnels sur le comportement mécanique	17
1.5.1 Transition polycristal-multicristal	18
1.5.2 Effets de surface dans les polycristaux	25
1.6 Synthèse	29
2 Présentation du matériau	31
2.1 Nomenclature et caractéristiques des échantillons	32
2.2 Maîtrise de la taille de grains et contrôle des éprouvettes	33
2.2.1 Maîtrise de la taille de grain	34
2.2.1.1 Traitements thermiques pilotant la croissances des grains	34
2.2.1.2 Méthode de mesure du diamètre des grains	36
2.2.2 Contrôle de la texture	40
2.3 Analyse physico-chimique des matériaux utilisés pour l'étude	44
2.3.1 L'ordre dans les systèmes Ni-Cr	46
2.3.1.1 Définition de l'ordre	46
2.3.1.2 L'ordre dans l'alliage Ni20wt.%Cr	48
2.3.2 Analyse microstructurale des échantillons à disposition	48
2.3.2.1 Calculs thermodynamiques	49
2.3.2.2 Analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage	51
2.3.2.3 Analyse par diffraction des rayons X	55
2.3.2.4 Analyse par Microscopie Electronique à Transmission	57
2.4 Synthèse des résultats	59

3	Méthodologie expérimentale des essais mécaniques	61
3.1	Essai de traction monotone	63
3.1.1	Essais à température ambiante	63
3.1.2	Essais en température	66
3.2	Essais de charge-décharge	68
3.2.1	Contrainte effective	68
3.2.2	Contrainte interne à longue distance X	69
3.2.3	Méthodologie associée aux essais de charge-décharge	70
4	Etude du comportement mécanique d'une épaisseur	73
4.1	Comportement mécanique en traction à température ambiante	74
4.1.1	Comportement mécanique quasi-statique	74
4.1.2	Influence de la taille de grain et du rapport t/d sur le comportement mécanique quasi-statique à température ambiante	76
4.1.2.1	Etude de la contrainte d'écoulement - Relation de Hall et Petch	76
4.1.2.2	Etude des composantes de la contrainte d'écoulement - Relation de Hall et Petch	84
4.1.3	Ecrouissage en stade II	90
4.1.3.1	Modèle d'écrouissage	90
4.1.3.2	Analyse des essais mécaniques en stade II	96
4.1.3.3	Analyse en microscopie électronique à transmission	102
4.1.4	Synthèse partielle : comportement mécanique en traction à température ambiante	108
4.2	Comportement mécanique en température	109
4.2.1	Caractéristiques du comportement mécanique à chaud d'un alliage c.f.c.	109
4.2.2	Comportement mécanique quasi-statique en traction	111
4.2.2.1	Généralités	111
4.2.2.2	Evolution de l'écrouissage en température	114
4.2.3	Synthèse : Comportement mécanique en température	122
5	Etude complémentaire : effet d'une variation d'épaisseur.	123
5.1	Comportement mécanique d'échantillons d'épaisseurs variables	124
5.1.1	Comportement mécanique en traction simple	124
5.1.2	Etude de l'écrouissage en stade II	129
5.1.3	Etude des partitions des contraintes	136
5.1.4	Analyse de l'effet statistique lié au rapport t/d ou w/d	137
5.1.5	Synthèse partielle des analyses complémentaires	141
5.2	Analyse sommaire des modes de déformation	141
5.2.1	Hypothèse sur l'origine de la modification du comportement mécanique - Effets de surface	145
	Conclusions et Perspectives	147

Liste des Symboles et Abréviations	151
Bibliographie	153
A Comportement mécanique en fluage	161
A.1 Données sur le fluage des alliages nickel-chrome	161
A.1.1 Influence de la taille de grain	163
A.1.2 Effet du rapport t/d sur le comportement en fluage des alliages c.f.c.	164
A.2 Essais de fluage et analyse	166
A.2.1 Essais de fluage	166
A.2.2 Résultats	166
A.3 Synthèse	173
B Préparations des échantillons pour observation	175
B.1 Echantillons pour analyses optique et MEB	175
B.2 Echantillons pour analyses MET	176
C Plans des éprouvettes	177
Table des figures	179
Liste des tableaux	187

Introduction

La miniaturisation des composants est bien souvent l'un des objectifs poursuivis par le secteur électronique. Il est dorénavant partagé par de nombreux secteurs industriels tels que l'automobile, l'aéronautique, le secteur des équipements médicaux... Cependant, si les connaissances antérieures sur le comportement mécanique des métaux ont pu accompagner les premiers développements en ce sens, de nouveaux problèmes sont apparus. En effet, il s'est rapidement avéré que des dimensions d'objets du même ordre de grandeur que les dimensions microstructurales des matériaux perturbent grandement la qualité de mise en forme, abaissent la durée de vie en service, etc. A titre d'exemple, la contrainte nécessaire à une mise en forme correcte par extrusion ou emboutissage est supérieure pour les composants de petites dimensions [Engel et Eckstein 2002]. Ou bien encore, le taux de fiabilité des pont résistifs d'un système déclencheur d'airbag s'est également révélé plus bas que prévu. Les contraintes mécaniques additionnelles résultant de l'échauffement localisé en pointe de fissure suffisaient à le rompre prématurément [Maras et Hug 2004, Risbet et al. 2005]. L'amélioration de l'état de surface des minces feuilles ($5\ \mu\text{m}$) laminées d'alliage Ni20wt.%Cr utilisées a ainsi permis de résoudre le problème. Ces quelques exemples suffisent à expliquer qu'un nouvel effort de recherche sur les effets de taille est apparu depuis quelques années. Celui-ci vise notamment à caractériser expérimentalement le comportement mécanique des objets métalliques de faibles dimensions, étape nécessaire afin de proposer de nouveaux modèles valides et tenant compte des phénomènes mis en évidence.

C'est dans cette dynamique de recherche que s'inscrit cette thèse. Elle se consacre à l'étude des phénomènes de transition volume/surface sur le comportement mécanique d'un alliage Ni20wt.%Cr. Ce dernier a été choisi pour sa microstructure cubique à faces centrées, sa phase unique *a priori* et sa vocation fortement industrielle. En outre, le travail effectué s'inscrit en parallèle d'une étude des effets de taille sur des polycristaux de nickel de haute pureté [Keller et al. 2009b]. La compréhension des effets de tailles sur un matériau « modèle » s'avère ainsi un complément de premier ordre dans la compréhension des phénomènes opérant sur un alliage à vocation plus « technologique » et aux mécanismes de déformation potentiellement plus complexes. L'objectif principal de ce travail est d'obtenir une base expérimentale permettant entre autre d'évaluer les différents effets de taille rencontrés lors d'une réduction d'épaisseur. Ceux-ci s'établissent au nombre de quatre, à savoir l'effet de taille de grain (loi de Hall-Petch), l'effet des surfaces libres, l'effet d'épaisseur et la transition polycristal-monocristal. Pour parvenir à cette fin, l'étude expérimentale effectuée s'appuie sur des essais de traction et de charge-décharge à température ambiante sur des échantillons de différentes valeurs de nombre de grains dans l'épaisseur, ainsi que d'épaisseurs différentes. Compte tenu de l'utilisation abondante de l'alliage Ni20wt.%Cr pour sa tenue mécanique en température,

une évaluation de l'impact des effets de taille sur le comportement mécanique en température a également été réalisée. Enfin, des observations microstructurales, permettant entre autres de conforter les hypothèses retenues pour expliquer l'évolution du comportement mécanique, ont été effectuées.

La première partie de cette thèse consiste en une revue bibliographique des effets de taille sur le comportement mécanique rencontrés dans les polycristaux lors d'une transition volume/surface. Elle débute néanmoins par une présentation de quelques moyens de mise en oeuvre et l'impact des modifications des propriétés mécaniques attribuées aux effets de taille. Le second chapitre est consacré à l'analyse microstructurale et chimique des échantillons. La microstructure, la texture cristallographique mais également la composition chimique sont caractérisées. L'alliage Ni20wt.%Cr est en effet susceptible de présenter une phase ordonnée dont les mécanismes de déformation diffèrent sensiblement de ceux des solutions solides désordonnées.

Les chapitres suivants présentent l'étude expérimentale du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr. Comme nous l'avons fait remarquer précédemment, celle-ci s'appuie essentiellement sur des essais mécaniques de type traction simple et essais de charge/décharge. Les évolutions du comportement mécanique rencontrées sont par ailleurs rapprochées des modifications des structures de dislocations observées en microscopie électronique à transmission. L'étude des effets de tailles identifiés sur une épaisseur est alors reconduite succinctement sur des échantillons d'épaisseurs différentes, dans le but d'entériner certaines hypothèses. Cette partie discute en outre des différents résultats obtenus dans les chapitres précédents.

Enfin, une série de conclusions seront présentées et des perspectives sur la poursuite éventuelle des travaux seront proposées.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Sommaire

1.1	Contexte industriel et économique de l'étude	2
1.2	Exemples de MEMS, des moyens de mise en forme et des problématiques associées	3
1.3	Effet de la taille de grain sur le comportement mécanique des matériaux métalliques	6
1.4	Influence des dimensions et de la méthode d'obtention des échantillons	13
1.4.1	Influence des dimensions sur les matériaux métalliques électrodéposés	14
1.4.2	Influence des dimensions sur les matériaux métalliques laminés	15
1.5	Effets de taille additionnels sur le comportement mécanique	17
1.5.1	Transition polycristal-multicristal	18
1.5.2	Effets de surface dans les polycristaux	25
1.6	Synthèse	29

L'étude des transitions volume/surface s'inscrit dans le champ plus vaste et abondamment étudié des effets de taille sur le comportement mécanique des matériaux. Bien que certains d'entre eux comme l'effet de taille de grain ont été abondamment étudiés, elles connaissent aujourd'hui un net regain d'intérêt du fait notamment du développement de l'industrie des micro-composants. En effet, l'élaboration d'objets de dimensions microniques et submicroniques nécessite en général la maîtrise de mécanismes modifiant les propriétés mécaniques parfois complexes et bien souvent couplés entre eux. Les travaux actuels des « mécaniciens » mettent d'ailleurs clairement en évidence l'intérêt pour ces problématiques mécaniques liées à la mise en forme des matériaux minces sous forme polycristalline. La première partie de cette étude bibliographique dresse donc un bilan rapide des nouveaux moyens de mise en forme et des défis scientifiques et technologiques associés. Par la suite, elle détaille les modifications principales du comportement mécanique dues aux effets de tailles, relatives à la problématique de la présente étude.

1.1 Contexte industriel et économique de l'étude

« Toujours plus, toujours plus petit », ainsi peut se résumer le crédo de nombreux secteurs industriels à l'heure actuelle. Les exemples au quotidien ne manquent pas : le téléphone portable est devenu appareil photographique, lecteur audio, GPS, agenda... Tout en s'amincissant, le lecteur audio numérique portable est devenu multimédia, etc. Les problématiques environnementales actuelles incitent également fortement à cette miniaturisation. En effet, pour le secteur des transports par exemple, une diminution de la consommation énergétique peut être obtenue en allégeant les véhicules. On peut alors utiliser des nouveaux matériaux (composites, polymères...) ou réduire la quantité de matière utilisée actuellement. Or cela ne doit pas se faire au détriment de la sécurité ni de l'équipement. C'est pourquoi une bonne compréhension des propriétés mécaniques des matériaux aux faibles épaisseurs permettra de garantir le premier point et la miniaturisation du second.

A titre d'illustration, IBM - Hitachi a développé aux débuts des années 2000 de nouveaux disques durs d'une capacité de quelques giga-octets, dont la taille ne dépasse pas celle d'un domino et dont la consommation électrique est de l'ordre d'une centaine de microwatts (figure 1.1). Or ce type de composant illustre parfaitement que le défi technologique ne se limite pas simplement à l'amélioration des procédés de gravure¹. Il présente en effet de très nombreuses parties mécaniques ou élaborées mécaniquement : broches de connecteurs, vis, ressorts de contact, supports de puces, bras de la tête de lecture... (figure 1.1b). D'une façon générale, il semble donc plus juste de parler de composants micro-électro-mécaniques (MEMS, *Micro ElectroMechanical Systems*) et des technologies qui y sont associées.

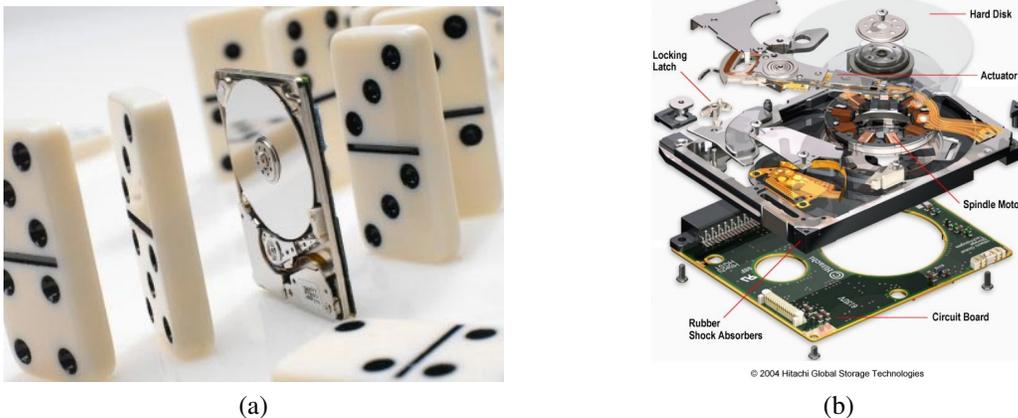


Figure 1.1: a) Disque dur Hitachi Microdrive® d'une capacité de 8 Go. b) Vue éclatée du disque dur. Source : hitachigst.com

Les MEMS représentent un marché en forte évolution. En effet, celui-ci était estimé à 14,4 Md€

1. Diviser par deux la finesse de gravure, c'est diviser par quatre la surface occupée par un circuit complet. Il devient donc possible d'ajouter de nouvelles fonctionnalités ou d'augmenter la puissance de calcul à surface identique. En outre, le dégagement de chaleur se trouve réduit.

en 1996 pour atteindre plus de 33 Md€ en 2001. En 2007, le chiffre d'affaire cumulé des trente plus importantes compagnies du secteur représentait environ 7,6 Md€ [Bouchaud 2007]. Deux dispositifs constituent l'écrasante majorité des ventes effectuées dans ce secteur : les têtes d'imprimantes et les systèmes déclencheurs d'airbag. Certains verrous technologiques (procédés de mise en œuvre à grande échelle, fiabilité par exemple) expliquent notamment cette absence de diversité. L'image 1.2 présente les attentes et les demandes en termes de composants microtechniques embarqués au cœur des voitures pour les années à venir.

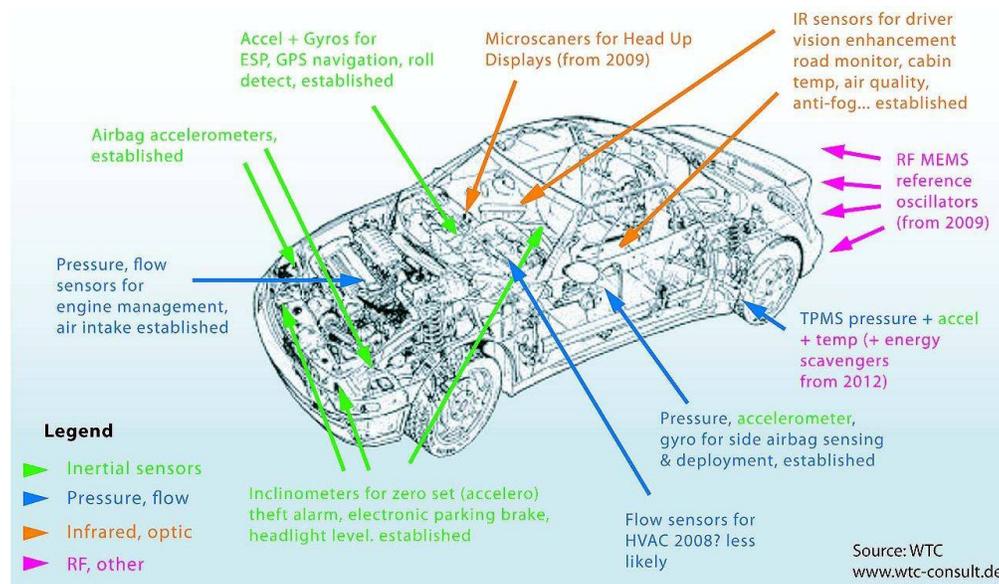


Figure 1.2: Systèmes microtechniques embarqués dans une voiture, actuels et à venir, d'après [Dixon et Bouchaud 2007].

Ainsi, la multiplication des MEMS dans notre quotidien passera nécessairement par la mise à disposition de méthodes de productions fiables à grande échelle. Or il n'est pas toujours aisé, et parfois même impossible, de transposer les procédés de mise en œuvre connus à de si petites dimensions. Cela nécessite notamment une connaissance du comportement des matériaux à une échelle où les longueurs caractéristiques des phénomènes physiques, chimiques ou encore mécaniques sont généralement du même ordre de grandeur qu'une des dimensions de l'objet considéré. En outre, des phénomènes de couplages multiphysiques jusqu'alors négligés peuvent devenir prépondérants.

1.2 Exemples de MEMS, des moyens de mise en forme et des problématiques associées

La fabrication des grilles de connexion électronique est un bon exemple de l'adaptation des techniques de mise en forme classiques à l'élaboration des microcomposants. En effet, celles-ci peuvent être prédécoupées dans une tôle d'alliage métallique par poinçonnage à froid. Le résultat obtenu est présenté sur la figure 1.3. L'épaisseur des tôles dépasse rarement la centaine de mi-

crons et l'espace inter-connexions la dizaine de microns. L'avantage principal d'une telle mise en œuvre est qu'il est facile de manipuler et positionner la grille obtenue². L'utilisation de telles méthodes de production est en général réservée aux productions de grandes séries, le coût de fabrication et d'entretien des poinçons notamment étant relativement élevé du fait de la précision requise.

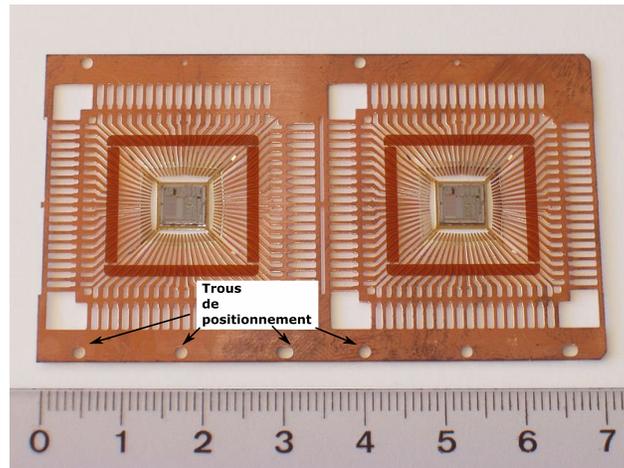


Figure 1.3: Grille de connexion servant dans la fabrication de microprocesseurs. Source : wikipedia.de

Comme nous l'avons signalé, les ponts résistifs des déclencheurs d'airbag (figure 1.4) figurent parmi les MEMS les plus vendus actuellement. Leur production à grande échelle a été rendue possible grâce à la résolution de certains problèmes de fiabilité associée à des méthodes de poinçonnage identiques à celles utilisées pour les grilles de connexion. En effet, il s'est avéré [Maras et Hug 2004, Risbet et al. 2005] que l'élévation de température en pointe de certaines micro-fissures entraîne une augmentation des contraintes mécaniques pouvant notamment conduire à la rupture prématurée du dispositif. On voit ici toute l'importance des phénomènes de couplages multiphysiques jusqu'alors non pris en considération. L'amélioration du process d'élaboration des tôles d'alliage dont sont issus les ponts résistifs a permis une amélioration sensible du taux de défaillance anormal observé.

2. Les ensembles trous - trous oblongs visibles sur l'image 1.3 permettent d'assurer à la fois le positionnement et le transport des grilles

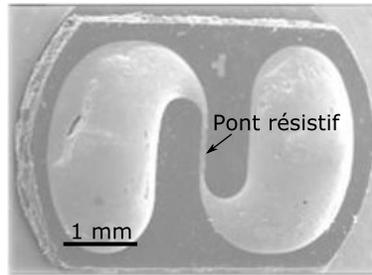


Figure 1.4: Dispositif déclencheur d'airbag

Il faut ajouter que la miniaturisation concerne aussi des systèmes mécaniques plus ou moins complexes (figure 1.1b) : ressorts, goujons, vis, axes de moteur... et donc des procédés d'élaboration variés. Les effets de taille et leur influence sur les moyens de mise en forme sont divers :

- découpage à la presse et poinçonnage : Kals et Eckstein [Kals et Eckstein 2000] ont montré que la contrainte nécessaire à l'obtention d'une forme finale acceptable augmente lorsque la taille de l'objet diminue. Ce phénomène semble indépendant de la taille de grains et a été observé pour plusieurs alliages. Jimma et Sekine ont également mis en évidence l'importance des dimensions de grilles servant à la fabrication de supports de puce électronique [Jimma et Sekine 1990]. En effet, les déviations par rapport à la forme désirée sont d'autant plus importantes que leur largeur est faible.
- le forgeage à froid : L'effet le plus notable observé est l'augmentation de la contrainte appliquée à mesure que les dimensions requises diminuent [Geiger et al. 2001]. Le forgeage nécessite une bonne lubrification de la pièce. On désigne alors une zone de poches « fermées », où le lubrifiant, du fait des défauts de surface, reste piégé entre la surface de l'objet et l'outil. A l'inverse, dans la zone de poches « ouvertes », le lubrifiant circule librement. Ainsi, il apparaît nettement sur la figure 1.5 que réduire les dimensions revient à réduire la zone de poches fermées, entraînant une augmentation des contraintes nécessaires pour la mise en forme. Cela nécessite de redimensionner le poinçon utilisé. En outre, des défauts de forme finale sur l'objet peuvent alors apparaître.

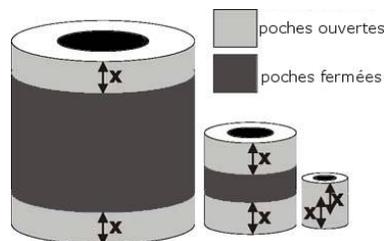


Figure 1.5: Effet de la miniaturisation sur la proportion de surfaces de poches ouvertes et fermées de lubrifiant.[Geiger et al. 2001]

- la frappe : Les travaux de Schubert *et al.* [Schubert et al. 1999] montrent que, sur des structures de petites dimensions, plutôt que de remplir le poinçon, le métal a tendance à s'écouler sur les côtés. Ainsi, après une frappe d'un temps « normal », les bords de l'objet ne sont pas d'une qualité acceptable. Une solution est d'augmenter la pression totale exercée mais cela

se fait au détriment de la durée de vie de l'outil, très fortement sollicité. Saotome *et al.* [Saotome et al. 1993] ont en outre montré l'importance de la taille de grain. La déformation n'est en effet ni homogène ni isotrope mais résulte notamment d'un glissement des joints de grains entre eux. De fait, la précision sera d'autant meilleure que le temps de maintien du poinçon et l'effort appliqués seront grands, de façon à déformer plastiquement les grains.

- l'extrusion : Les essais réalisés par Saotome *et al.* [Saotome et Iwazaki 2000] montrent qu'il est possible de concevoir des engrenages de diamètre d'axe $10\ \mu\text{m}$ (axe : $100\ \mu\text{m}$) par extrusion d'un alliage Al-78Zn en superplasticité, ce qui requiert un matériau nanocristallin. Dans cet état, la déformation est principalement due aux glissements des joints de grains entre eux.

D'autres méthodes existent, certaines n'étant d'ailleurs disponibles que pour l'élaboration d'objets de faibles dimensions comme la « soudure » par mise en forme, utilisable uniquement avec des tôles d'épaisseur très minces.

Le point important qui ressort de l'étude de ces divers moyens de mise en œuvre est que leur adaptation au monde microscopique passe notamment par une compréhension plus fine du comportement thermomécanique des alliages utilisés et notamment des effets de taille. En effet, des comportements, essentiellement mécaniques, anormaux, non prévus, de certains alliages lorsque les dimensions deviennent très faibles apparaissent. Ils peuvent aussi bien découler de la taille des grains, que de l'épaisseur des tôles ou d'autres paramètres intrinsèques ou extrinsèques au matériau.

1.3 Effet de la taille de grain sur le comportement mécanique des matériaux métalliques

L'influence de la taille de grain sur les propriétés mécaniques des métaux a fait et fait encore l'objet de nombreuses études, du fait notamment des enjeux industriels importants dans le domaine des métaux nanocristallins. La loi la plus connue est la loi empirique dite de Hall et Petch [Hall 1951, Petch 1953]. Elle traduit l'augmentation de la limite d'élasticité conjointement à une réduction de la taille des grains. Elle a par la suite été étendue à l'ensemble des niveaux de déformation jusqu'à rupture [Jensen et al. 1989]. On peut l'exprimer ainsi :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{HP}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \quad (1.1)$$

où $\sigma(\varepsilon)$ est la contrainte d'écoulement à un niveau de déformation ε donné, σ_0 désigne la contrainte de friction des dislocations en l'absence de joints de grains [Jago et Hansen 1986], d est le diamètre moyen des grains, k_{HP} est un paramètre propre au matériau, exprimé généralement en $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1/2}$, qui exprime la résistance des joints de grains à l'écoulement plastique [Armstrong et al. 1962].

Différentes études ont démontré la validité expérimentale de cette loi et ce pour différents matériaux purs tels que le fer, le nickel ou le cuivre ainsi que différents alliages [Baker 1983, Hansen 1985, Jago et Hansen 1986, Thompson 1977, Wilcox et Clauer 1972]. Les graphiques 1.6a et 1.6b

présentent les résultats issus des travaux de Thompson portant sur le cuivre et le laiton [Thompson 1977]. Il en ressort que l'ensemble des paramètres de la relation 1.1 dépend du matériaux, du niveau de déformation considéré ainsi que de la gamme de tailles de grains considérée.

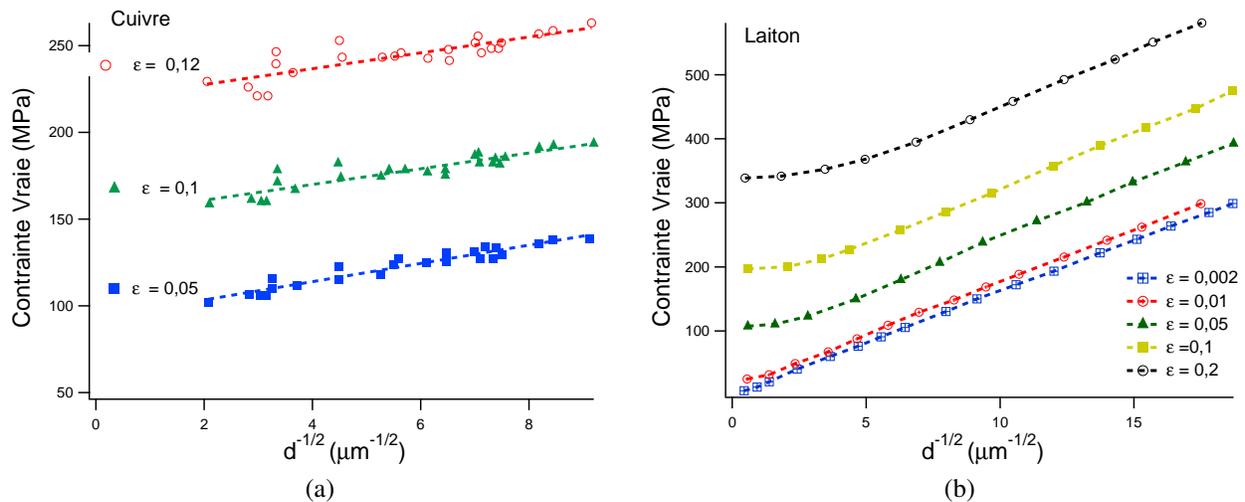


Figure 1.6: Influence de la taille de grain sur la contrainte d'écoulement pour plusieurs niveaux de déformation dans des polycristaux a) de cuivre b) de laiton. [Thompson 1977]

La modification des paramètres k_{HP} et σ_0 de la loi de Hall et Petch est généralement attribuée à des changements de mécanismes de déformation ou de structure de dislocations au sein du matériau [Haddou 2003]. Ainsi l'évolution de k_{HP} (figure 1.7) a souvent été expliquée par une transition dans les mécanismes d'écoulement à mesure que la déformation augmente. Pour les bas niveaux de déformation plastique, lorsque le glissement simple est prédominant, k_{HP} augmente rapidement avec l'augmentation des contraintes intergranulaires. Lorsque la plasticité se généralise, c'est à dire lorsque le glissement multiple et par la suite le glissement dévié apparaissent, une partie de ces contraintes est relaxée, ce qui se traduit par une décroissance de k_{HP} . L'influence du glissement dévié peut d'ailleurs expliquer la forte sensibilité de k_{HP} à l'énergie de faute d'empilement (e.d.e.), observable sur les figures 1.7a et 1.7b. Enfin, plus l'e.d.e est faible, plus la sensibilité à la taille de grain est importante.

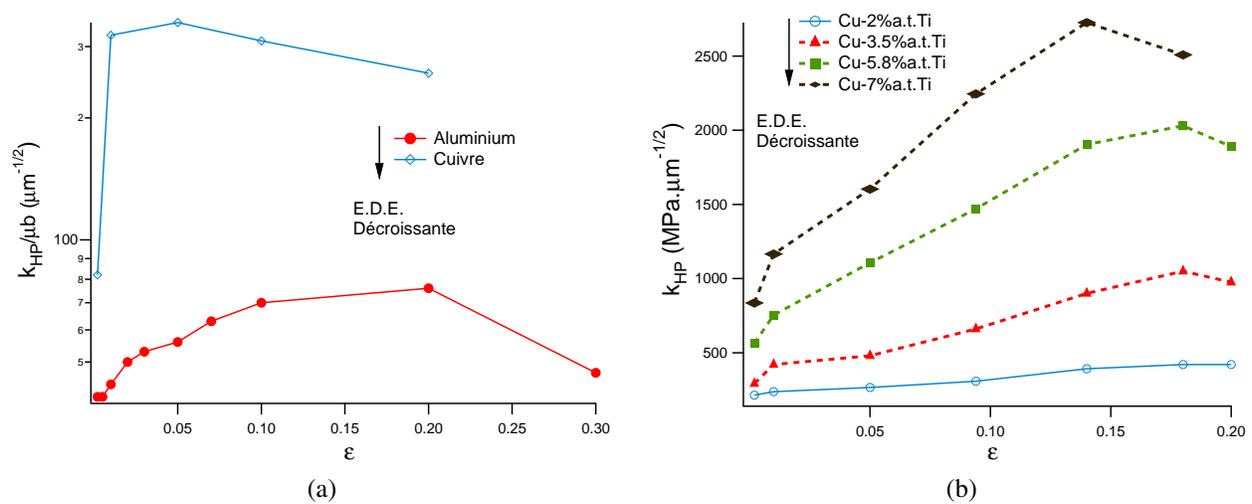


Figure 1.7: Evolution de k_{HP} en fonction de la déformation pour a) de l'aluminium et du cuivre de haute pureté [Hansen 1977, Tabata et al. 1975] b) différentes compositions et donc différentes énergie de faute d'empilement d'un alliage cubique à faces centrées cuivre - titane [Nagarjuna et al. 1996]

L'évolution de σ_0 telle que l'on peut l'observer sur la figure 1.8 peut s'expliquer ainsi [Feaugas et Haddou 2003] :

- En début de déformation, la plasticité n'est pas encore généralisée. Son faible niveau est dû au fait que l'autoécrouissage est alors de faible intensité.
- Par la suite, l'activation des glissements multiples puis déviés entraîne la formation de structures de dislocations denses. Celles-ci conduisent à une forte augmentation de σ_0 .

Par ailleurs, une diminution de l'énergie de faute d'empilement tend à augmenter la contrainte de friction σ_0 .

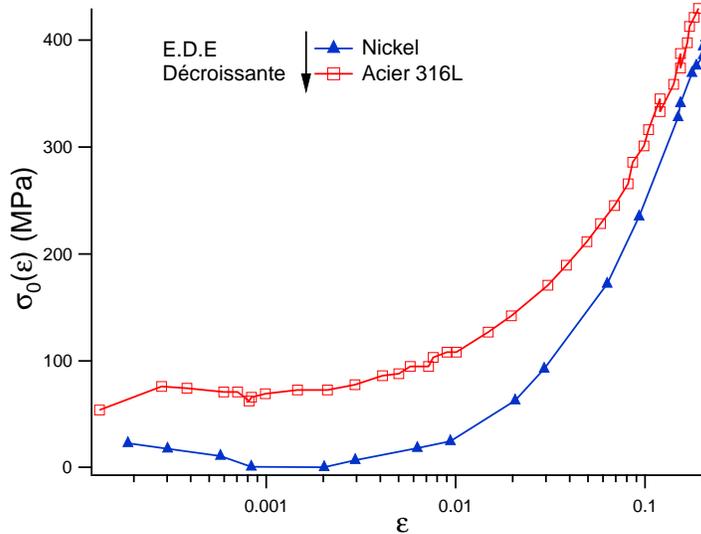


Figure 1.8: Evolution du paramètre σ_0 de la loi de Hall et Petch en fonction de la déformation pour le nickel et l'acier 316L. Données tirées de [Haddou 2003]

La loi de Hall et Petch se vérifie donc, et s'explique correctement, sur une très large gamme de métaux polycristallins. Les investigations sur sa validité se sont poursuivies avec l'élaboration relativement récente de nouveaux matériaux dits « nanocristallins ». Ces travaux [Benson et al. 2001, Conrad 2003, Conrad et Jung 2005] mettent généralement en évidence un écart au comportement « classique ». On observe en effet un adoucissement (figure 1.9b) voire une inversion de la loi de Hall-Petch (figure 1.10).

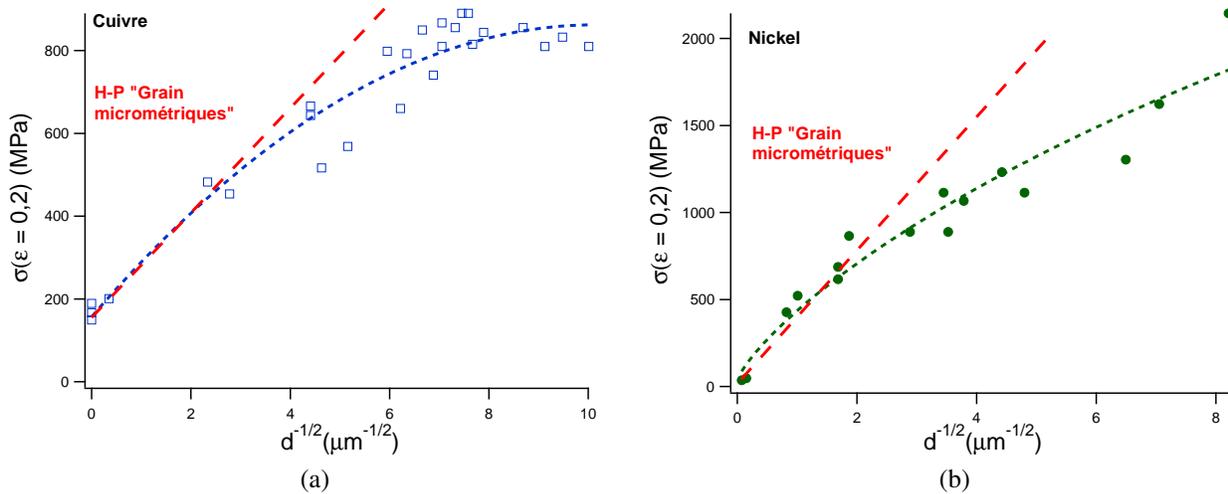


Figure 1.9: $\sigma_{0,2}$ en fonction de $d^{-1/2}$ pour des tailles de grains nanométriques a) cuivre pur b) nickel pur. [Benson et al. 2001]

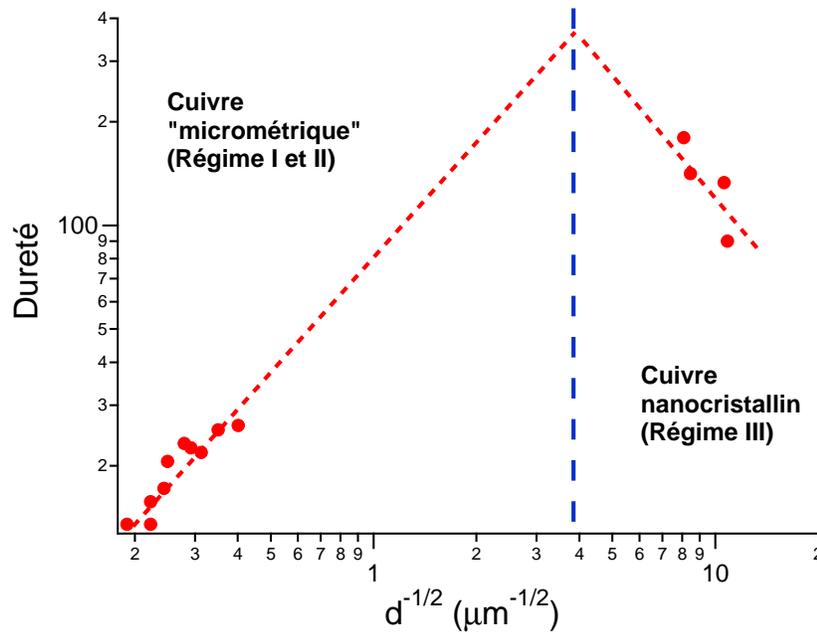


Figure 1.10: Inversion de la loi de Hall et Petch pour la dureté du cuivre. [Arzt 1998]

Les tailles de grains critiques en deçà desquelles un comportement atypique est observé varient en fonction des matériaux. A partir de données obtenues sur l'argent et le cuivre dans une gamme de tailles de grain comprise entre le millimètre et le nanomètre, Conrad [Conrad 2003, Conrad et Jung 2005] fait ressortir trois régimes de la loi de Hall et Petch et des hypothèses sur les mécanismes de déformations qui les caractérisent :

- le régime I ($d \geq 10^{-6}\text{m}$) : La déformation plastique est pilotée par l'interaction des dislocations, avec notamment une microstructure remarquable sous forme de cellules dans les matériaux c.f.c.. L'augmentation de la contrainte d'écoulement plastique macroscopique avec la réduction de la taille de grain semble liée à une augmentation des contraintes internes due à l'accroissement de la densité de dislocations.
- le régime II ($d \approx 10^{-6}\text{m} - 10^{-8}\text{m}$) : k_{HP} est inférieur à celui déterminé dans le régime I. Les mécanismes de durcissement semblent plus liés aux cisaillements des joints de grains ou au glissement dévié induit par l'empilement des dislocations.
- le régime III ($d \leq 10^{-8}\text{m}$) : un effet de Hall-Petch inversé est parfois rapporté, ou plus généralement un écart à la loi. Le modèle standard d'empilement des dislocations aux joints de grains ne peut plus s'appliquer pour expliquer la déformation.

Zhu et Langdon proposent également une revue des différents comportements mécaniques pour les tailles de grains inférieures à 500 nm [Zhu et Langdon 2005].

Suite à ces multiples validations expérimentales de loi de Hall et Petch, de nombreux modèles ont été proposés pour tenter d'expliquer son origine physique. Hall et Petch eux mêmes ont été les premiers. Ils considèrent l'effet d'une source de Frank-Read activée au milieu du grain comme le montre la figure 1.11. Celle-ci conduit de part et d'autre à un empilement de dislocations au

niveau des joints de grains . Selon les auteurs, cet empilement est responsable d'une concentration de contraintes au niveau du joint qui, lorsque la limite d'élasticité est dépassée, peut induire l'apparition d'une déformation plastique dans les grains adjacents. Or le niveau de concentration de contrainte dépend de la longueur de l'empilement. Dans le cas limite, cette longueur est la même que le diamètre du grain, expliquant ainsi la dépendance de la limite d'élasticité à la taille de grain. Cependant, ce modèle est mis en défaut par de nombreuses observations. Il ne permet notamment pas d'expliquer pourquoi un nombre important de matériaux présentent un comportement de type Hall et Petch malgré l'absence d'empilements aux abords des joints de grains [Aldazabal et Seviliano 2004].

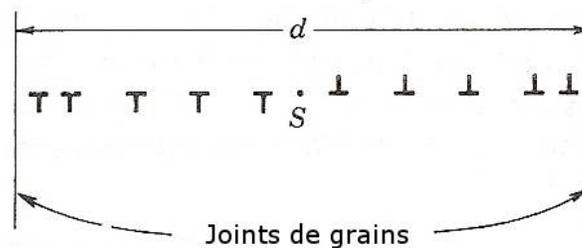


Figure 1.11: Empilement de dislocations émanant d'une source de Frank-Read S au niveau du joint de grain. D'après [Hirth et Lothe 1992]

D'autres modèles ont depuis été proposés. L'idée directrice de ces approches est que l'augmentation de la contrainte interne résulte d'une densité de dislocations additionnelle provoquée par la présence des joints de grains [Ashby 1970, Jones et Conrad 1969]. La figure 1.12 présente trois hypothèses sur l'origine de ce surplus de dislocations et l'influence de la taille de grains sur celui-ci.

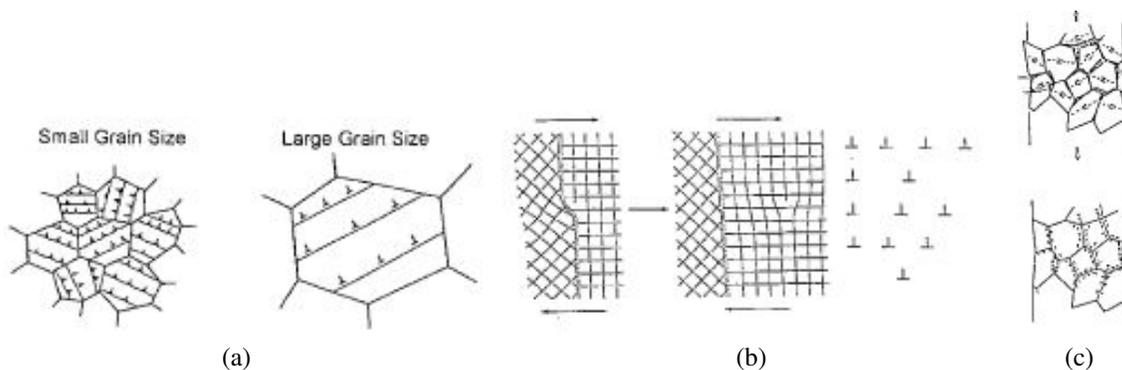


Figure 1.12: Causes possibles d'accroissement de la densité totale de dislocations dues à la présence de joints de grains a) diminution des distances moyennes parcourues par les dislocations pour un niveau de déformation donné b) sources de dislocations c) accommodation des hétérogénéités de déformation inter-granulaires. [Conrad et Jung 2005]

Les mécanismes de formation des dislocations proposés peuvent alors agir indépendamment,

de façon conjointe ou concurrente mais tous suggèrent que les abords des joints de grains vont être le lieu de concentration de contrainte à l'origine de l'activation de plans de glissement supplémentaires dans cette zone par rapport au cœur des grains. C'est l'idée à l'origine du modèle proposé par Fu *et al.* [Fu *et al.* 2001]. Ces auteurs considèrent le grain comme un matériau composite constitué d'un cœur « tendre » et de la région proche du joint de grain, plus écrouit et donc plus « dure » (figure 1.13a). En tenant compte de la différence de comportement mécanique des deux zones, la limite d'élasticité pour un grain peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma_e = A_c \sigma_e^c + A_{jg} \sigma_e^{jg} \quad (1.2)$$

où A_c représente la fraction surfacique de cœur de grain, A_{jg} celle de région proche du joint et σ_e^{cg} , σ_e^{jg} les limites d'élasticité associées. En considérant la valeur moyenne de l'épaisseur de la zone dure, \bar{t} , et la valeur moyenne de la zone tendre associée, \bar{D} , (figure 1.13b), il vient que :

$$\bar{D} = \frac{\Pi}{4} D \quad \text{et} \quad \bar{t} = 1,57t$$

Il s'en suit que $\bar{t}\bar{D}^{-1}$ est environ égal à $2tD^{-1}$ et dès lors la relation 1.2 devient :

$$\sigma_e = \sigma_e^c + 8k_{MA}(\sigma_e^{jg} - \sigma_e^c)D^{-1/2} \quad (1.3)$$

où k_{MA} est un paramètre liant l'épaisseur de la zone dure et le diamètre des grains tel que $t = k_{MA}D^{-1/2}$. Avec ce modèle et par identification, k_{HP} vaut donc $8k_{MA}(\sigma_e^{jg} - \sigma_e^c)$.

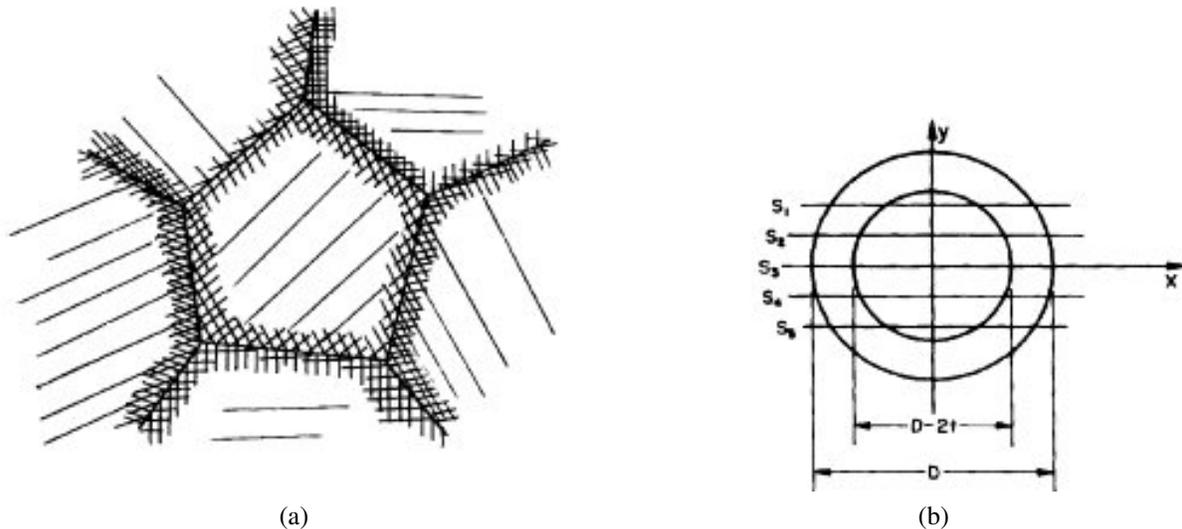


Figure 1.13: a) Schéma illustrant un agrégat de grains « composites » b) Grain sphérique idéal mettant en évidence les différentes proportions entre A_{cg} et A_{jdg} selon cinq plans de coupe distincts. [Fu *et al.* 2001]

Enfin, à notre connaissance, un nombre relativement faible d'études se sont intéressées à l'effet

de la taille de grain sur les propriétés mécaniques statiques à température ambiante d'un alliage Ni20wt.%Cr ou de composition proche. Citons néanmoins les travaux de Wilcox et Clauer [Wilcox et Clauer 1972] qui montrent la validité de la loi de Hall et Petch pour différents alliages de nickel. *A contrario*, l'étude de cette loi sur du nickel de haute pureté a fait l'objet d'un nombre relativement conséquents de travaux et ce sur une large gamme de tailles de grains ainsi que de déformations [Haddou 2003, Keller et Hug 2008, Thompson 1977]. Toutes démontrent la validité de cette relation, avec éventuellement l'existence d'une forte diminution de la valeur de k_{HP} pour les hautes valeurs de tailles de grains ($d > 140 \mu\text{m}$) et un niveau de déformation supérieur à une valeur minimale (figure 1.14b).

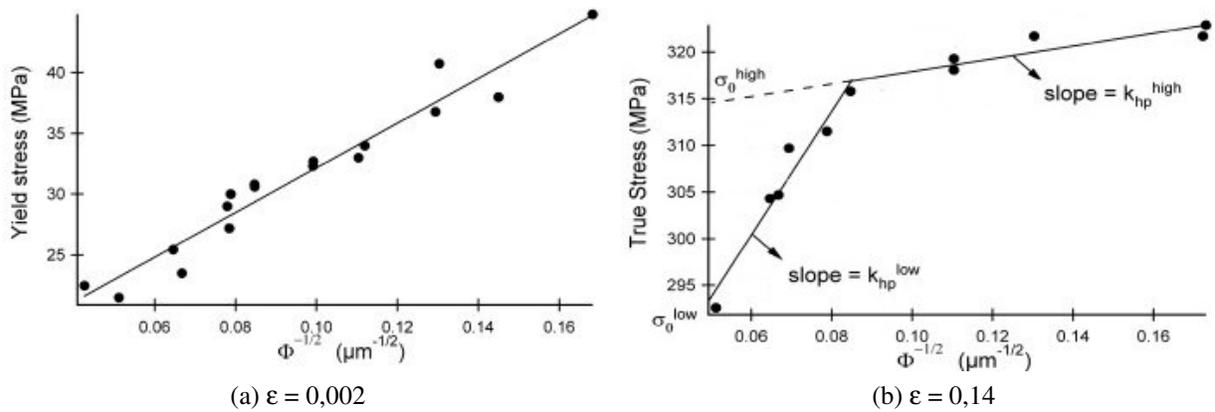


Figure 1.14: Relation de Hall et Petch appliquée au nickel polycristallin de haute pureté pour différents niveaux de déformation a) $\epsilon=0,002$ b) $\epsilon=0,14$. D'après [Keller et Hug 2008]

1.4 Influence des dimensions et de la méthode d'obtention des échantillons

Face aux besoins industriels notamment, de nombreux travaux se sont intéressés au comportement mécanique des matériaux métalliques de faibles dimensions. La majorité d'entre eux porte sur l'influence de l'épaisseur, la valeur de cette dernière étant comprise entre une centaine de nanomètres et quelques centaines de micromètres. L'aspect expérimental de telles études est compliqué par la difficulté d'obtention et de manipulation d'éprouvettes aussi minces. Ce dernier point explique d'ailleurs pourquoi une part des travaux publiés portent sur des matériaux métalliques sur substrat.

Une brève étude de ces derniers met cependant en évidence des différences de comportement fondamentales par rapport à des échantillons dits « libres ». En effet, sur la base des travaux de Venkatraman *et al.* [Venkatraman et Bravman 1992], Nix [Nix 1998] suggère un modèle de déplacement des dislocations mobiles sur substrat. Ce modèle s'appuie sur le rôle des dislocations d'interface. Celles-ci résultent des incompatibilités entre la déformation du film et celle du substrat

lors de la sollicitation mécanique. En effet, le substrat, rigide, se déforme de façon élastique contrairement au film qui entre en plasticité. Une part des dislocations qui sont alors générées se retrouve donc bloquée au niveau de l'interface de matière. Ces dislocations sont peu mobiles et difficiles à nucléer. Elles interagissent en outre avec les autres dislocations comme le montre la figure 1.15. Par conséquent, il est nécessaire d'augmenter la contrainte pour atteindre un niveau de déformation donné. Nix a en outre développé un modèle permettant de déterminer la contrainte à fournir pour déplacer une dislocation interagissant avec ces dislocations d'interface [Nix 1998]. Différents paramètres supplémentaires sont pris en compte comme le vecteur de Burgers ou l'épaisseur h du film. Les résultats numériques obtenus sont globalement en bon accord avec les résultats expérimentaux de Venkatraman *et al.* [Venkatraman et Bravman 1992].

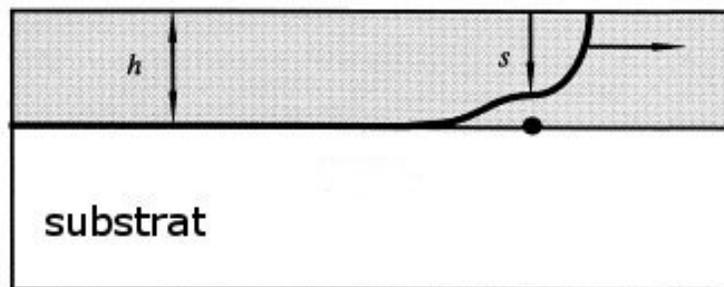


Figure 1.15: Schéma présentant la constriction d'une dislocation au sein d'une épaisseur réduite h [Nix 1998]

Ainsi, il est clair que le comportement mécanique des matériaux métalliques sur substrat est le fruit des interactions entre le film et le substrat. C'est pourquoi l'étude de l'influence intrinsèque de l'épaisseur est grandement simplifiée si il est possible d'obtenir des échantillons de matériaux métalliques « libres ».

Pour de tels échantillons, il est possible de distinguer deux catégories selon leur méthode d'élaboration :

- l'électrodéposition, qui permet l'obtention d'échantillons très minces, variant de la centaine de nanomètres à quelques micromètres ;
- le laminage, qui permet l'obtention d'épaisseurs plus importantes.

Les études réalisées sur des matériaux élaborés par l'une ou l'autre de ces techniques montrent toutefois que les comportements mécaniques diffèrent profondément.

1.4.1 Influence des dimensions sur les matériaux métalliques électrodéposés

Les études portant sur le comportement mécanique des matériaux métalliques électrodéposés comme l'aluminium, le cuivre et l'or [Gruber *et al.* 2008, Haque et Saif 2003, Kraft *et al.* 2000, Xiang et Vlassak 2006, Yu et Spaepen 2004] ont mis en évidence une augmentation de la

contrainte d'écoulement avec une réduction d'épaisseur ($100 \text{ nm} < t < 1 \text{ }\mu\text{m}$) comme le montrent les figures 1.16a et 1.16b. Une réduction de la largeur des éprouvettes conduit à des résultats identiques [Espinosa et al. 2004].

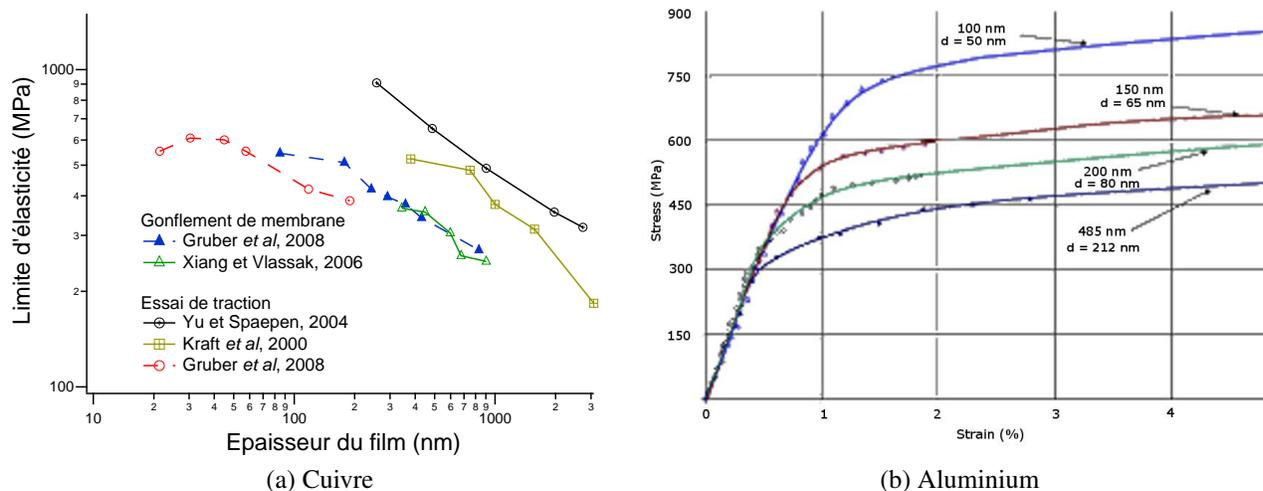


Figure 1.16: Influence de l'épaisseur sur le comportement en traction simple de film électrodéposés de a) cuivre [Gruber et al. 2008, Kraft et al. 2000, Xiang et Vlassak 2006, Yu et Spaepen 2004] b) aluminium [Haque et Saif 2003].

Pour expliquer ces observations, Espinosa suggère que la réduction du volume déformé amène une diminution du nombre de grains et donc une réduction de la densité de sources de dislocations actives [Espinosa et al. 2004]. Ainsi pour atteindre un niveau de déformation plastique identique il est nécessaire d'augmenter la contrainte appliquée. Les simulations en dynamique des dislocations discrètes menées par la suite semblent entériner cette hypothèse [Espinosa et al. 2006].

1.4.2 Influence des dimensions sur les matériaux métalliques laminés

Ce procédé d'élaboration permet d'obtenir des échantillons sur une plus grande variété de matériaux ainsi que sur des épaisseurs plus importantes (de l'ordre de quelques microns à plusieurs millimètres). Les échantillons obtenus peuvent alors être soumis à des sollicitations plus complexes, ce qui présentent un intérêt pour certains modèles comportementaux. Parmi les principaux matériaux étudiés sont le cuivre [Klein et al. 2001, Simons et al. 2006, Weiss et al. 2002], le nickel [Stoelken et Evans 1998] et l'aluminium [Hoefnagels et al. 2008, Janssen 2008, Klein et al. 2001], soumis à des sollicitations en traction simple, flexion, gonflement de membrane et fatigue. Enfin, la majorité des études effectuées s'intéresse à l'influence d'une variation d'épaisseur, de largeur ou de diamètre selon que les éprouvettes soient plates ou cylindriques. Les épaisseurs étudiées varient de $10 \text{ }\mu\text{m}$ à $500 \text{ }\mu\text{m}$.

Sur l'ensemble des matériaux, les principaux effets observés avec une réduction d'épaisseur (ou de largeur [Janssen 2008]) sur le comportement en traction simple, c'est à dire sans gradient de

déformation, sont :

- Une baisse de la contrainte d'écoulement pour un niveau de déformation donné comme le montre la figure 1.17 [Hoefnagels et al. 2008, Klein et al. 2001, Simons et al. 2006, Weiss et al. 2002] ;
- Une diminution du niveau de déformation plastique à rupture (figure 1.17) [Klein et al. 2001, Simons et al. 2006, Weiss et al. 2002] ;

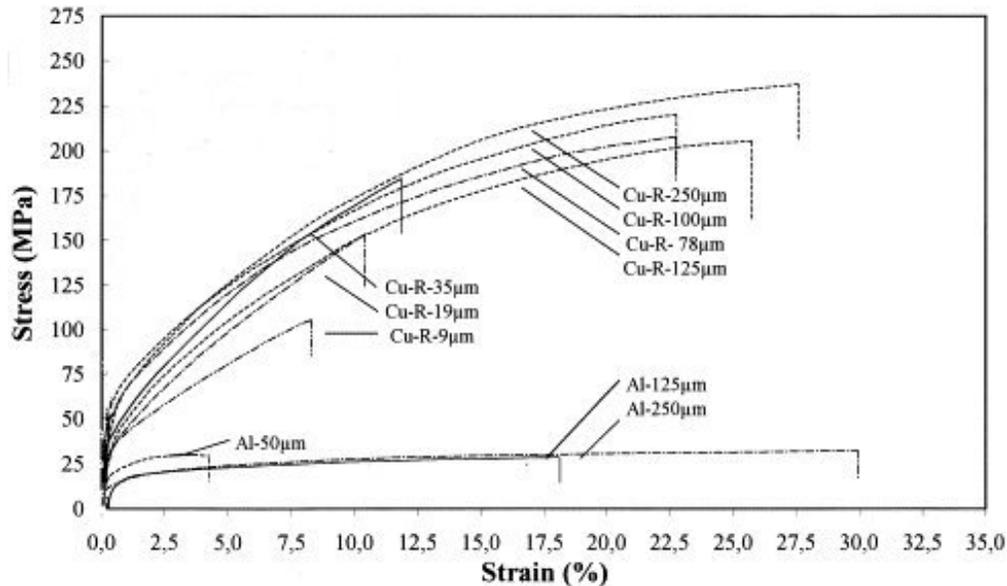


Figure 1.17: Comportement en traction simple pour des échantillons de cuivre (Cu-R) et d'aluminium de différentes épaisseurs obtenus par laminage. [Weiss et al. 2002]

- Une modification du mode de rupture qui passe d'une rupture ductile à une rupture par striction complète dans l'épaisseur (faciès en « lame de couteau ») [Weiss et al. 2002] ;

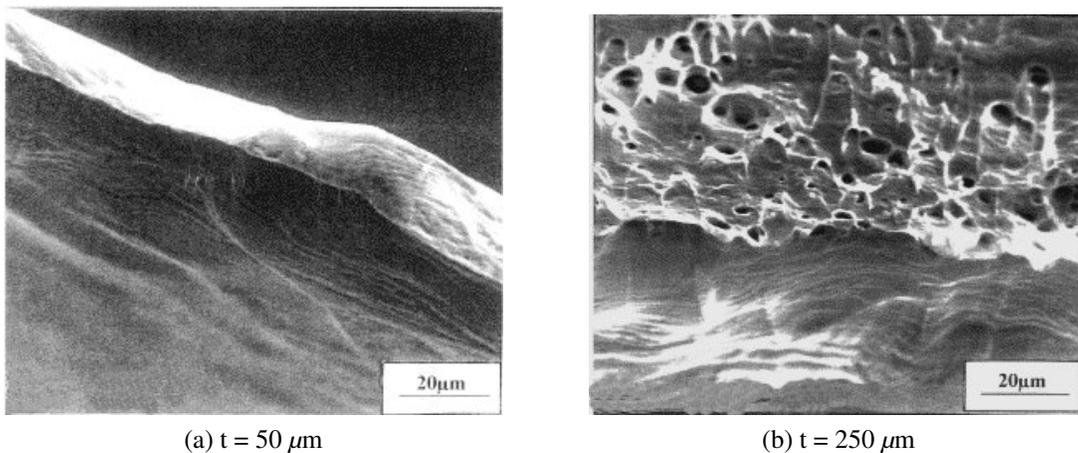


Figure 1.18: Influence de l'épaisseur sur le comportement à rupture du cuivre laminé [Weiss et al. 2002] a) Faciès en lame de couteau b) Faciès de rupture ductile.

- Une augmentation de la rugosité de surface [Simons et al. 2006] ;

Les divers auteurs suggèrent différentes hypothèses pour expliquer les phénomènes observés. Klein *et al.* [Klein et al. 2001] invoquent le rôle de la texture. En effet, les échantillons utilisés dans leurs travaux présentent une texture cubique fortement marquée. Dès lors, une réduction d'épaisseur s'accompagnerait d'une diminution du nombre de systèmes de glissement activés et par la suite d'une baisse de la ductilité. Simons *et al.* [Simons et al. 2006] suggèrent quant à eux que la rugosité de surface entre en ligne de compte. En effet, la rugosité absolue de chacun des échantillons est sensiblement la même, indépendamment de l'épaisseur. En conséquence, la rugosité relative est plus importante pour les éprouvettes les plus minces. Dès lors, les concentrations de contraintes induites localement pourraient être suffisamment importantes pour provoquer une rupture précoce. Enfin, il est possible que l'état de contrainte soit modifié passant d'un état de déformation plane à un état de contrainte plane [Weiss et al. 2002]. La baisse d'activité du glissement qui en découle expliquerait la rupture précoce, le changement de mode de rupture et les résultats obtenus en fatigue.

1.5 Effets de taille additionnels sur le comportement mécanique

L'étude des propriétés mécaniques des objets de faibles dimensions, de même que le développement en parallèle de nouvelles méthodes d'investigations telle que la nano-indentation ont mis en évidence l'existence d'effets de tailles autres que les effets dus aux dimensions de la microstructure et préalablement abordé aux paragraphes 1.3 et 1.4. Geers propose trois autres types d'effets de tailles distincts qui sont [Geers et al. 2006] :

- l'effet type gradient de déformation ;
- l'effet de taille statistique ;
- l'effet dû à la contrainte de surface ou d'interface ;

Le premier effet mentionné par Geers est le gradient de déformation. C'est l'une des bases théoriques permettant l'élaboration de modèle de comportement en plasticité des métaux sollicités de façon relativement complexe comme en micro-indentation, micro-torsion ou micro-flexion... Plus globalement, il s'agit de modéliser le comportement du mouvement des dislocations statistiquement stockées dans un milieu où les dislocations géométriquement nécessaires sont abondantes [Fleck et Hutchinson 1993, Gao et al. 1999, Yun et al. 2005]. Cela n'est pas l'objet du présent travail et cet effet ne sera pas abordé par la suite.

Le second effet de la liste précédente désigne les phénomènes qui apparaissent par exemple suite à une diminution du nombre de grains dans la section, ce qui est généralement le cas des matériaux de faibles dimensions. Cette baisse du nombre de grains entraîne par exemple la perte du caractère supposé isotrope d'un matériau métallique à mesure que l'orientation cristallographique propre à chaque grain n'est plus compensée par leur nombre. Janssen attribue d'ailleurs à cet effet la dispersion notable des résultats obtenus sur les éprouvettes de faibles dimensions [Janssen

et al. 2008]. Notons en outre que certains des phénomènes préalablement discutés et attribués à la réduction d'épaisseur peuvent être interprétés différemment si l'on considère l'effet contingent à celle-ci, à savoir la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur.

Le dernier effet n'est pas à proprement parler un effet de taille. Il s'agit plutôt du rôle prépondérant que peut jouer la surface libre sur les propriétés mécaniques des matériaux. En effet, le rapport entre les grains surfaciques et ceux à cœur augmente à mesure que le nombre de grains dans l'épaisseur diminue. C'est un effet étroitement lié au précédent.

Ces deux derniers effets apparaissent d'ailleurs généralement de façon conjointe et peuvent de fait être associés à un comportement mécanique transitoire entre le comportement polycristallin et le comportement monocristallin d'un alliage métallique : l'état « multicristallin », terme employé par Thompson [Thompson 1974]. Celui-ci apparaît pour un nombre de grains relativement faible dans l'épaisseur, en général une dizaine [Armstrong 1961, Thompson 1974] et ce indépendamment des longueurs caractéristiques intrinsèques et extrinsèques des échantillons.

1.5.1 Transition polycristal-multicristal

Comme nous l'avons précédemment noté, cette transition peut être induite par des variations de la taille de grains ou de l'épaisseur des échantillons. Celles-ci favorisent alors, selon leur nature, l'émergence d'un caractère monocristallin ou polycristallin.

Ce n'est que très récemment, face aux problématiques posées par la fabrication des MEMS qu'un net regain d'intérêt pour l'étude de la transition polycristal-multicristal a pu être constaté. Pour caractériser cette dernière, de nombreux auteurs ont proposé d'étudier l'influence du rapport entre l'épaisseur (t) et le diamètre moyen des grains (d) sur les propriétés mécaniques [Armstrong 1961, Engel et Eckstein 2002, Janssen et al. 2006, Kals et Eckstein 2000, Miyazaki et al. 1978, Raulea et al. 2001, Thompson 1974]. Il apparaît alors que les propriétés mécaniques, notamment les valeurs des contraintes d'écoulement à un niveau de déformation donné, chutent brusquement en deçà d'un rapport t/d critique. Ce rapport critique est par ailleurs propre au matériau considéré, ce qui suggère une influence de l'énergie de faute d'empilement [Miyazaki et al. 1978]. Le tableau 1.1 suivant reprend les principales caractéristiques des échantillons utilisés pour les études précédemment citées.

Auteurs	Matériau	\bar{d} (μm)	Rapport $(t/d)_{\text{critique}}$	γ_{efe} ($\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$)
Thompson [Thompson 1974]	Revue	-	5	-
Miyazaki <i>et al.</i> [Miyazaki <i>et al.</i> 1978]	Cu	16, 22, 65, 145 μm	5 à 14	45
	Al	90, 180	4, 6	135
	Cu13at.%Al	31, 40, 77	10 à 30	< 45
	Fe $_{\alpha}$	25, 60	10, 20	-
Kals <i>et al.</i> [Kals et Eckstein 2000]	CuNi18Zn20	40	$\in [5 - 10]$	< 14
Janssen <i>et al.</i> [Janssen <i>et al.</i> 2006]	Al	75 à 480	-	135
Raulea <i>et al.</i> [Raulea <i>et al.</i> 2001]	Al	143	≈ 5	135

Tableau 1.1: Récapitulatif des paramètres issus de la littérature et utilisés pour l'étude de la transition polycristal-multicristal pour différents matériaux

Le rapport t/d marquant la transition du comportement mécanique, qualifié par la suite de « critique », est compris entre 2 et 30 selon le matériau étudié et les tailles de grains considérées. Cette dernière est d'importance, notamment comme on peut le voir sur le figure 1.19. Ainsi, plus la taille de grain est importante, plus le rapport t/d critique est faible. Par ailleurs, les travaux de Miyazaki *et al.* [Miyazaki *et al.* 1978] mettent en évidence qu'une haute énergie de faute d'empilement tend à accentuer ce phénomène.

Effet de la transition polycristal-multicristal sur les propriétés mécaniques

Un des effets les plus remarquables de la transition polycristal-multicristal est la diminution importante des contraintes d'écoulement à un niveau de déformation donné [Armstrong 1961, Janssen *et al.* 2006, Miyazaki *et al.* 1978, Raulea *et al.* 2001, Thompson 1974]. Les figures 1.19a à 1.19d tirées des travaux de Miyazaki *et al.*, mettent en évidence ce phénomène pour différents matériaux, différentes épaisseurs et différentes tailles de grain.

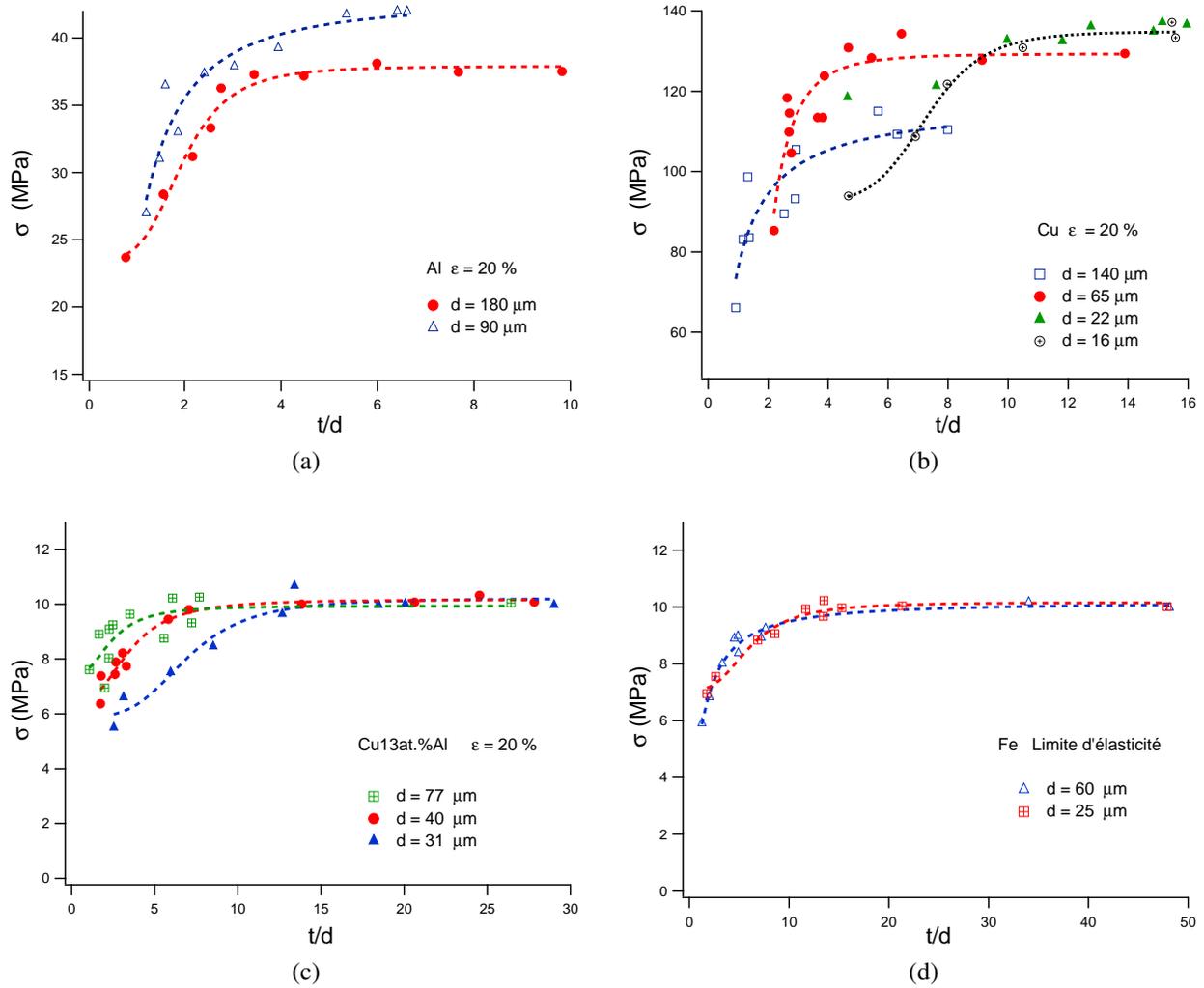


Figure 1.19: Effet du rapport t/d sur la contrainte d'écoulement pour un allongement ϵ de 20 % pour a) de l'aluminium b) du cuivre c) un alliage cuivre aluminium, et sur la limite d'élasticité du fer (d). [Miyazaki et al. 1978]

L'explication avancée par la plupart des auteurs s'appuie sur l'augmentation de la proportion de grains surfaciques par rapport à ceux à cœur lorsque t/d diminue [Hansen 1977, Janssen 2008, Kals et Eckstein 2000, Miyazaki et al. 1978, Raulea et al. 2001, Thompson 1974]. Ceux-ci sont en effet moins contraints du fait qu'ils sont délimités en partie par la surface libre. Ce dernier point expliquerait également les observations effectuées par Kals sur la rugosité importante observée pour des échantillons avec un faible nombre de grains dans la section [Kals et Eckstein 2000]. En effet, les grains affleurant la surface pourraient accommoder la déformation plastique en effectuant une rotation par glissement sur les joints de grain voisins.

Kals a en outre mis en évidence la diminution progressive de l'anisotropie moyenne \bar{r} avec la réduction du rapport t/d [Kals et Eckstein 2000]. \bar{r} est défini par la relation suivante :

$$\bar{r} = \frac{1}{4}(r_0 + 2r_{45} + r_{90})$$

où r_ϕ désigne le rapport entre la déformation selon y et celle selon z pour une position ϕ par rapport au sens de laminage. La diminution constatée de \bar{r} signifie donc que la déformation selon la largeur perd de l'importance au profit de celle selon l'épaisseur à mesure que t/d décroît. Toutefois, aucune valeur critique de t/d n'a pu être mise en valeur.

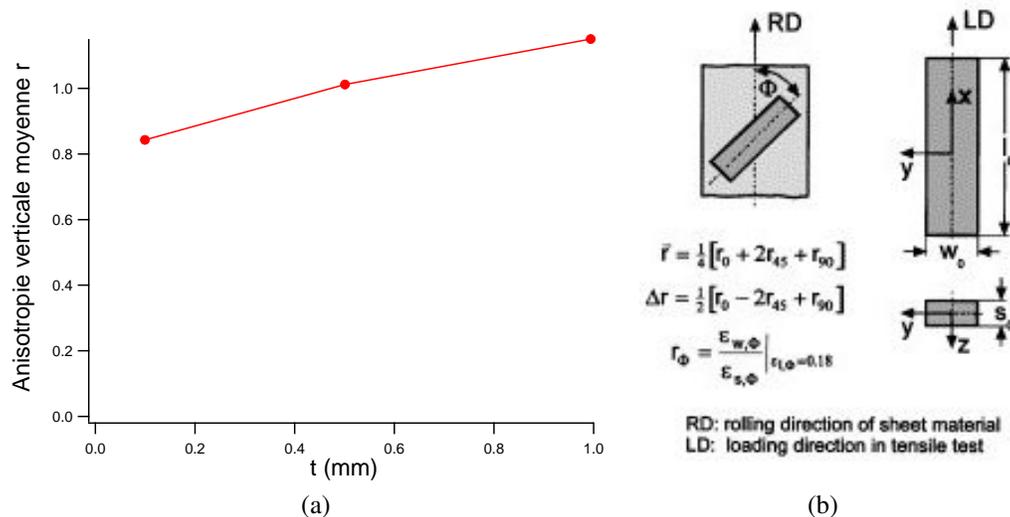


Figure 1.20: a) Influence de la réduction d'épaisseur t sur l'anisotropie moyenne \bar{r} b) Schéma présentant les différents paramètres permettant la détermination de \bar{r} . [Kals et Eckstein 2000]

De façon analogue, Janssen [Janssen et al. 2008] a observé un effet de taille sur des éprouvettes d'aluminium pur dont seule la largeur (w)³ a été modifiée ($w_1 = 9$ mm et $w_2 = 2$ mm). L'analyse des champs de déplacements montre que la déformation est bien moins homogène dans les échantillons de faible rapport w/d . En effet, la localisation de la déformation dans les grains

3. *width*, largeur

orientés favorablement s'étend sur toute la largeur de l'éprouvette de plus faible épaisseur, l'absence de grains environnants empêchant son confinement (figure 1.21a). Par ailleurs, le rapport des contraintes d'écoulement pour un même niveau de déformation, $\sigma_{2,2\text{ mm}}/\sigma_{9\text{ mm}}$, tend vers la valeur du rapport des écarts type du nombre de grains dans les largeurs ($\sqrt{\frac{15,7}{4,4}} \approx 1,89$) et non celle du rapport des surfaces ($\sqrt{\frac{9}{2}} \approx 2,1$). L'observation de ces deux phénomènes tend à démontrer que l'effet observé est de type statistique (figure 1.21b).

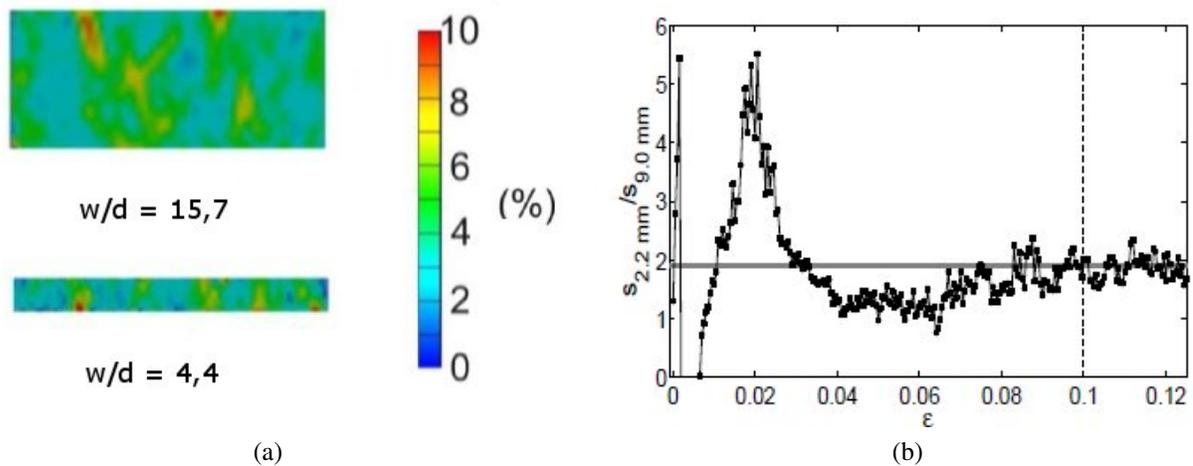


Figure 1.21: Mise en évidence de l'effet de taille statistique a) localisation de la déformation pour un niveau de déformation moyen global $\epsilon = 4 \%$. b) Rapport des contraintes d'écoulement pour un niveau de déformation donné pour des éprouvettes d'épaisseur 2 mm et 9 mm [Janssen et al. 2008]

S'il existe un nombre relativement important d'études s'intéressant aux effets de tailles, peu d'entre elles se sont attachées à caractériser l'évolution des mécanismes de glissement et d'écrouissage au cours de la transition multicristalline. On peut citer les travaux de Sumino *et al.* [Sumino et al. 1963a;b]. Les échantillons utilisés sont en cuivre pur, d'épaisseurs comprises entre $6,6 \mu\text{m}$ et 3 mm et les rapports t/d correspondants entre 0,06 et 0,5, avec une taille de grain du même ordre de grandeur que l'épaisseur. Les auteurs mentionnent alors l'apparition d'une transition entre un comportement typiquement polycristallin et le comportement multicristallin. Celle-ci se caractérise par l'émergence de trois stades d'écrouissages distincts, similaires à ceux observés pour les monocristaux. Cette transition semble par ailleurs fortement dépendante de la direction de sollicitation. En effet, on voit sur la figure 1.22a que sur des échantillons d'épaisseur de $50,8 \mu\text{m}$ (t/d environ égal à 3), les stades d'écrouissage sont modifiés selon l'orientation cristallographique. En outre, pour une même orientation de la sollicitation mécanique, les auteurs montrent que plus t/d est faible, plus la longueur du stade I est importante. Celui-ci est d'ailleurs absent pour les échantillons de « type » polycristaux (épaisseurs les plus importantes de la figure 1.22b). Pour les deux rapports t/d les plus faibles (i.e. les épaisseurs minimales), les éprouvettes présentent un comportement en écrouissage totalement linéaire.

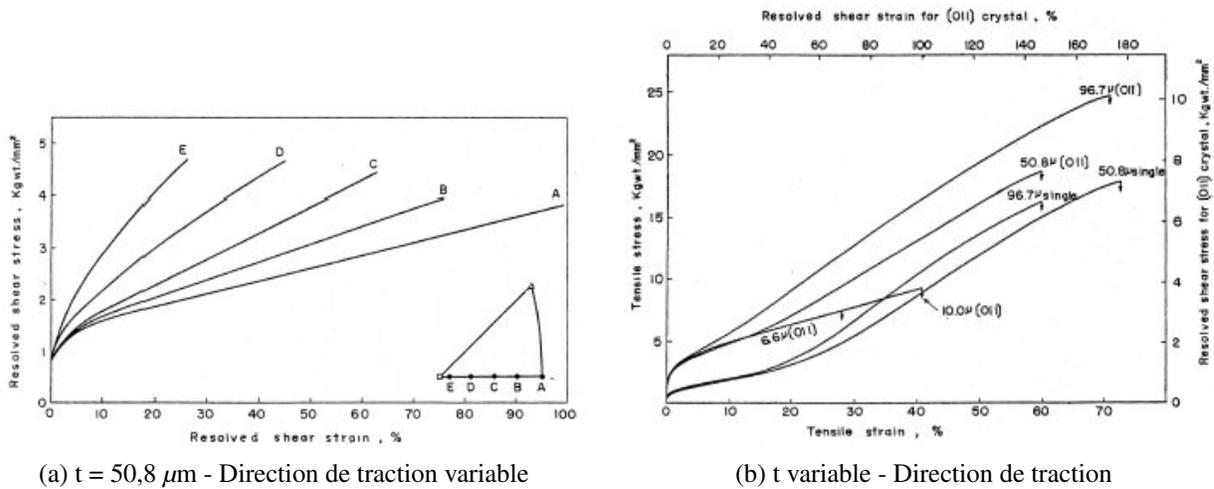


Figure 1.22: a) Influence de la direction de traction b) de l'épaisseur et du nombre de grains dans l'épaisseur sur le comportement en traction d'échantillons de cuivre [Sumino et al. 1963b]

Les auteurs ont alors effectué une analyse en microscopie électronique à transmission de l'évolution des structures de dislocations sur les éprouvettes d'épaisseur 50,8 μm et 10,1 μm [Sumino et al. 1963a]. Celle-ci s'attache à caractériser l'effet du niveau de déformation, de l'épaisseur et de l'orientation de la sollicitation en traction. A direction de sollicitation en traction identique, il ressort que pour l'épaisseur la plus importante, la déformation conduit à l'apparition de murs et de cellules qui, pour l'épaisseur la plus faible, tardent à se former et semblent moins denses. Réduire le nombre de grains dans l'épaisseur conduit donc à affiner les structures de dislocations en présence. De plus, la modification de l'orientation de la sollicitation modifie également les structures de dislocations. En effet, à épaisseur constante, les matériaux présentant un comportement en traction de type polycristallin présentent des structures denses dès les premiers instants de la déformation. A l'inverse, les échantillons dont le comportement est multicristallin présentent des structures bien moins denses qui apparaissent en outre plus tardivement. Il est donc possible que le caractère multicristallin puisse résulter d'un retard dans l'apparition des structures denses de dislocations.

Notons enfin qu'une transition supplémentaire a été rapportée par Janssen [Janssen et al. 2008], toujours sur de l'aluminium pur. Celle-ci intervient lorsque le rapport t/d est inférieur à 1 et se caractérise par un adoucissement marqué de la baisse de contrainte avec le rapport t/d (figure 1.23). Pour des échantillons de moins d'un grain dans l'épaisseur, les joints de grains sont majoritairement verticaux, c'est à dire perpendiculaires à la direction de traction. La diminution de leur densité à mesure que la taille de grain augmente (t est constante) serait le paramètre pilotant alors la diminution de la contrainte.

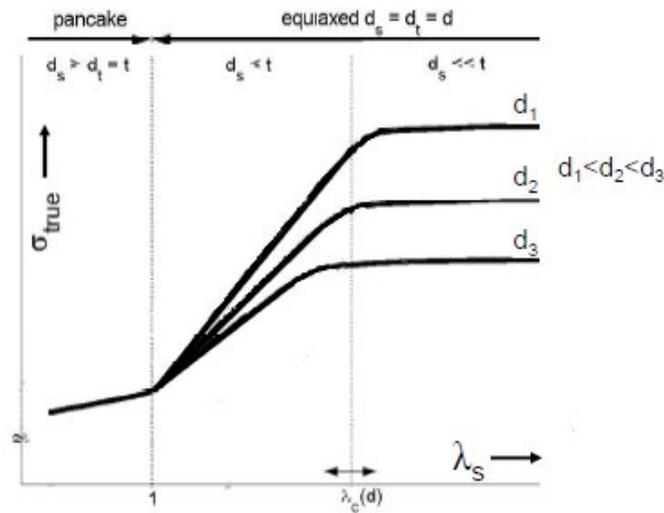


Figure 1.23: Effet du nombre de grain dans l'épaisseur (λ) sur la contrainte d'écoulement [Janssen et al. 2008]

Effet de la transition polycristal-multicristal sur la rupture des métaux

L'ensemble des études s'intéressant à la diminution de l'épaisseur, ou de façon équivalente à la réduction du nombre de grains dans celle-ci [Janssen et al. 2008, Klein et al. 2001, Nakamachi et al. 2000, Simons et al. 2006, Weiss et al. 2002], rapportent une diminution de l'allongement à rupture à mesure que le rapport t/d diminue. Simons *et al.* [Simons et al. 2006] expliquent ce phénomène par la diminution de la probabilité de trouver un système de glissement convenablement orienté pour être activé. Ceci résulte directement de la baisse du nombre de grains dans la section. La capacité du matériau à subir des déformations importantes serait donc fortement réduite. Cependant, expérimentalement, les études de Janssen (figure 1.21a) et de Nakamachi *et al.* (figure 1.24) mettent clairement en évidence la localisation de la déformation dans au moins un grain favorablement orienté pour les éprouvettes de faibles rapport t/d [Janssen et al. 2008, Nakamachi et al. 2000]. Celle-ci peut d'ailleurs s'étendre à toute l'éprouvette dès lors que t/d est suffisamment faible (figure 1.21a). La rupture de ce(s) grain(s) intervient à des niveaux de déformation anormalement faibles et entraîne avec elle la rupture de l'éprouvette entière. Quicili *et al.* [Quilici et al. 1998] retrouve numériquement ce phénomène de localisation de la déformation dans des grains orientés favorablement pour des essais de torsion et de tractions d'échantillons possédant un faible nombre de grain dans leurs sections.

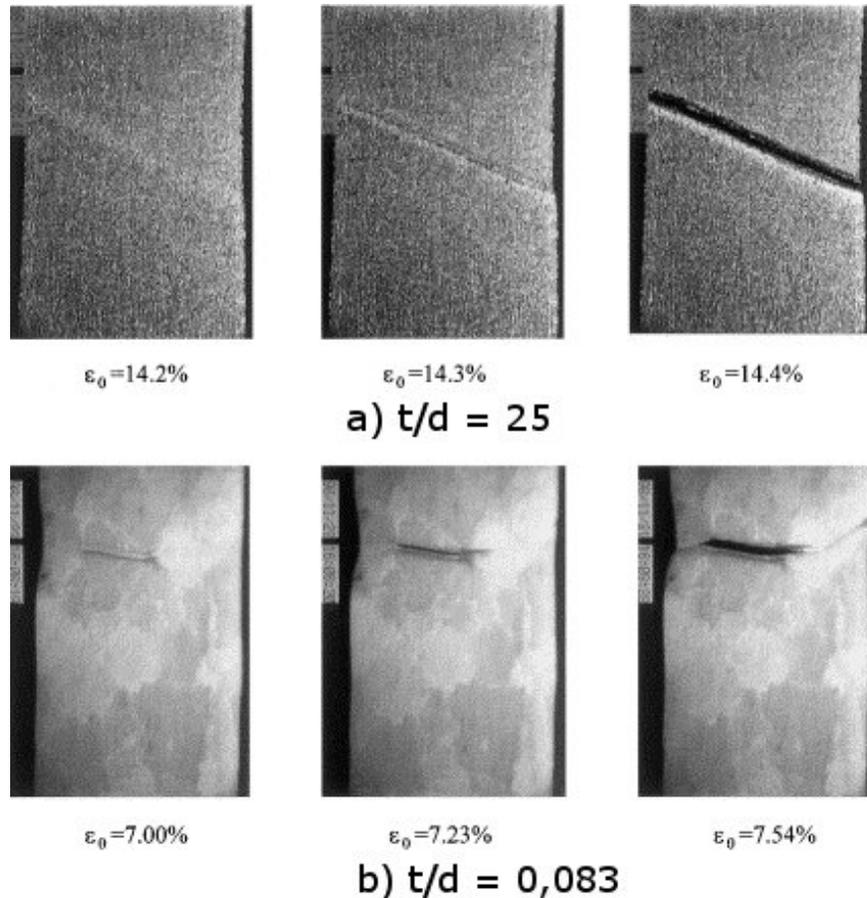


Figure 1.24: Influence du rapport t/d sur le comportement à rupture d'éprouvettes d'alliage Al-2,5%Mg polycristallin d'épaisseur $250 \mu\text{m}$ et présentant un rapport t/d de a) 25, b) 0,083. [Nakamachi et al. 2000]

1.5.2 Effets de surface dans les polycristaux

Les propriétés mécaniques d'un matériau peuvent être plus ou moins profondément modifiées aux abords d'une surface libre. Comme nous l'avons noté précédemment, il ne s'agit pas à proprement parler d'un effet de taille. Toutefois, la réduction des dimensions des éprouvettes peut rendre cet effet prépondérant, les régions proches des surfaces libres devenant majoritaires.

Il n'existe à notre connaissance qu'un nombre relativement limité d'études s'intéressant aux effets de surface dans les polycristaux. On peut notamment citer les travaux de Fourie [Fourie 1970]. Ce dernier a développé une méthode de découpe d'un monocristal précontraint à différents niveaux de déformation en bande rectangulaire [Fourie 1968] qu'il a ensuite pu adapter aux polycristaux. La figure 1.25 présente la méthodologie de découpe utilisée.

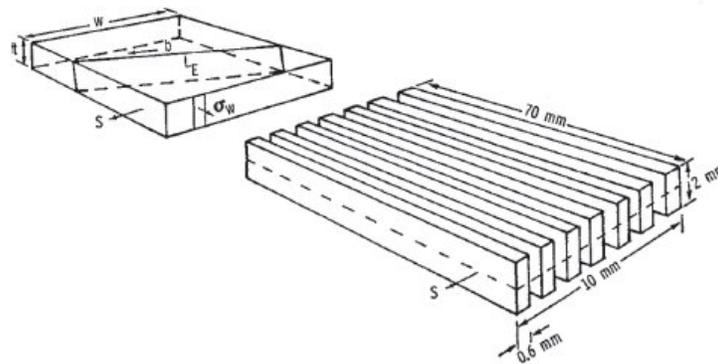


Figure 1.25: Méthodologie de découpe des échantillons polycristallins. [Fourie 1968]

Il a ainsi pu montrer l'existence d'un adoucissement surfacique sur une profondeur s'étendant jusqu'à $90 \mu\text{m}$ sous la surface libre des échantillons. Ce résultat est supporté notamment par les observations en microscopie électronique à transmission de Miyazaki *et al.* [Miyazaki *et al.* 1978] ainsi que ceux de Keller *et al.* [Keller *et al.* 2009b]. La première étude porte sur l'observation des structures de dislocations à cœur et en surface d'échantillons de cuivre pur à 99,99 % polycristallin déformé en traction uniaxiale à 1 %. Il en ressort principalement que les structures de dislocations visibles de façon uniformément réparties au sein des grains à cœur se retrouvent concentrées aux abords des joints de grains des grains de surface.

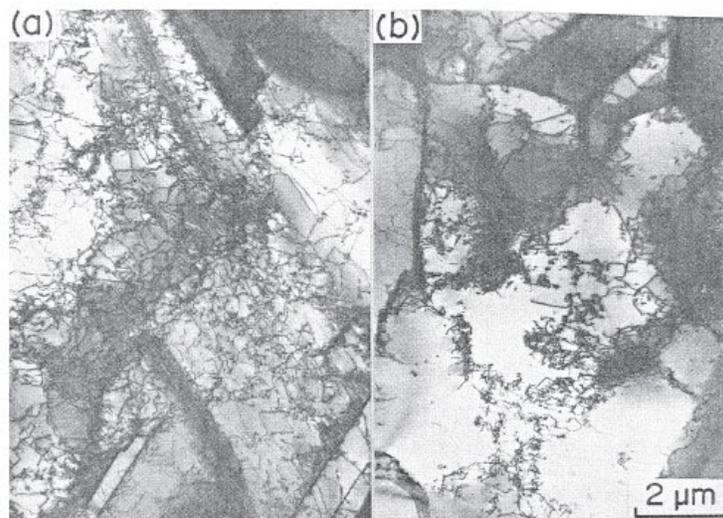


Figure 1.26: Structure de dislocations a) dans un grain à cœur b) dans un grain de surface pour un polycristal de cuivre pur déformé à 1 %. [Miyazaki *et al.* 1978]

Les travaux de Keller *et al.* [Keller *et al.* 2009b] portent sur des échantillons de nickel de haute pureté présentant différents rapports t/d (14, 2,5, 1) à différents niveaux de déformations ($0,025 < \epsilon < 0,26$). L'observation des structures de dislocations dans les grains à cœur et ceux de surface d'échantillons présentant un nombre de grains dans l'épaisseur identiques ne met pas en

évidence de modification de la forme des structures de dislocations ni de distribution spatiale particulière de celles-ci (figure 1.27). Toutefois, l'analyse statistique des tailles de cellules dans les grains à cœur et ceux de surfaces met en évidence une modification du diamètre moyen pour les échantillons de rapport t/d est égal à 2,5, les cellules des grains de surface étant de tailles plus importantes que celles à cœur. Cela traduit une diminution de la contrainte intragranulaire, qui selon les auteurs traduit notamment l'influence d'un effet de surface.

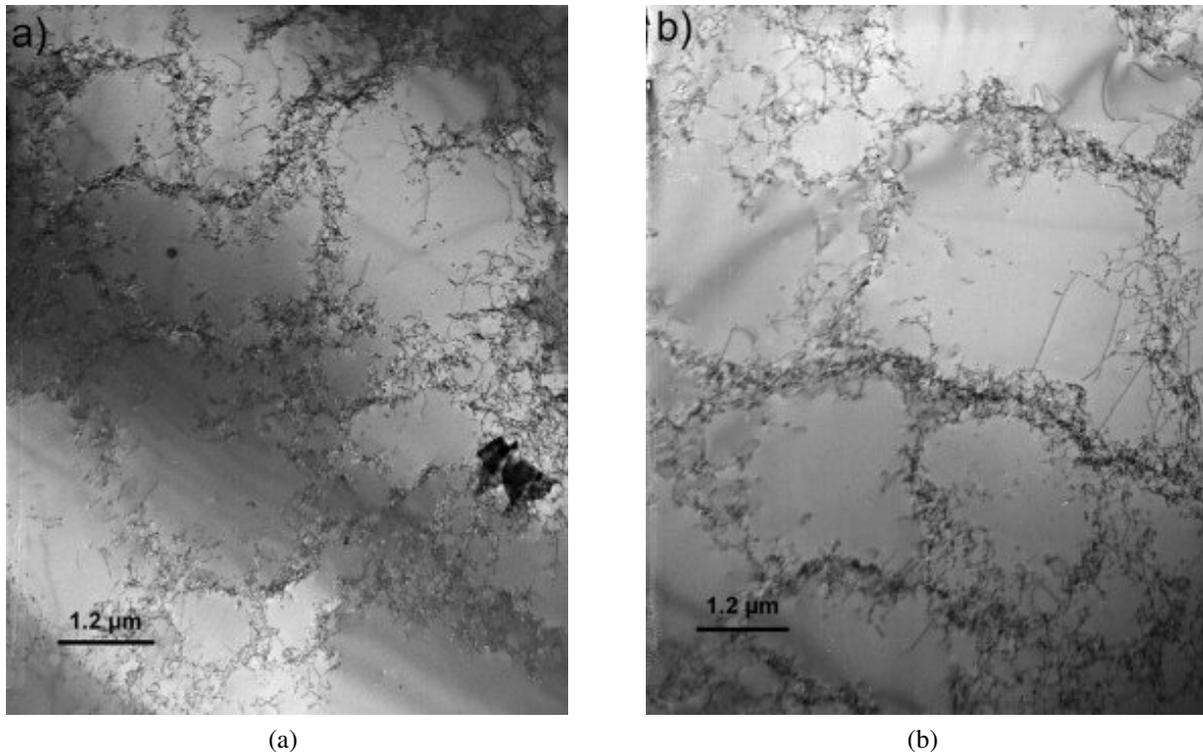


Figure 1.27: Structure de dislocations observées pour un échantillon de rapport $t/d = 2,5$, déformé à 0,025 ($\vec{g} = [\bar{1}11]$) a) à 250 μm sous la surface libre b) à 50 μm de la surface libre. D'après [Keller 2009]

Toutefois, Miyazaki *et al.* observent une modification des structures de dislocations entre les grains à cœur et les grains en surface sur des polycristaux de cuivre. Ils imputent également ce phénomène à un effet de surface [Miyazaki *et al.* 1978]. La différence d'énergie de faute d'empilement entre le cuivre et le nickel pourrait expliquer les différences de comportement entre les deux matériaux.

Parallèlement, la simulation numérique par éléments finis permet aujourd'hui de rendre compte du comportement des grains de surface de façon relativement précise. La plupart des travaux portent sur des alliages de type c.c. ou c.f.c. Les travaux menés par Barbe *et al.* [Barbe *et al.* 1999; 2001], s'appuyant sur la modélisation de la plasticité cristalline avec écrouissage, ont notamment mis en évidence une diminution de la contrainte équivalente de Von Mises en surface, ce qui se traduit par une augmentation de l'ordre de 8 % de la déformation plastique équivalente (également au sens de

Von Mises) aux abords de celle-ci (figure 1.28).

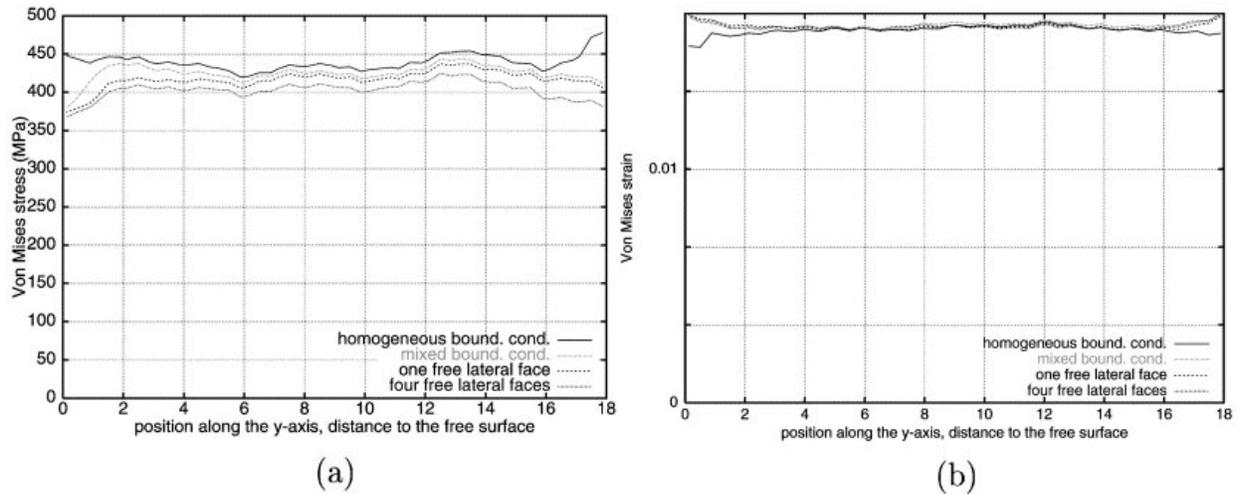


Figure 1.28: a) Contrainte équivalente b) déformation équivalente moyenne dans un plan parallèle à la surface libre situé à une distance y en microns de celle-ci. D'après [Barbe et al. 2001]

Cette augmentation est visible sur une distance équivalente à deux grains en profondeur, ce qui conforte les observations expérimentales de Fourie [Fourie 1970]. Sauzay et Gilormini [Sauzay et Gilormini 2000] ont obtenu des résultats comparables en s'appuyant sur un modèle d'inclusion sphérique (le grain surfacique) noyée dans une matrice élastoplastique. L'augmentation de déformation est toutefois plus notable, s'établissant aux alentours de 20 %. Cette déformation plastique plus importante se traduit également par une contrainte résiduelle plus importante après décharge. Enfin, ils notent un retard de l'activation d'un second système de glissement pour le grain surfacique par rapport à la matrice. Cela peut s'expliquer partiellement par l'existence d'une dissymétrie dans la contrainte de cisaillement. Barbe *et al.* [Barbe et al. 2001] retrouvent là aussi des résultats numériques similaires (figure 1.29). Ils mettent en effet en évidence le fait que la déformation plastique est accommodée par trois systèmes de glissements en surface contre quatre à cœur. Les systèmes aux abords de la surface libre sont en outre 15 % plus actifs que ceux à cœur. La surface libre permet donc au grain de mieux accommoder la déformation plastique.

Les résultats numériques tendent à conforter les diverses observations expérimentales d'un adoucissement surfacique dans les polycristaux. Les mécanismes à l'origine de celui-ci restent toutefois encore complexes à identifier clairement.

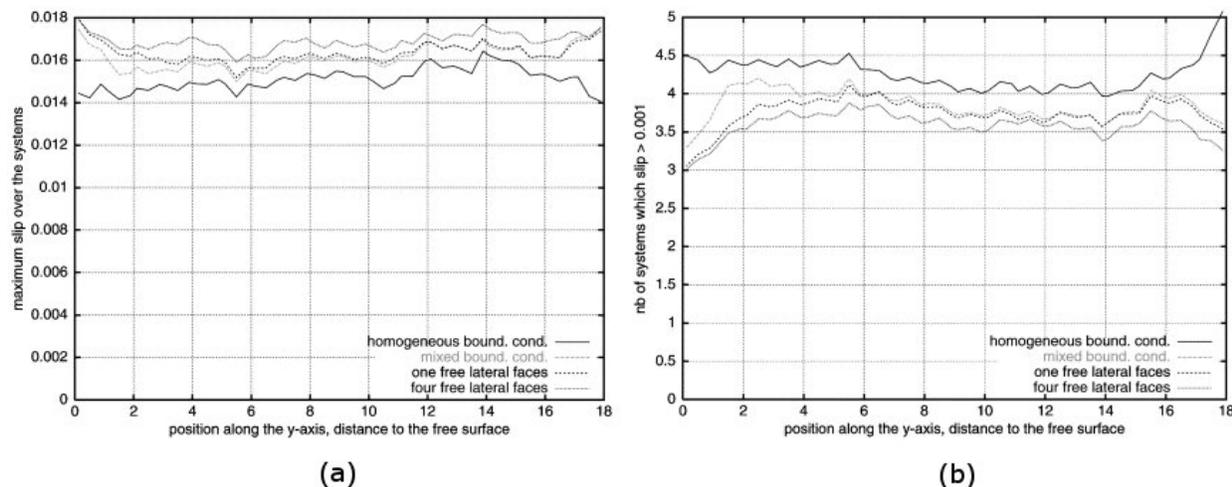


Figure 1.29: Caractéristiques du glissement simulé par éléments finis selon la distance à la surface libre. D'après [Barbe et al. 2001]

1.6 Synthèse

L'étude des effets de taille sur le comportement mécanique des matériaux métalliques polycristallins c.f.c a fait l'objet de nombreuses études. Il ressort de celles-ci qu'un nombre relativement important de paramètres sont influents : la taille de grain, l'épaisseur, la présence d'une surface libre et le nombre de grains dans l'épaisseur (le rapport t/d). Concernant l'effet de la taille de grain, celui-ci semble aujourd'hui correctement maîtrisé et compris au travers de la loi de Hall-Petch et de ses différentes modélisations. L'effet de l'épaisseur sur les matériaux polycristallins « libres » (sans substrat) est lui plus délicat à caractériser. En premier lieu, il existe des différences selon que les échantillons soient électrodéposés ou laminés. Pour les premiers, il ressort qu'une diminution de l'épaisseur tend à durcir le matériau caractérisant la maxime actuelle « *Smaller is stronger* ». Pour les seconds, au contraire, la réduction d'épaisseur se traduit au moins par une diminution de la contrainte d'écoulement à un niveau de déformation donné.

Les diverses études expérimentales sur les matériaux métalliques laminés tendent toutes à montrer que généralement la modification des dimensions de l'éprouvette tout comme l'augmentation de la taille de grain peuvent être caractérisées par un paramètre traduisant la diminution du nombre de grains dans la section du volume déformé, généralement t/d ou w^4/d . Ainsi, diminuer ce paramètre revient à dégrader les propriétés mécaniques : diminution de la contrainte d'écoulement à un niveau de déformation donné, perte de ductilité ainsi que modification de l'écrouissage. L'effet de la surface libre semble lui plus délicat à caractériser du fait notamment de la difficulté de le découpler des autres effets de taille. Toutefois, ces résultats concourent tous à démontrer un adoucissement surfacique. Il semble néanmoins que ce dernier ne soit pas seulement fonction des paramètres structuraux mais également de la taille de grain, de la texture cristallographique, et l'énergie de faute d'empilement du matériau. Par ailleurs, certains auteurs rapportent une modification de la densité

4. *width*, largeur

et des structures de dislocations entre les grains à cœur et en surface là où d'autres font état de structures de dislocations homogènes entre le cœur et les grains avec toutefois une diminution de la contrainte intragranulaire à longue distance en surface. Ce dernier point traduit éventuellement l'influence de l'énergie de faute d'empilement.

La caractérisation des phénomènes de transition volume/surface des propriétés mécaniques est donc encore largement incomplète. Cela est d'autant plus regrettable qu'elle présente un intérêt industriel, tout particulièrement sur des alliages métalliques polycristallin à vocation industrielle. Aux regards des études déjà effectuées, la capacité à décorrélérer autant que possible l'influence de l'épaisseur, du rapport t/d ou des surfaces libres sur le comportement mécanique du polycristal est de premier ordre. En effet la modification d'une grandeur structurale ou microstructurale a généralement une influence conjointe sur chacun de ces trois paramètres. De plus l'étude de l'écrouissage et de ces mécanismes est nécessaire pour comprendre l'origine des modifications du comportement. Il conviendra également de vérifier, du fait notamment de la composition relativement hétérogène des alliages industriels que les modifications opérées se restreignent bien à ces trois paramètres. Enfin, s'appuyant sur la connaissance des mécanismes à température ambiante, une étude, même succincte, des effets de la transition volume/surface sur les propriétés mécaniques d'un alliage en température serait un apport plus qu'intéressant vis à vis de ses applications industrielles.

Chapitre 2

Présentation du matériau

Sommaire

2.1	Nomenclature et caractéristiques des échantillons	32
2.2	Maîtrise de la taille de grains et contrôle des éprouvettes	33
2.2.1	Maîtrise de la taille de grain	34
2.2.2	Contrôle de la texture	40
2.3	Analyse physico-chimique des matériaux utilisés pour l'étude	44
2.3.1	L'ordre dans les systèmes Ni-Cr	46
2.3.2	Analyse microstructurale des échantillons à disposition	48
2.4	Synthèse des résultats	59

Dans ce chapitre, les aspects de maîtrise et de contrôle de la taille de grain sont abordés. La méthodologie de calcul de la taille de grain est également définie. Enfin, la composition et, par la suite, l'influence du traitement thermique sur la microstructure des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr, de qualité industrielle, sont étudiées.

Les diverses propriétés chimiques/physiques/mécaniques des alliages à base nickel sont exploitées pour des applications nécessitant une résistance à des températures d'utilisation et/ou de service relativement élevées. Ainsi, leur très bonne tenue mécanique en température en font des remplaçants de choix des alliages d'acier pour certaines utilisations où la tenue en fluage, dans une gamme de température comprise entre 550 °C et 950 °C, est un critère de premier ordre. En outre, ils jouissent de propriétés électriques à haute température avantageuses comme une très faible perte par effet Joule ou un facteur de jauge G^1 peu dépendant de la température [Kazi et al. 2003].

Parmi les éléments d'alliage couramment utilisés avec le nickel on trouve le chrome, comme dans le cas de l'alliage Ni20wt.%Cr. Ce dernier confère une très bonne tenue à la corrosion humide ainsi qu'en température. De plus, sa solubilité est meilleure dans le nickel que des éléments aux propriétés équivalentes comme l'aluminium ou le silicium. Enfin, sa capacité à former des composés intermétalliques avec le nickel est la plus faible. De ce couplage avantageux, il résulte des matériaux disposant d'une bonne tenue au fluage et aux très bonnes propriétés électriques en température. C'est pourquoi on les retrouve en grande quantité dans l'industrie des actionneurs et des capteurs.

Ces diverses raisons expliquent également que, malgré la concurrence de nouveaux matériaux comme les plastiques pour des applications nécessitant une bonne tenue en corrosion ou les céramiques pour les très hautes températures, les alliages à base nickel disposent aujourd'hui encore d'un potentiel de développement particulièrement important [Lasserre 1984].

Quelques caractéristiques notables de l'alliage Ni20wt.%Cr sont données dans le tableau 2.1 suivant :

Point de Fusion (°C)	1355-1413
Chaleur Spécifique (J/kg.K)	444
Coefficient d'expansion thermique moyen $\mu/m.K$	13.3
Résistance électrique $n\Omega.m$	14.9
Température de transition ordre-désordre (°C) (si existante)	500-550

Tableau 2.1: Récapitulatif de diverses caractéristiques physiques de l'alliage Ni20wt.%Cr d'après Mankins[Mankins et Lamb 1992]

2.1 Nomenclature et caractéristiques des échantillons

Les principales caractéristiques microstructurales ainsi que la nomenclature des échantillons utilisés dans le cadre de cette étude sont référencées dans le tableau 2.2. La première lettre d'un échantillon correspond à un lot de matière précis : A pour l'épaisseur 1,6 mm, B pour 0,25 mm et

1. G représente le coefficient de proportionnalité entre la variation de résistance électrique de l'alliage et la déformation qui lui est appliquée

C pour 0,125 mm. Le numéro associé fait référence au traitement thermique et donc à une taille de grain, un rapport t/d, une texture cristallographique... Les rapports w/d sont arrondis à l'unité.

Dénomination	Eprouvette		Traitement Thermique				
	Epaisseur (mm)	Température(°C)	Durée(min)	d (μm)	t/d	w/d	
A1	1,6	1100	220	55	29	91	
A2	1,6	1100	810	90	17,8	56	
A3	1,6	1100	1800	220	7,2	23	
A4	1,6	1100	2880	280	5,7	18	
A5	1,6	1100	5760	380	4,1	13	
A6	1,6	1100	420	70	22,8	71	
A7	1,6	1100	600	85	18,8	59	
A8	1,6	1100	100	53	30	94	
A9	1,6	1100	1200	130	12,3	38	
A10	1,6	1100	30	40	40	125	
A11	1,6	1100	900	190	8,4	26	
A12	1,6	1100	1050	185	8,6	27	
A13	1,6	1100	12960	730	2,2	7	
B1	0,25	700	220	32	7,8	312	
B2	0,25	850	220	37	6,8	270	
B3	0,25	1100	220	134	1,9	77	
B4	0,25	1100	360	230	1,1	44	
B5	0,25	950	220	45	5,6	22	
B6	0,25	1100	120	67	3,7	149	
C1	0,125	800	220	32	3,9	313	
C2	0,125	1100	60	41	3	244	
C3	0,125	1100	120	69	1,8	145	
C4	0,125	1100	360	120	≈1	83	
C5	0,125	1100	1440	300	0,4	33	

Tableau 2.2: Principales caractéristiques microstructurales et nomenclature des différents échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr utilisés dans le cadre de la présente étude

2.2 Maîtrise de la taille de grains et contrôle des éprouvettes

L'alliage Ni20wt.%Cr est fourni par la société Goodfellow sous forme de plaques laminées d'épaisseur : 1,6 mm, 0,25 mm et 0,125 mm. Le traitement thermomécanique préalable est inconnu.

L'étude de l'influence d'une transition volume/surface sur les propriétés mécaniques de l'alliage Ni20wt.%Cr s'appuie sur une stratégie d'obtention de différentes tailles de grains pour les diffé-

rentes épaisseurs de matériaux à disposition. Celle-ci doit permettre la réalisation d'éprouvettes d'essais mécaniques présentant différents rapports t/d . En outre, un faible nombre d'épaisseurs de tôle différentes sont à disposition. C'est pourquoi l'obtention de tailles de grains identiques sur les trois épaisseurs ainsi que de rapports t/d identiques s'avérerait intéressante pour dégager des tendances significatives de l'évolution du comportement mécanique statique en fonction de t , d ou t/d . La figure suivante (2.1) illustre l'obtention du même rapport t/d sur deux épaisseurs distinctes, soit par croissance des grains, soit à taille de grains constante par réduction d'épaisseur.

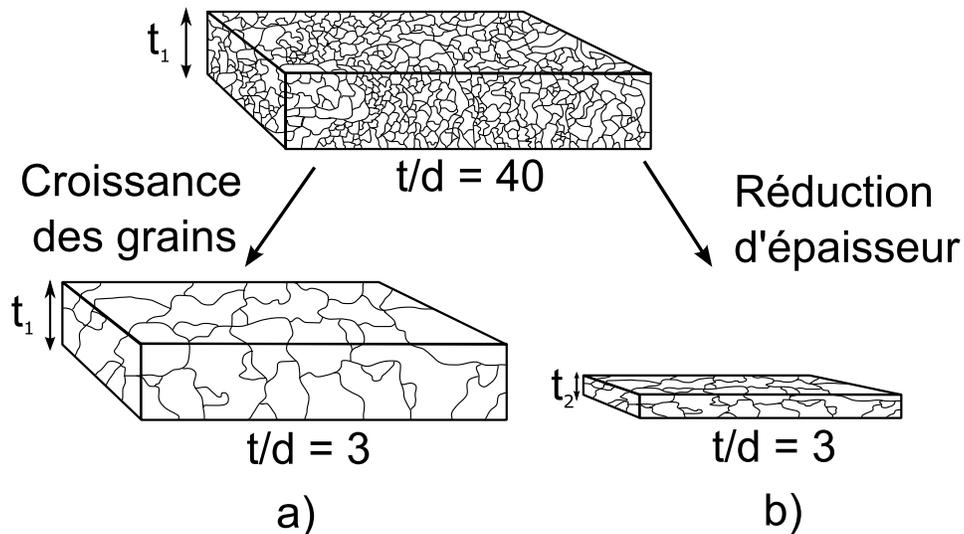


Figure 2.1: Illustration de deux méthodes distinctes pour obtenir le même rapport t/d a) par croissance des grains à épaisseur constante b) par réduction de l'épaisseur à taille de grain constante

2.2.1 Maîtrise de la taille de grain

2.2.1.1 Traitements thermiques pilotant la croissances des grains

La croissance des grains est réalisée à l'aide de recuits thermiques sous vide secondaire, afin de limiter l'oxydation, dans une enceinte thermique fabriquée par la société PyroxTM. Le contrôle de la température de l'échantillon est assuré par un thermocouple présent au sein de l'enceinte. En outre, ces traitements thermiques permettent dans une certaine mesure une homogénéisation de l'état de contrainte interne des éprouvettes, par relaxation des contraintes résiduelles, résultant notamment des procédés de mise en forme préalables.

Différentes tailles de grain sont obtenues à l'aide d'un traitement thermique consistant en un maintien isotherme à une certaine température, en majorité 1100 °C, pendant un certain temps (voir tableau 2.2). Afin de figer la structure et d'éviter entre autre la formation de phases non désirées, un refroidissement rapide est effectué en fin de traitement par ventilation d'air sur le tube de quartz. L'échantillon est ainsi en permanence sous vide secondaire.

Chaque recuit à fait l'objet d'analyses métallographiques dans le but de déterminer la taille de grain et la texture cristallographique initiale des éprouvettes. De plus, comme nous le détaillerons ultérieurement, l'alliage Ni20wt.%Cr ne présentant pas de façon certaine une phase unique sur l'ensemble de la gamme de température des recuits, des analyses microstructurales complémentaires ont été réalisées.

A une température T donnée, l'évolution de la taille de grain d en fonction de la durée du recuit t, est donnée par la relation suivante [Doherty et al. 1997] :

$$d^2 - d_0^2 = \xi = kt \quad (2.1)$$

où d_0 désigne la taille de grain initiale et k un paramètre thermodynamique, fonction de l'alliage considéré, notamment de sa composition chimique, et de la température.

Les courbes 2.2 présentent l'évolution du paramètre ξ en fonction de t pour les trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr .

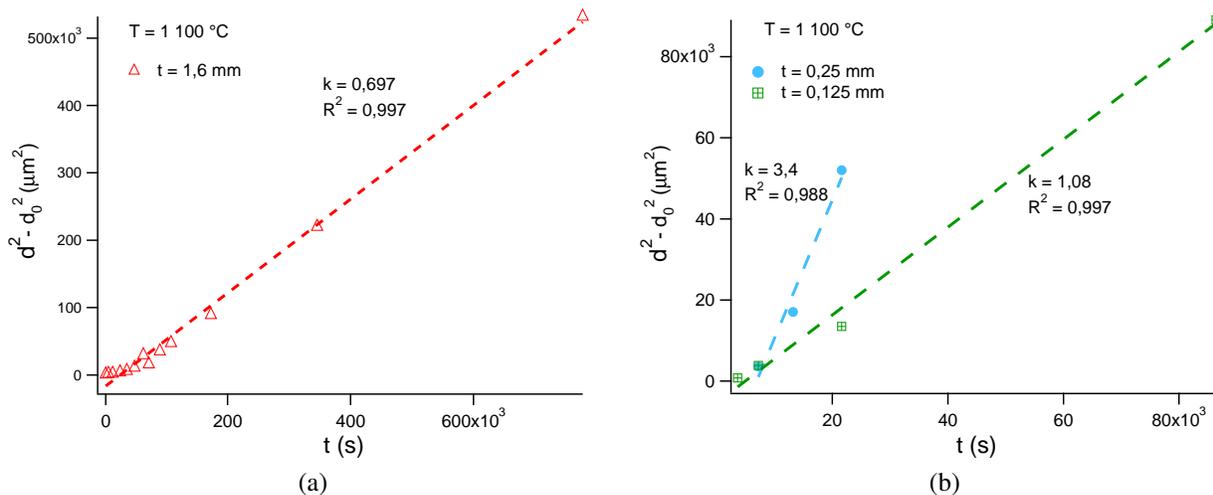


Figure 2.2: $d^2 - d_0^2$ en fonction de t pour les trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr utilisées a) 1,6 mm b) 0,25 mm et 0,125 mm. La pente k et le coefficient de corrélation R^2 sont indiqués à côté de chaque droite de régression

Pour l'ensemble des données à disposition, le coefficient de corrélation R^2 est soit proche de 0,99 (épaisseur 0,25 mm), soit supérieur à cette valeur (épaisseur 1,6 mm et 0,25 mm). Il y a donc une très bonne adéquation entre les valeurs obtenues expérimentalement et la théorie relative à la croissance des grains représentée par l'équation 2.1. Il est néanmoins impossible de déterminer une tendance générale de la variation de k en fonction de l'épaisseur compte tenu de nos résultats. En effet, k augmente pour le passage de l'épaisseur 1,6 mm à 0,25 mm puis diminue pour l'épaisseur 0,125 mm. L'existence de différentes pentes s'expliquerait plus par la grande sensibilité de celles-ci

à la composition chimique de l'alliage. En effet, cette dernière varie quelque peu selon les différents lots de matière, i.e. les épaisseurs. Il est également possible que l'épaisseur, l'état d'érouissage initial et plus généralement le traitement thermomécanique préalable influent sur k .

2.2.1.2 Méthode de mesure du diamètre des grains

Plusieurs méthodes d'évaluation des diamètres des grains sont disponibles, en particulier les méthodes par analyse EBSD (*Electron BackScattering Diffraction*) et celles reposant sur le comptage des grains. Sous couvert d'une méthodologie adéquate, de précédents travaux ont montré la similitude des diamètres moyens obtenus par l'une ou l'autre [Mingard et al. 2009]. D'autres critères peuvent cependant être pris en compte :

- la méthode par interception, ou méthode de Heyn (norme ISO 4499-2 :2008), appliquée à l'épaisseur des échantillons permet l'obtention immédiate du rapport t/d_t .
- la méthode EBSD permet, pour un temps moindre, l'observation d'une surface bien plus grande. L'analyse statistique permettant l'obtention de \bar{d} s'avère donc meilleure. En outre, elle permet l'accès à des paramètres cristallographiques supplémentaires comme l'orientation cristalline du grain, le type de joint de grain... Elle se prête donc bien à la détermination du diamètre moyen des grains de surface, d_s .

La méthode par interception est utilisée pour déterminer t/d_t puis d_t . On compte le nombre de grains interceptés par une ligne de longueur connue perpendiculairement aux surfaces libres. Les clichés sont obtenus à l'aide d'un microscope optique. Afin d'étudier un minimum de vingt grains, au moins une dizaine de mesures ont été réalisées sur la tranche de chacun des échantillons d'épaisseur 1,6 mm. Les figures 2.3a et 2.3b présentent un exemple de micrographies optiques utilisées pour déterminer d_t à l'aide de cette méthode.

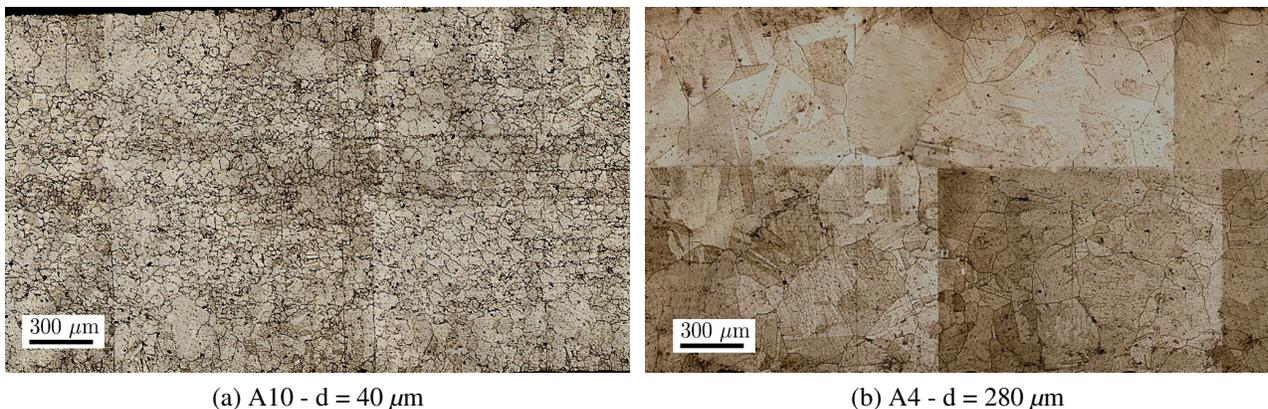


Figure 2.3: Micrographies optiques d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et de tailles de grains 40 μm (a) et 280 μm (b).

L'équipement utilisé pour la méthode EBSD consiste en un détecteur d'électron rétrodiffusés monté au sein de l'enceinte d'un MEB Jeol™ JSM-6100. L'acquisition des clichés de Kikuchi s'effectue à l'aide du logiciel OIM Data Collector 4.0 et l'analyse des données est effectuée via le

logiciel OIM AnalySys 4.0. La désorientation angulaire permettant de séparer deux grains est fixée à 2 °. La taille de grain minimale considérée n'est jamais inférieure au pas de mesure. Le nombre de grains observés est au minimum de 43 pour l'échantillon A13.

La méthodologie retenue pour le dépouillement des données obtenues via EBSD s'appuie sur nos propres observations, ainsi que les travaux effectués par Mingard *et al* [Mingard *et al.* 2009] :

1. le pas de mesure est fixé à 5 μm dans la majorité des cas. Il s'agit d'un bon compromis entre le temps nécessaire à l'acquisition et la fiabilité des résultats. Pour les tailles de grains faibles (inférieures à 40 μm), le pas a été réduit à 3 μm . Ces pas présentent en outre un ratio avec la taille de grain moyenne compris entre 10 et 20, comme cela est préconisé par Mingard *et al.* [Mingard *et al.* 2009].
2. Le niveau de bruit peut être estimé par la hauteur des histogrammes correspondants aux tailles de grains les plus faibles.

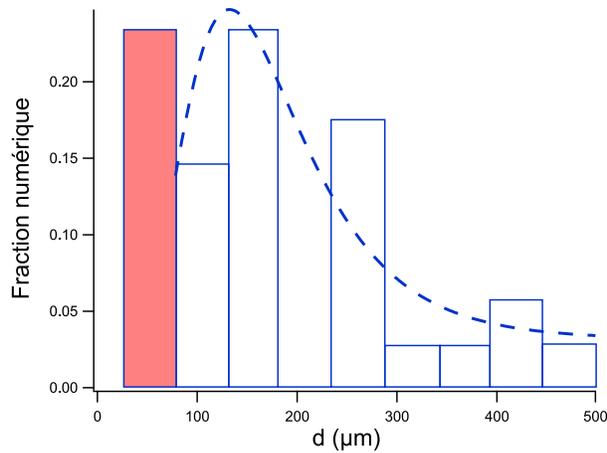
Cependant, définir un niveau de bruit acceptable, c'est à dire décider de supprimer les tailles en deçà d'un seuil arbitraire, n'est pas une solution intéressante en général, notamment du fait de la perte éventuelle de données valides. Sur la figure 2.4a, il serait par exemple envisageable de considérer les tailles de grains inférieures à 80 μm comme « fausses ». En effet, la détermination de la taille de grains moyenne en microscopie optique fournit une valeur de l'ordre de 400 μm . Or la hauteur du pic observé en EBSD pour les faibles diamètres fausse le calcul et suggère un niveau de bruit important. Diviser le pas de l'intervalle n'est pas non plus une solution intéressante.

Il est toutefois possible de réduire l'influence de ce bruit et du pas de mesure en déterminant le diamètre moyen des grains à se basant sur les surfaces occupées par chacun d'eux (figures 2.4b et 2.4d) plutôt que par l'analyse plus conventionnelle de la répartition statistique des diamètres (figures 2.4a et 2.4c). On s'appuie alors sur la relation suivante pour déterminer \bar{d} [Mingard *et al.* 2009] :

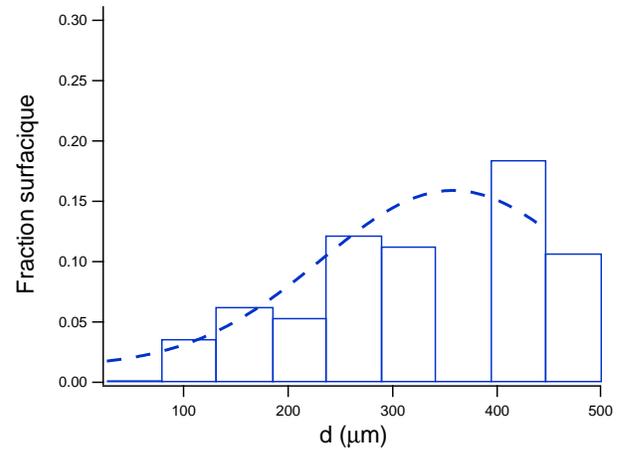
$$\bar{d} = \frac{\sum_i A_i d_{eq\ i}}{\sum_i A_i} \quad (2.2)$$

où A_i est la surface occupée par un grain i de diamètre $d_{eq\ i}$. En considérant les grains comme sphériques, il est possible d'approximer A par la relation : $A = \frac{\pi}{4} d_{eq\ i}^2$. Dans le cas d'échantillons présentant un diamètre de grain moyen faible, les valeurs des diamètres moyens obtenus sont relativement indépendantes de la méthode comme le montrent les distributions présentées figures 2.4c et 2.4d qui permettent d'établir des diamètres moyens, \bar{d} , de respectivement 40 et 44 μm . Cependant, lorsque la taille moyenne est élevée, il apparaît que la seconde méthode minimise grandement l'influence de grains des petites tailles qui sont éventuellement le résultat du bruit (figures 2.4a et 2.4b). La valeur de \bar{d} associée à la répartition statistique présentée est égale à 132 μm et celle de la distribution pondérée par la surface nous donne un diamètre moyen de 380 μm . Cette dernière valeur est très proche de la valeur de 400 μm obtenue via la méthode de mesure optique. Cette

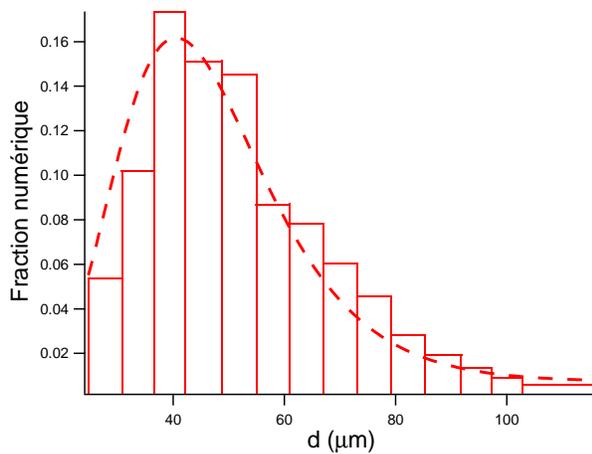
seconde méthode a donc été utilisée dès lors que \bar{d} est supérieur à $100 \mu\text{m}$.



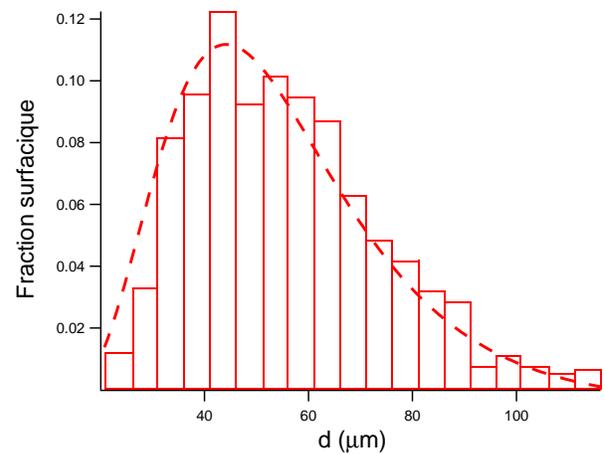
(a) A5 - $\bar{d} = 132 \mu\text{m}$ - Méthode statistique classique



(b) A5 - $\bar{d} = 380 \mu\text{m}$ - Méthode statistique pondérée



(c) A10 - $\bar{d} = 40 \mu\text{m}$ - Méthode statistique classique



(d) A10 - $\bar{d} = 44 \mu\text{m}$ - Méthode statistique pondérée

Figure 2.4: Influence de la méthode de calcul du diamètre moyen sur la répartition des tailles de grains pour les échantillons a) et b) A5 c) et d) A10.

Par ailleurs, il apparaît que la répartition de taille de grain de l'échantillon A10 (figure 2.4c) est correctement représentée par une loi statistique de type log-normal unimodale centrée autour de $40 \mu\text{m}$. D'une façon générale, l'ensemble des distributions statistiques de tailles de grains observées au cours de cette étude sont du même type.

Notons enfin qu'une dispersion relativement forte est observée sur les diamètres de grains les plus faibles ($\bar{d} < 80 \mu\text{m}$) (figure 2.4c). Cependant, cela n'est pas problématique. En effet, Berbenni *et al.* ont montré numériquement qu'une telle dispersion autour d'une valeur moyenne n'influence pas le comportement mécanique des polycristaux dès lors que la taille de grains moyenne est supérieure à $2 \mu\text{m}$ [Berbenni *et al.* 2006].

A ce stade, une question légitime est de savoir si l'évaluation de d_s à l'aide de la méthode EBSD est équivalente à la mesure de d_t obtenue par méthode optique. Une étude comparative relativement succincte a donc été menée sur l'ensemble des échantillons d'épaisseur 1,6 mm. Afin de comparer les résultats obtenus via la méthode de Heyn et en EBSD, un écart relatif entre la valeur de diamètre moyen des grains obtenue a été calculé (colonne « comparaison »). Comme le résultat de l'analyse EBSD est d'un point de vue statistique plus pertinent, du fait d'une plus grande surface analysée, il a été choisi comme résultat de référence. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Dénomination	EBSD	Optique (Méthode de Heyn)	Comparaison
	d_s (μm)	d_t (μm)	$\left \frac{d_s - d_t}{d_s} \right \times 100$ (%)
A1	55	34	38
A2	90	125	38
A3	240	184	23
A4	280	240	14
A5	370	400	8
A6	70	54	22
A7	85	40	53
A8	53	35	34
A9	130	70	46
A10	40	32	20
A11	120	80	33
A12	185	120	35
A13	730	640	12

Tableau 2.3: Tableau comparatif des tailles de grains moyennes obtenues avec l'EBSD sur la surface de l'échantillon et la méthode Heyn dans l'épaisseur

A la lecture du tableau 2.3, il apparaît que l'estimation du diamètre des grains dans l'épaisseur et sur la surface de l'échantillon divergent d'autant plus que la taille de grain est faible. En effet, l'écart relatif entre les deux méthodes de mesure peut atteindre 53 % pour l'échantillon A7, à comparer à l'écart de 12 % de l'échantillon A13. Quelques hypothèses pourraient expliquer ces différences :

- Le changement de méthode de calcul du diamètre moyen des grain par EBSD et les incertitudes associées.
- La méthode de calcul de l'écart relatif induit de fait des écarts plus importants pour les diamètres les plus faibles.

Le premier point semble peu probable, les travaux de Mingard *et al.* [Mingard et al. 2009] notamment ne font pas mention de tels écarts. La seconde remarque s'appuie sur le fait que la mesure des diamètres par EBSD souffre d'une incertitude absolue au moins égale au pas de mesure choisi, c'est à dire 3 μm ou 5 μm . L'écart relatif calculé est donc d'autant plus important que la taille de grain est faible.

Nous pouvons également remarquer que l'écart absolu entre d_t et d_s est relativement important pour les tailles de grains les plus élevées : 90 μm pour A13 par exemple. Deux hypothèses peuvent expliquer cela. Premièrement, l'obtention de grains de dimensions proche de l'épaisseur peut rendre prédominants des phénomènes physiques négligeables jusqu'alors, comme l'influence des surfaces libres sur la croissance des grains. La forme de ceux-ci peut s'en trouver altérée et les écarter d'autant du modèle de la sphère, utilisé pour déterminer le diamètre moyen. Remarquons d'ailleurs que lorsque d_s est supérieur à l'épaisseur, ce modèle de sphère n'est à priori plus valable. Le second point concerne la diminution du nombre de grains dans l'épaisseur liée à l'augmentation du diamètre moyen. L'évaluation statistique de celui-ci perd donc peu à peu de sa qualité. Malgré ces remarques, on constate que l'écart relatif pour les diamètres de grains les plus élevés entre d_t et d_s reste dans un intervalle estimé acceptable.

En conclusion, il est raisonnable d'estimer que d_s est une approximation correcte de d_t dans la très grande majorité des cas, et par suite que t/d_s peut être considéré comme représentatif du nombre de grains dans l'épaisseur, t/d_t . En outre, dans le cas extrême d'un grain ou moins dans l'épaisseur, l'évaluation de d_s permet encore de caractériser l'échantillon et d'obtenir une valeur de t/d_s , quand bien même cette dernière n'a peut être plus de sens physique. Ces conclusions sont similaires à celles établies par Janssen [Janssen 2008]. Dans la suite de ce travail, d fera donc systématiquement référence à d_s .

2.2.2 Contrôle de la texture

Un traitement thermique peut d'une façon générale entraîner l'apparition d'une orientation privilégiée des grains. On parle alors de texture. Il en découle une perte éventuelle de l'isotropie des propriétés mécaniques du polycristal. C'est pourquoi une étude systématique de la texture cristallographique a été effectuée. La méthode employée est la technique EBSD couplée au MEB.

L'analyse porte alors sur les figures de pôles en projection stéréographique. La texture évoluant avec le pourcentage de recristallisation du matériau [Rollett et Wright 1998], et donc le temps et la température du traitement thermique, seuls sont présentés ci-dessous les recuits extrêmes utilisés pour chaque épaisseur. La figure 2.5 présente les cartographies EBSD d'échantillons de tailles de grains extrémales pour les trois épaisseurs à disposition et la figure 2.6 les figures de pôles inverses qui y sont associées.

On constate que les densités maximales de pôles sur deux échantillons de même épaisseur ayant subis respectivement le plus long et le plus court traitement thermique, les variations de densité maximale de pôle sont relativement faibles. L'analyse des figures de pôles montrent en outre que la texture tend vers une texture de type cubique, ce qui est attendu compte tenu pour les matériaux métalliques de type c.f.c. avec l'augmentation du pourcentage de recristallisation [Rollett et Wright 1998].

2. Présentation du matériau

Le tableau 2.4 présente les valeurs de densités de pôle et les valeurs du facteur de Taylor (M) [Aernoudt et al. 1993] associés aux échantillons ci-dessus.

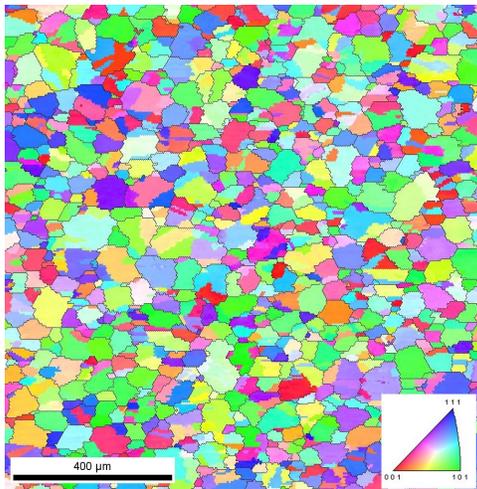
Dénomination	Epaisseur (mm) observés	Nombre de grains (m.r.d.)	Densité de pôle maximale M	Facteur de Taylor
A1	1,6	317	1,97	3,09
A13	1,6	43	6,04	3,16
B1	0,25	1 351	1,93	3,07
B4	0,25	77	4,21	3,14
C1	0,125	3 153	3,91	3,07
C4	0,125	54	7,81	3,13

Tableau 2.4: Relevés des I_{\max} extrêmes et des valeurs du facteur de Taylor correspondant obtenus par EBSD sur les trois épaisseurs du matériau

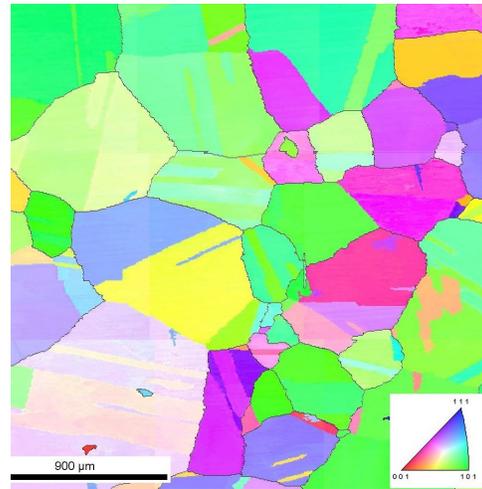
La densité maximale de pôles avoisine au maximum une valeur de 8 m.r.d., ce qui est raisonnable pour considérer les échantillons comme peu texturé.

Il convient toutefois de modérer les résultats d'un point de vue statistique. En effet, la cartographie des grains 2.5b montre le nombre relativement faibles de grains considérés malgré une surface observée de presque 3 mm², ce qui a pour effet de biaiser les résultats.

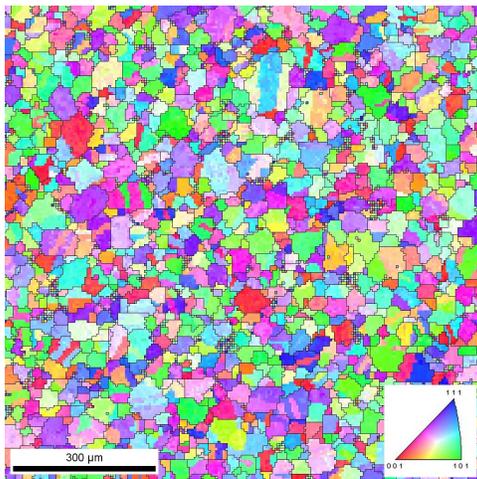
En conclusion, s'il est impossible de s'affranchir d'une texture sur un polycristal, les faibles intensités observées sur les éprouvettes utilisées permettent de considérer le matériau comme quasi-isotrope.



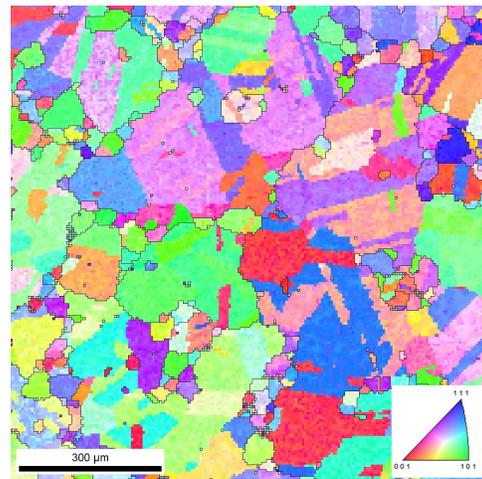
(a) A9 - $t = 1,6$ mm, $d = 40$ μm



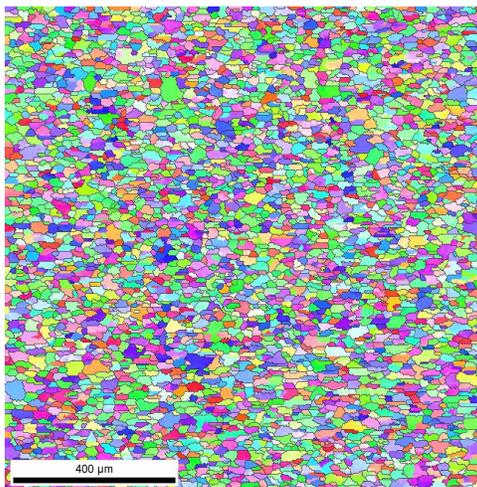
(b) A13 - $t = 1,6$ mm, $d = 730$ μm



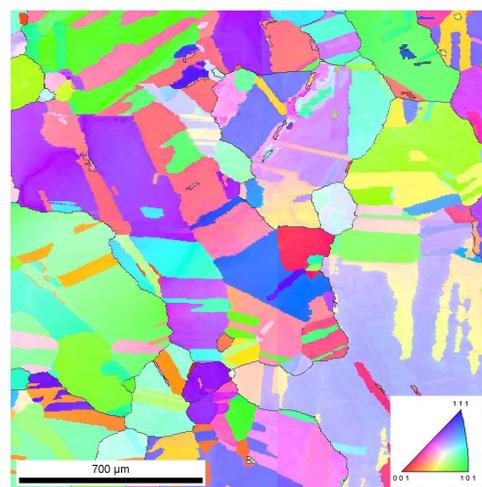
(c) B1 - $t = 0,25$ mm, $d = 37$ μm



(d) B4 - $t = 0,25$ mm, $d = 230$ μm

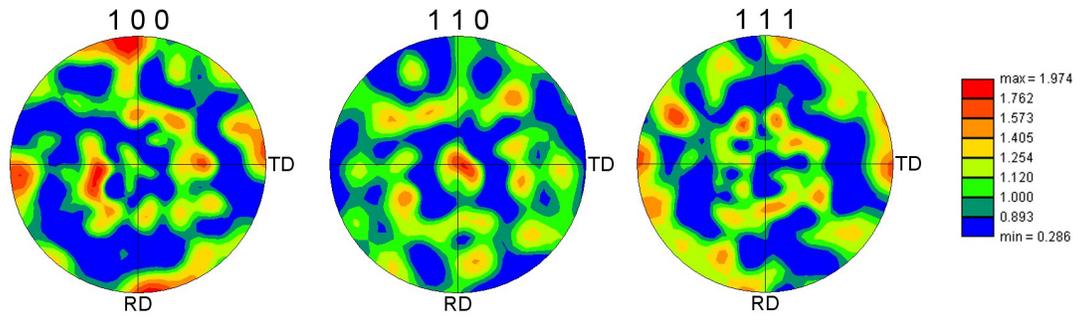


(e) C1 - $t = 0,125$ mm, $d = 32$ μm

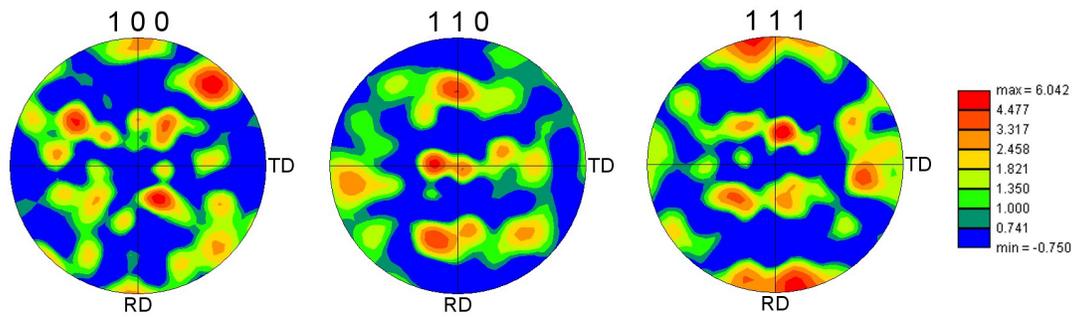


(f) C4 - $t = 0,125$ mm, $d = 300$ μm

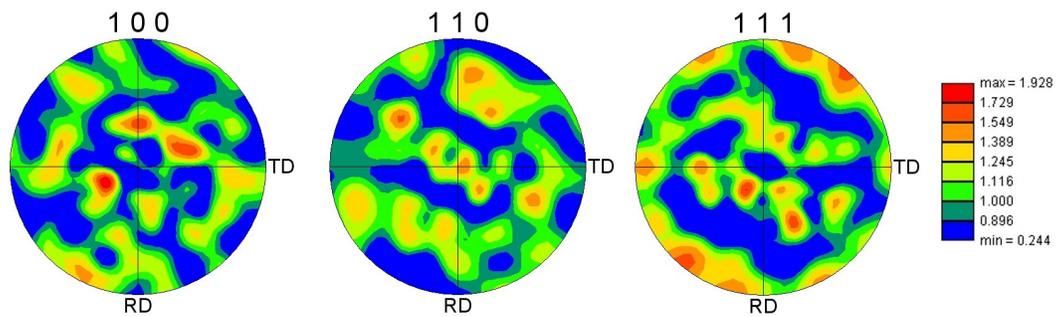
Figure 2.5: Cartographies EBSD des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr dont les tailles de grains sont extrêmes pour chaque épaisseur



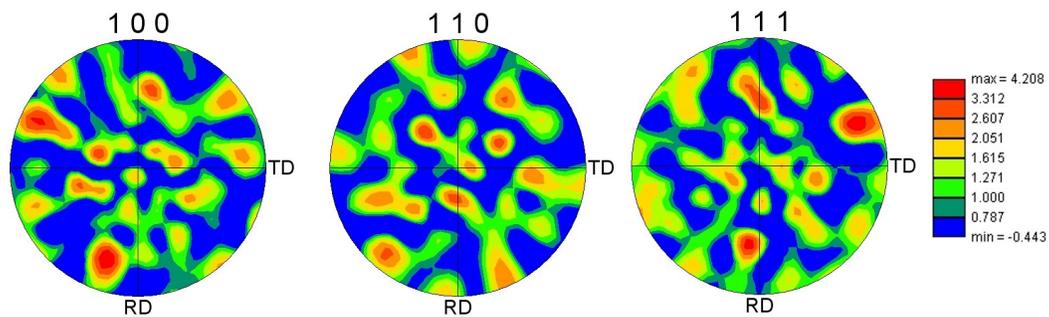
(a) A9 - $t = 1,6$ mm, $d = 40$ μm



(b) A13 - $t = 1,6$ mm, $d = 730$ μm



(c) B1 - $t = 0,25$ mm, $d = 37$ μm



(d) B4 - $t = 0,25$ mm, $d = 230$ μm

Figure 2.6

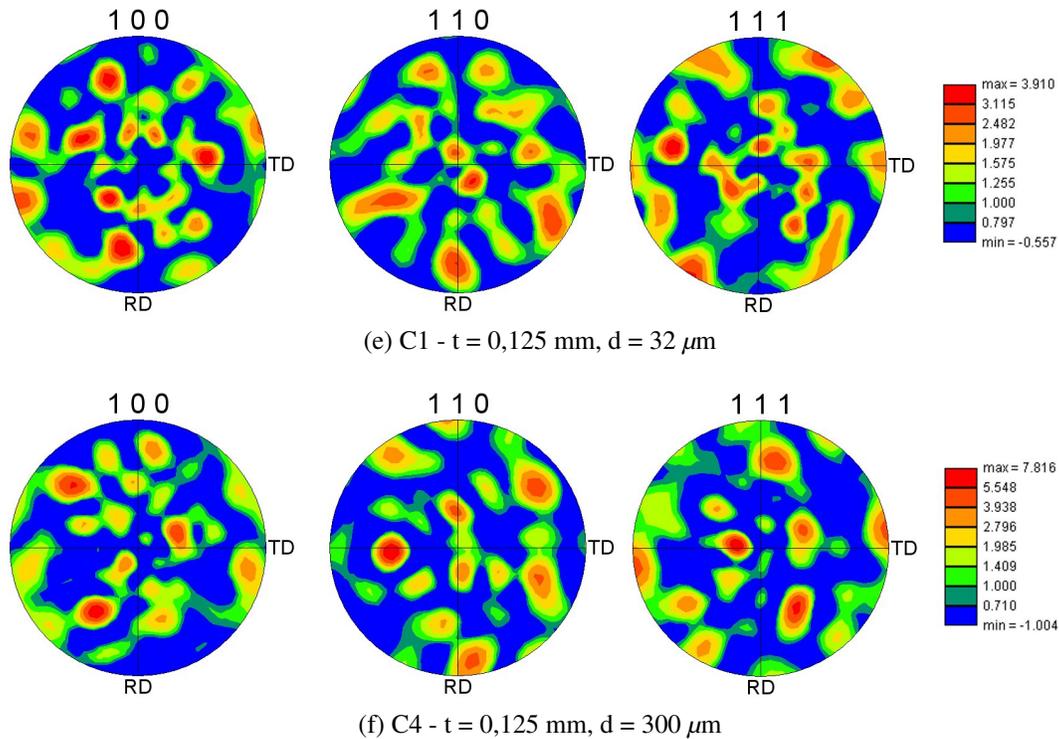


Figure 2.6: Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ associées aux cartographies EBSD présentées à la figure 2.5.

2.3 Analyse physico-chimique des matériaux utilisés pour l'étude

Le recours à des traitements thermiques pour faire croître les grains peut induire, dans le cas d'alliages, l'apparition de phases différentes en terme de maille cristalline notamment. Le comportement mécanique peut alors se trouver plus ou moins altéré. Pour l'alliage binaire nickel chrome, le diagramme de phase est le suivant [Nash 1991] :

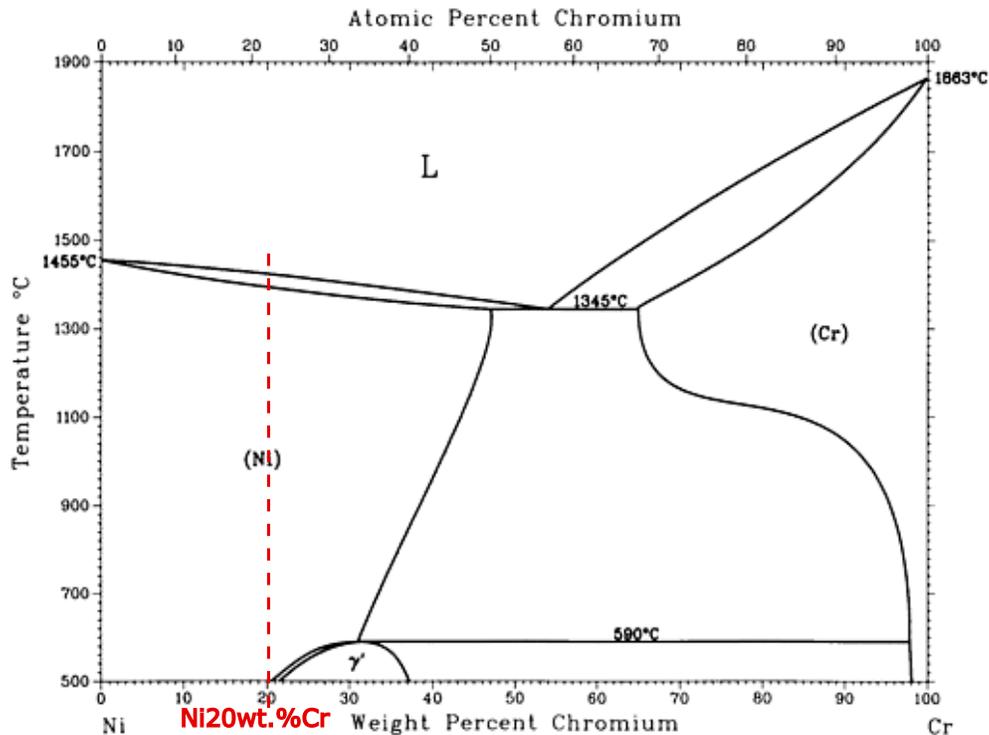


Figure 2.7: Diagramme de phase de l'alliage binaire Ni-Cr d'après [Nash 1991]

Pour une composition avec 20% de chrome en masse, il peut donc apparaître une phase γ' en plus de la phase de type cubique face centrée. Celle-ci correspond, pour un alliage binaire, à une phase ordonnée. De plus amples détails sur l'ordre seront donnés ultérieurement dans ce chapitre.

L'alliage Ni20wt.%Cr à disposition est de qualité industrielle et n'est par conséquent pas un alliage binaire simple de nickel et de chrome. D'autres éléments chimiques sont présents comme l'atteste la composition nominale donnée par le fournisseur présentée dans le tableau suivant :

	Ni	Cr	Cu	Fe	Si	Ti	Al	Mn	Co
A	Bal	19	0,5	5	0,5	0,4	-	-	-
B	Bal	18-20	-	2000 p.p.m.	1,5	-	1000 p.p.m.	2000 p.p.m.	0,1
C	Bal	18-20	-	2000 p.p.m.	1,5	-	1000 p.p.m.	2000 p.p.m.	0,1

Tableau 2.5: Composition chimiques des différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition. Les données sont en wt.% hormis celles indiquées en p.p.m.

Des analyses complémentaires ont été réalisées afin d'obtenir la composition réelle de nos lots de matière. Le matériel utilisé est un système d'analyse élémentaire PGT-Spirit (diode Bruker AXS - X-Flash 4010 SiLi 10 mm²) couplé à un microscope électronique à balayage Philips FEI XL30 ESEM-FEG. Une dizaine de pointés a été effectuée sur des échantillons polis et nettoyés (voir méthodologie en annexe B.1) afin d'obtenir une composition moyenne jugée représentative. La précision des mesures est de l'ordre de 0,5 wt.%. Les résultats sont reportés dans le tableau 2.6.

	Ni	Cr	Cu	Fe	Si	Ti	Al	Mn	Co
A	Bal	22	-	4	0,7	0,5	0,5	-	-
B	Bal	21,3	-	0,5	1,6	0,5	-	-	-
C	Bal	21,2	-	0,7	0,9	0,4	-	-	-

Tableau 2.6: Composition chimiques des différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition. Les données sont en wt. %

On constate que la composition mesurée diffère assez sensiblement de celle prévue par le fournisseur, avec notamment l'absence des éléments aluminium, manganèse et cobalt pour les épaisseurs 0,25mm et 0,125mm. Cependant, l'élément fer est présent en quantité non négligeable principalement pour l'épaisseur 1,6 mm. L'analyse du diagramme ternaire Ni-Cr-Fe [Marucco 1994] s'avère alors intéressante :

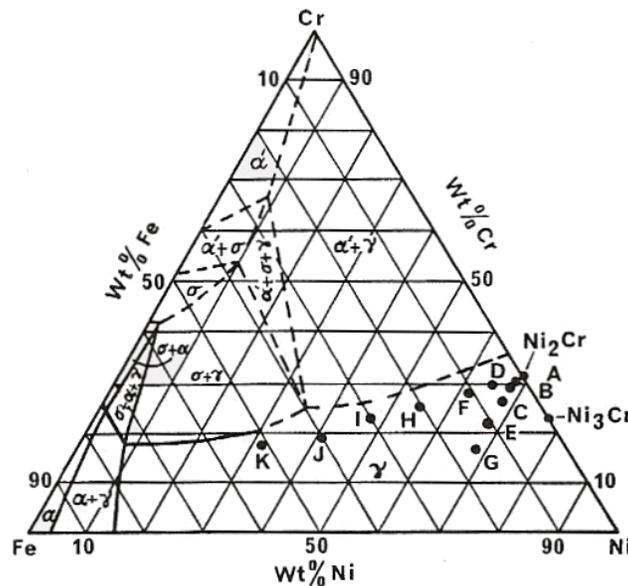


Figure 2.8: Diagramme de phase ternaire des alliages Ni-Cr-Fe d'après [Marucco 1994]

Compte tenu des résultats précédents, les phases potentiellement présentes suite aux traitements thermiques effectués sont identiques à celles prévues par le diagramme 2.7. La phase ordonnée γ' est cependant ici clairement identifiée comme étant de type Ni_2Cr ou Ni_3Cr .

2.3.1 L'ordre dans les systèmes Ni-Cr

2.3.1.1 Définition de l'ordre

Une structure ordonnée apparaît si l'affinité entre deux atomes de types différents, A et B, est plus grande que celle entre deux atomes du même type. Ainsi, la probabilité de présence d'un atome A sur un site du réseau cristallin dépend de l'espèce chimique présente sur les sites des plus proches

voisins.

Deux situations distinctes existent alors en fonction notamment de la composition de l'alliage, c'est à dire des rapports entre les quantités de A et B présentes :

- Un super-réseau au sein du réseau cristallin peut apparaître. Celui-ci est caractérisé par des sous-réseaux α et β occupés préférentiellement par telle ou telle sorte d'atomes. On parlera alors d'ordre à longue distance (LRO, *Long range Order*).
- La composition ne permet pas de faire apparaître un super-réseau mais la probabilité de trouver une espèce atomique particulière à proximité d'une autre reste a priori plus élevée. Il peut apparaître un ordre à courte distance (*Short Range Order* ou SRO).

La composition chimique de l'alliage n'est pas le seul facteur intervenant sur la présence ou le type de phase ordonnée présente. La température considérée est particulièrement importante. Il y a en effet compétition entre deux phénomènes physiques antagonistes au sein du matériau [Porter et Easterling 1992] :

- La tendance des atomes à occuper une place spécifique, correspondant à l'énergie interne la plus basse possible, minimisant ainsi l'énergie libre du système. Cela conduit à l'apparition de l'« ordre ».
- La tendance des atomes à minimiser l'énergie libre par agitation thermique, augmentant ainsi l'entropie du système. Ce phénomène conduit à une diffusion atomique. Le « désordre » émerge alors.

Ainsi, aux hautes températures, l'entropie est minimisée par le phénomène d'agitation thermique, ce qui explique l'absence d'ordre au moins à longue distance. Aux basses températures, c'est la structure ordonnée qui permet d'atteindre le niveau de plus basse énergie car l'agitation thermique est fortement limitée. Il existe alors une température de transition correspondant à un équilibre entre ces deux phénomènes, T_c . Signalons par ailleurs que des compositions chimiques légèrement hors stoechiométrie abaissent la valeur de T_c [Marucco 1990; 1994]. Enfin, ces remarques ne concernent que l'état d'équilibre thermodynamique du matériau. Pour connaître a priori la microstructure, la cinétique de création des phases ainsi que les divers traitements thermo-mécaniques doivent être connus.

L'ordre à courte distance se développe dans la matrice au début du traitement thermique. Il peut ainsi être obtenu par un refroidissement relativement lent ou une déformation mécanique [Marucco 1994]. Selon sa durée, un recuit à une température adéquate suivi d'une trempe rapide peut permettre l'obtention de SRO ou de LRO [Marucco 1994]. En effet, la formation de la majorité des phases ordonnées à longue distance observées dans un métal se fait par un processus de nucléation et de croissance. Une cellule de phase ordonnée apparaît et croît dans la zone environnante. Lorsque cette croissance est suffisante, l'ordre à longue distance peut apparaître : des zones d'ordre adjacentes vont fusionner si leurs orientations cristallographiques sont les mêmes, sinon une paroi d'antiphase va se créer entre elles. La vitesse de formation de telles phases est alors le fruit de l'équilibre entre la vitesse de nucléation, qui augmente à mesure que la température croît, et la diffusion atomique, qui est d'autant plus forte que la température est élevée.

2.3.1.2 L'ordre dans l'alliage Ni20wt.%Cr

La maille cristalline de l'alliage Ni20wt.%Cr à température ambiante est de type cubique faces centrées, de paramètre de maille $a = 3.54 \text{ \AA}$ [Frely 1997]. Dans les alliages industriel nickel-chrome courants, deux types de phases ordonnées ont été rapportées : une structure de type Pt_2Mo , orthorhombique, Ni_2Cr ou une structure de type L_{12} , Ni_3Cr [Marucco 1990]. Cette dernière configuration « représente » d'ailleurs un nombre très important d'alliages commerciaux dont le ratio Ni :Cr est proche. Les différentes mailles sont représentées ci-dessous (Figure 2.9).

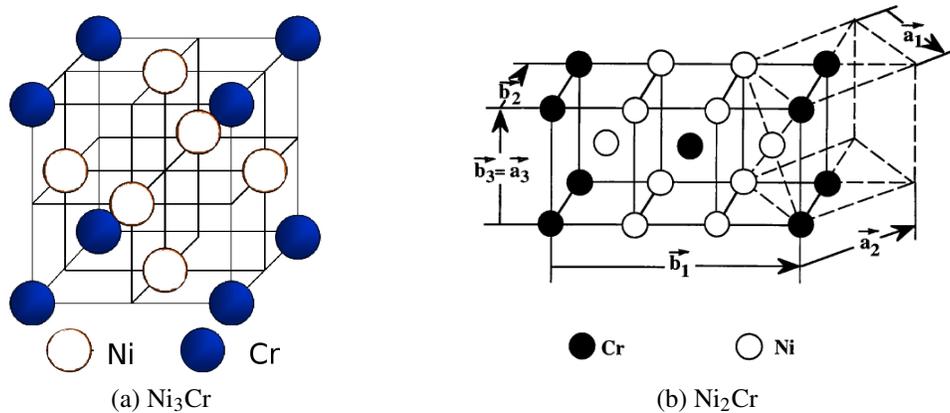


Figure 2.9: Différentes mailles de structures cristallines ordonnées d'alliages Ni-Cr, a) Maille de type L_{12} b) Maille de type Pt_2Mo

La composition atomique de l'alliage Ni20wt.%Cr est de 18% de chrome et 72% de nickel, soit un rapport de 4. Celui-ci ne correspond exactement à aucune des phases ordonnées précédemment citées. Néanmoins, dans l'hypothèse où l'une d'elle ferait son apparition une maille de type Ni_3Cr est la plus probable comme l'indique le diagramme ternaire Ni-Cr-Fe (figure 2.8) [Marucco 1994].

Notons cependant qu'il existe des facteurs limitant la formation d'une phase ordonnée, à savoir [Marucco 1994] :

- le fait que l'alliage ait une composition hors stœchiométrie
- la présence de l'élément fer dans l'alliage

L'alliage dont nous disposons répond à ces deux critères, les analyses EDX mettant en évidence la présence de fer pour toutes les épaisseurs (tableau 2.6).

2.3.2 Analyse microstructurale des échantillons à disposition

La recherche bibliographique précédente ainsi que les analyses chimiques par diffraction des rayons X ont donc conduit à une recherche de la présence d'une phase ordonnée au sein des échantillons. Celle-ci peut en effet entraîner de profondes modifications du comportement mécanique.

La démarche expérimentale de détection adoptée se présente comme suit :

1. Une composition proche de 20 % de chrome se situant dans la limite d'existence de la phase ordonnée comme le suggère les diagrammes de phases, des calculs thermodynamiques des phases en présence à l'aide des compositions préalablement déterminées sont réalisés en première approche. Ceux-ci permettent en outre d'évaluer l'influence de la composition chimique non binaire de l'alliage employé pour notre étude.
2. Une analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC, *Differential Scanning Calorimetry*) est menée afin d'observer et de caractériser d'éventuelles transitions de phase.
3. Si l'analyse DSC démontre l'existence d'une transition ordre-désordre, une investigation sur la présence d'une phase ordonnée par diffraction des rayons X et en Microscopie Electronique à Transmission est conduite

2.3.2.1 Calculs thermodynamiques

Les calculs thermodynamiques sont effectués à l'aide du logiciel de calcul Thermocalc® à partir d'une composition chimique et d'une température d'équilibre thermodynamique initiale arbitraire T_{initiale} . Le pas de calcul choisi est de 5 °C.

Les trois compositions chimiques utilisées sont celles présentées dans le tableau 2.6. De plus, l'erreur sur la détermination des phases présentes est d'autant plus importante que la température considérée s'écarte de T_{initiale} . L'ensemble des calculs a été effectué à partir de trois valeurs de celle-ci : 400 °C, 500 °C et 800 °C. Aucun de ces paramètres n'a fait apparaître de différence significatives sur les résultats obtenus.

La figure 2.10 présente l'évolution du pourcentage molaire² de chacune de phases en fonction de la température pour un échantillon d'épaisseur 1,6 mm.

2. A tout instant et pour toute température, la somme des pourcentages de chaque phase en présence fait 100 %

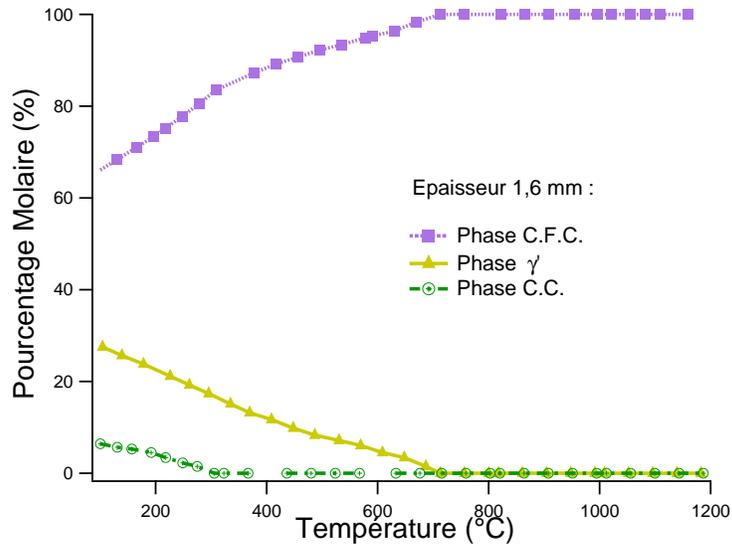


Figure 2.10: Résultats des calculs thermodynamiques présentant l'évolution du pourcentage molaire de chacune de phases en fonction de la température pour un échantillon d'épaisseur 1,6 mm.

Rappelons que les pourcentages obtenus sont caractéristiques de l'équilibre thermodynamique à une température donnée. Autrement dit, ces valeurs ne sont atteintes que si l'échantillon d'alliage est laissé un temps suffisamment long à la température choisie.

Trois phases sont mises en évidence sur l'ensemble de la gamme de température considérée :

- Une phase c.f.c., riche en nickel, prédominante pour les températures supérieures à 600 °C
- Une phase γ' , composée de nickel et d'aluminium, dont la quantité va croissante à mesure que la température diminue en deçà de 600 °C
- Une phase cubique centrée (C.C.), riche en chrome, présente en très faible quantité pour les températures inférieures à 200 °C

La première phase est la phase cubique à faces centrées. La forte teneur en aluminium de la seconde phase ordonnée γ' suggère qu'il s'agirait de précipités de type Ni_3Al principalement. Il faut toutefois signaler que le titane présente une affinité semblable avec le nickel pour la création de précipités Ni_3Ti . On peut remarquer que cette phase d'ordre n'est stable, comme prévue, que pour des températures en deçà d'une valeur critique. La troisième phase est une phase cubique centrée de chrome, qui serait présente à basse température.

Aux températures des traitements thermiques effectués dans cette étude (900 °C et 1100 °C), seule la phase c.f.c. est stable. Par conséquent, si le temps associé au recuit est suffisamment long, il y'a mise en solution partielle voire totale de tous les autres éléments et donc disparition de toute phase secondaire préalablement présente. Enfin, un refroidissement rapide par ventilation d'air achevant chacun des traitements thermiques, cette phase c.f.c. doit être figée à température ambiante, rendant très peu probable la présence des phases γ' et c.c. de chrome. De plus, aux alentours de 20 °C la diffusion des atomes étant extrêmement réduite, la probabilité d'apparition de phases

autres sur un temps « court » est quasi-nulle.

Une remarque toutefois qui concerne la base de données utilisée avec le logiciel Thermocalc®. Celle à disposition n'est peut être pas suffisamment renseignée. Aussi, les calculs réalisés peuvent ne pas mentionner l'existence de certaines phases, en particulier celle d'ordre à courte distance ou longue distance de type $\text{Ni}_2\text{Cr}/\text{Ni}_3\text{Cr}$ bien que celle-ci soit présente.

2.3.2.2 Analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage

Toute transformation de phase notamment la transition ordre-désordre modifie l'équilibre thermodynamique du cristal. Cela se caractérise donc soit par un dégagement de chaleur (réaction exothermique) soit par une absorption d'énergie (réaction endothermique). Ces transitions de phases peuvent être observées et caractérisées par DSC.

Les principales caractéristiques des diagrammes obtenus en DSC sont présentés sur la figure 2.11. Il est possible de calculer l'enthalpie associée à la réaction observée à l'aide des diagrammes de DSC : il s'agit de l'aire représentée en vert.

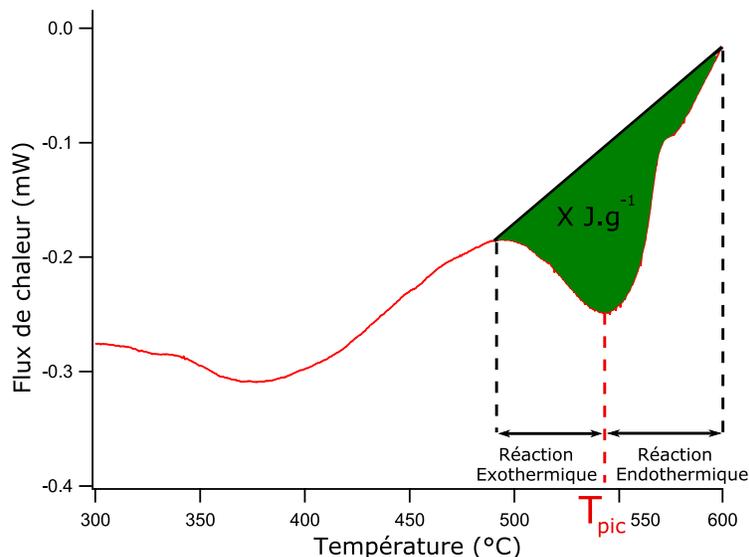


Figure 2.11: Schéma du flux de chaleur en fonction de la température. L'aire de la zone colorée correspond à une enthalpie de $X \text{ J.g}^{-1}$ associée à la réaction observée

Les analyses par calorimétrie différentielle à balayage ont été effectuées sur un appareil Texas Instrument® DC100. Pour les trois épaisseurs à disposition, un échantillon de matière sous forme de « poudre » a été prélevé. Le poids moyen de poudre soumis à l'analyse est d'environ 20 mg. Le cyclage thermique réalisé consiste en une montée en température à différentes vitesses de rampe : 2 °C/min , 5 °C/min , 10 °C/min et 30 °C/min et ce jusqu'à une température de 600 °C qui est la limite physique du matériel à disposition. Les graphiques suivants présentent l'évolution du flux de chaleur en fonction de la température obtenus en chauffant les échantillons.

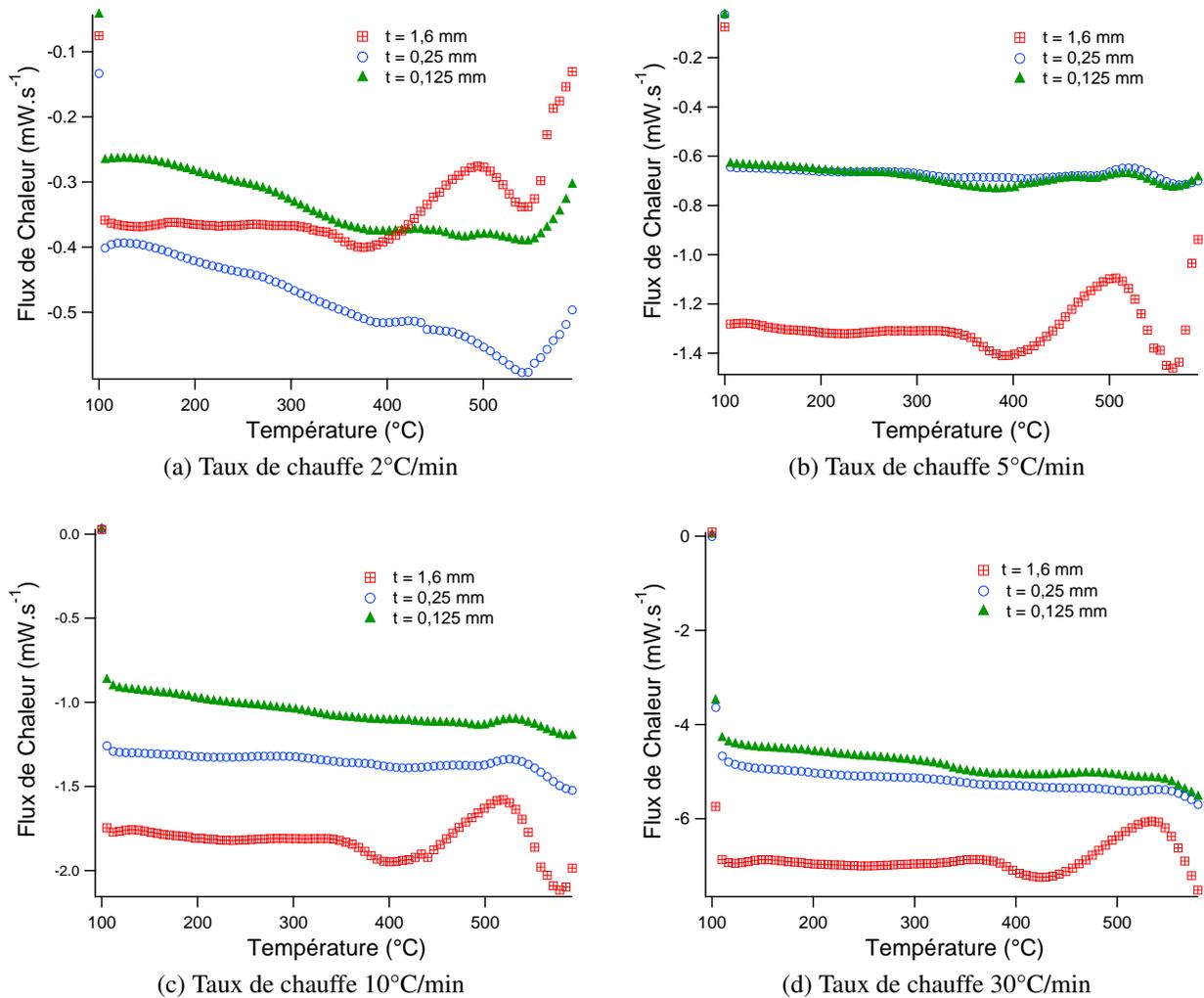


Figure 2.12: Flux de chaleur en fonction de la température pour les trois épaisseurs d'alliages Ni20wt.%Cr et quatre taux de chauffe différents : 2°C/min, 5°C/min, 10°C/min, 30°C/min

Pour l'épaisseur 1,6 mm et les différentes vitesses de chauffe, il apparaît une réaction exothermique (diminution de la chaleur latente) suivie d'une réaction endothermique, formant alors un « pic ». Pour les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm, un pic est également visible sur la figure 2.12a, c'est à dire une vitesse de chauffe de 2 °/min. Pour les même épaisseurs et des vitesses de chauffe supérieures, il est soit extrêmement atténué (figure 2.12b), soit existant en dehors de la plage de température accessible avec le matériel, comme le suggère les variations observées pour des températures proches de 600 °C (figures 2.12c et 2.12d). Si on considère ce pic existant sur toutes les épaisseurs, le tableau 2.7 en récapitule les caractéristiques importantes.

Lot	$T_{pic} - 2 \text{ °/min}$ (°C)	$T_{pic} - 5 \text{ °/min}$ (°C)	$T_{pic} - 10 \text{ °/min}$ (°C)	$T_{pic} - 30 \text{ °/min}$ (°C)
A	543	562	577	600
B	544	578	591	615
C	542	564	593	615

Tableau 2.7: T_{pic} pour les différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition et différents taux de chauffe.

Néanmoins, si l'observation de tels pics nous informe sur l'existence d'une modification microstructurale commune à tout les lots d'alliage Ni20wt.%Cr, il reste à identifier la nature de cette transformation.

Une première hypothèse serait la précipitation de carbures. Ce phénomène est piloté par la diffusion de carbone au sein de la solution solide, et est donc sensible à la température. Toutefois les travaux de Kim *et al.* établissent l'énergie associée à une telle réaction pour un alliage d'inconel 600 à 0.5 J.g⁻¹ [Kim *et al.* 2000]. La composition de l'alliage Ni20wt.%Cr à disposition étant proche, nos résultats établissent l'enthalpie de la réaction observée entre 7 et 10 J.g⁻¹, soit un ordre de grandeur supérieur.

La seconde hypothèse suggère que le pic commun correspondrait à une transition de type ordre - désordre. En premier lieu, la température T_{pic} , située entre 540 °C et 615 °C, est du même ordre de grandeur que celles rapportées par Marucco pour les systèmes Ni-Cr-Fe (475-525°C) [Marucco 1994], Taylor et Hinton sur un alliage de type Ni₃Cr (520 °C) [Taylor et Hinton 1952] et Kim *et al.* sur l'inconel 600 (530 °C)[Kim *et al.* 2000]. Deuxièmement, T_{pic} est une fonction du taux de chauffe appliqué. Lorsque l'alliage à une composition non stoechiométrique pour la phase ordonnée, la transition ordre-désordre a lieu dans une plage de température et non à une température constante [Barrett et Massalski 1966]. Or T_{pic} croît à mesure que le taux de chauffe augmente. Troisièmement, sur l'ensemble des échantillons, dès que l'on atteint T_{pic} , une réaction endothermique est observée. Cela peut s'expliquer par l'absorption d'énergie nécessaire pour effectuer le passage d'un état ordonné à un état désordonné. Enfin, l'enthalpie de la réaction observée, 7 - 10 J.g⁻¹, est dans l'ordre de grandeur de celle observée et identifiée comme étant une transition ordre - désordre par Kim *et al.* sur l'Inconel 600 (6,7 - 10 J.g⁻¹) [Kim *et al.* 2000].

Dans le but de caractériser plus finement la transformation observée, son énergie d'activation Q

peut être déterminée. En effet, celle-ci est spécifique d'un processus donné, sa valeur est constante. A cette fin, nous utilisons la relation suivante [Kim et al. 2000] :

$$\ln(\alpha_2 T_1^2 / \alpha_1 T_2^2) = Q/R(1/T_{pic1} - 1/T_{pic2}) \quad (2.3)$$

où T_{Pic1} et T_{Pic2} sont les températures de pic pour des taux de chauffe de respectivement α_1 et α_2 .

Une représentation de Kissinger est donc utilisée, c'est à dire une représentation avec en ordonnée $\ln(\frac{\alpha}{T^2})$ et en abscisse T_{pic}^{-1} . Les résultats sont présentés sur la figure 2.13

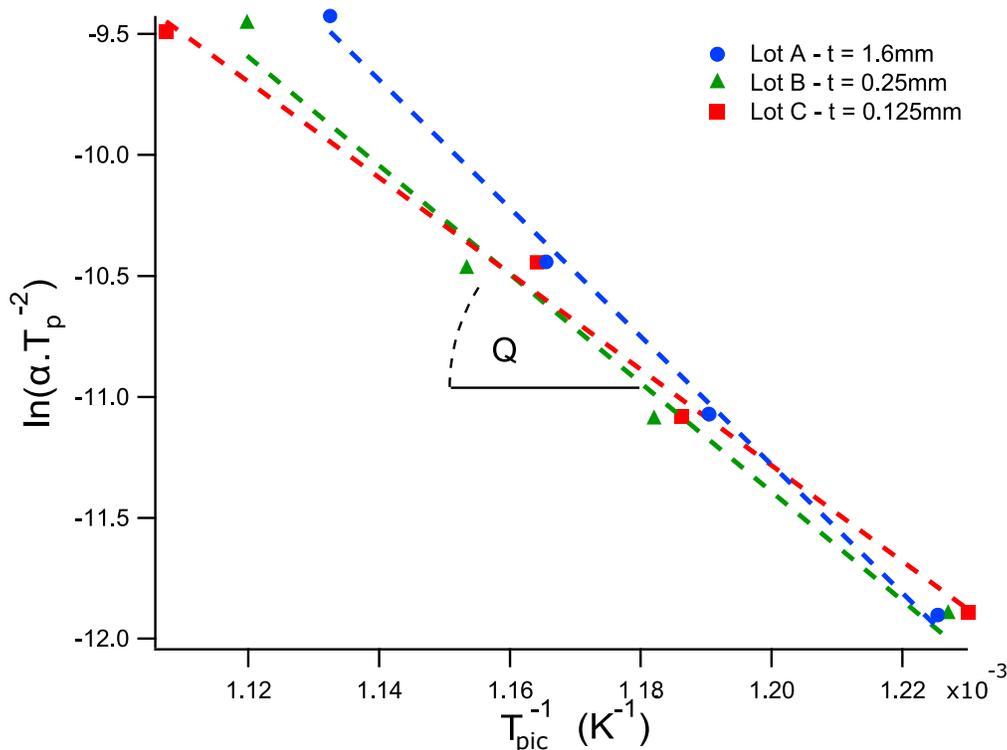


Figure 2.13: Energie d'activation pour la réaction exothermique observée par DSC sur des échantillons d'épaisseur 1.6mm, 0.25mm et 0.125mm brut de livraison.

Le tableau 2.8 reprend les diverses valeurs de Q calculées.

Epaisseur (mm)	Q (kJ.mol ⁻¹)
1,6	165
0,25	187
0,125	220

Tableau 2.8: Valeurs de Q pour chaque lot d'alliage Ni20wt.%Cr déterminées à partir du graphique 2.13

La valeur moyenne de Q , $190 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ est proche de celle déterminée par Pruthi et Anand [Pruthi et al. 1977] ($188 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$) caractérisant l'interdiffusion Ni-Cr dans un système binaire Ni-Cr. La transformation étudiée caractérise donc fort probablement une réorganisation atomique des deux principaux composés de l'alliage Ni20wt.%Cr. En outre, elle est en bon accord avec celle caractérisant la transition ordre-désordre dans l'inconel 600 ($192 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$) [Kim et al. 2000].

En conclusion, l'analyse des résultats en DSC suggère l'existence d'une transition de phase pour chacun des lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition. Les caractéristiques de cette dernière s'apparentent en outre à celles d'une transition ordre-désordre. Cependant, la température de transition, T_c , située aux alentours de $580 \text{ }^\circ\text{C}$, est bien en deçà des températures de maintien isotherme des traitements thermiques utilisés au cours de cette étude. Celles-ci sont en effet d'au moins $700 \text{ }^\circ\text{C}$. La recristallisation d'une phase ordonnée à longue distance durant le maintien est par conséquent impossible. Néanmoins, une phase ordonnée à courte distance, voire à longue distance, peut éventuellement apparaître lors du refroidissement. Toutefois, la vitesse de ce dernier devrait fortement limiter la quantité. L'influence sur les propriétés mécaniques serait alors négligeable. Des analyses microstructurales post recuit ont été effectuées afin de conforter cette hypothèse.

2.3.2.3 Analyse par diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X peut révéler la présence de phases ordonnées à longue distance, à l'instar des travaux menés par Taylor et Hinton [Taylor et Hinton 1952] ou par Bagariatskii [Bagariatskii et Tiapkin 1958]. La présence d'un super réseau est en effet à l'origine de raies supplémentaires sur le spectre de rayons X de l'alliage en solution solide. On parle alors de raies de surstructure. L'appareillage utilisé est une sonde à rayons X couplée à un MEB. Des échantillons des trois lots à disposition ont été soumis à un traitement thermique consistant en un maintien en température sur une durée de 576h (24 jours) à une température de 560°C afin de faire recristalliser et croître une phase de type LRO. La température est légèrement inférieure à celle du pic observé par analyse calorimétrique différentielle à balayage assurant ainsi une diffusion rapide et une stabilité de la phase ordonnée potentielle.

Le paramètre de maille de la structure c.f.c. de l'alliage Ni20wt.%Cr vaut 3.54 \AA . Ainsi, d'après la relation de Bragg, trois raies sont prévues (tableau 2.9) pour le diffractogramme de l'alliage Ni20wt.%Cr.

	$\theta \text{ (}^\circ\text{)}$	$2\theta \text{ (}^\circ\text{)}$
[111]	28,27	56,54
[200]	33,15	66,30
[220]	50,66	101,36

Tableau 2.9: Raies de diffraction de l'alliage Ni20wt.%Cr, angle d'incidence correspondants

Le logiciel CarIne® a permis de déterminer les angles des raies de surstructure correspondant à un réseau ordonné Ni_2Cr et Ni_3Cr , dont les réseaux cristallins correspondant sont présentés sur la

figure 2.9. Les paramètres correspondants sont indiqués dans le tableau 2.10.

	Ni ₃ Cr	Ni ₂ Cr
Type de maille	Orthorombique (centré)	Cubique primitive
$\ \vec{b}_1\ $ (Å)	7.51	3.54
$\ \vec{b}_2\ $ (Å)	2.50	
$\ \vec{b}_3\ $ (Å)	3.54	

Tableau 2.10: Caractéristiques principales des mailles de phase ordonnée Ni₃Cr et Ni₂Cr

Les résultats obtenus sur l'épaisseur 1,6 mm sont présentés sur les figures 2.14a et 2.14b. Les observations effectuées sur les autres épaisseurs sont identiques.

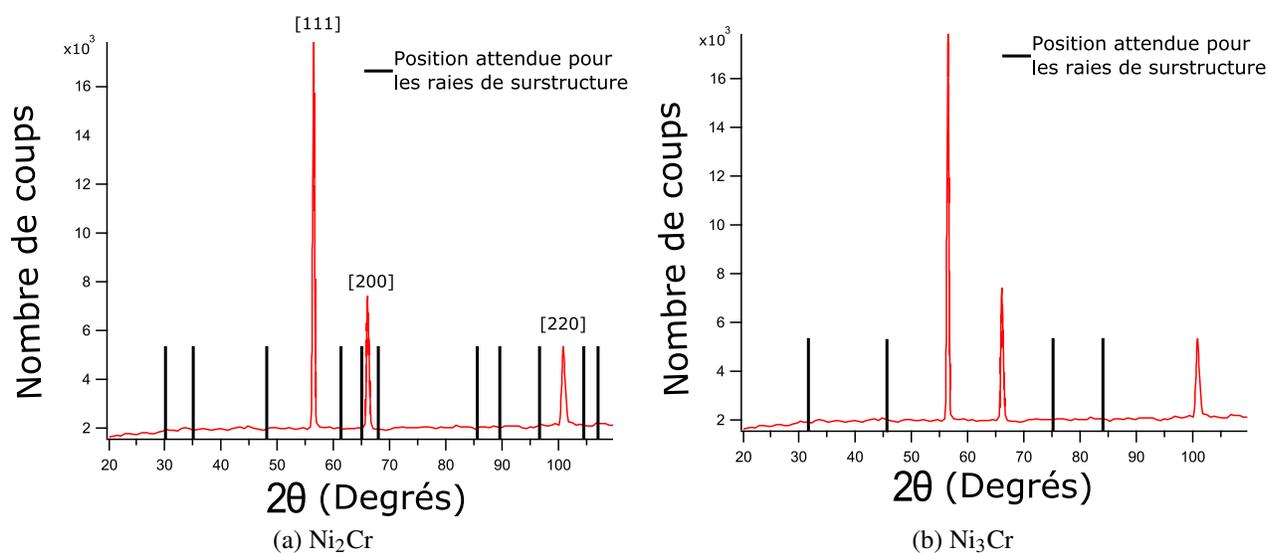


Figure 2.14: Résultats d'analyse par diffraction des rayons X sur un échantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm. Les raies de supplémentaires attendues en cas de présence d'une phase ordonnée à longue distance sont représentées en gras.

Il apparaît donc bien les raies caractéristiques d'une phase nickel. Notons également qu'aucune phase correspondante à la maille C.C. ($a = 2.98$ Å) du chrome n'apparaît. Ce résultat confirme que le chrome est présent en substitution. Enfin, aucune raie de surstructure caractéristique d'une structure Ni₂Cr ou Ni₃Cr n'est visible. Deux hypothèses à cela :

- Aucune phase ordonnée n'a été recristallisée dans l'alliage Ni20wt.%Cr suite au recuit
- Le domaine ordonné est inférieur à la résolution de la méthode employée

Pour le premier point, Marucco [Marucco 1994] observe par exemple les effets liés à la présence d'une phase ordonnée dans des alliages à base nickel sur des échantillons ayant subi des recuits

d'au moins un millier d'heures à 475 °C. Il se peut donc que la durée du recuit soit trop faible. Néanmoins, dans le cadre des mêmes travaux, de l'ordre à courte distance est observé en microscopie électronique à transmission sur des recuits d'une centaine d'heure. Or la hauteur et la largeur des pics observés par diffraction des rayons X sont directement liées au volume continu d'espace occupé par la phase recherchée. Il est donc possible que de très petits domaines d'antiphase, caractéristiques de l'ordre à courte distance, soient présents mais non détectables.

En conclusion, aucune phase ordonnée à longue distance n'est mise en évidence par diffraction de rayons X pour un recuit de très longue durée et à une température favorisant son apparition. Les traitements thermiques employés pour forcer la croissance des grains sont de durées largement inférieures. En outre, ils sont effectués à des températures très largement hors du domaine de stabilité de la phase ordonnée (900 °C et 1 100 °C). Il est donc extrêmement peu probable qu'une phase ordonnée de type LRO apparaisse lors de ceux-ci.

2.3.2.4 Analyse par Microscopie Electronique à Transmission

En complément de l'observation des structures de dislocations en microscopie électronique à transmission, une recherche à l'échelle locale de la présence d'une phase ordonnée a été effectuée. Cela peut se faire soit en observant directement des taches de diffraction supplémentaires sur les clichés de diffraction soit par observation directe des parois d'antiphase.

Des exemples d'observations de phases ordonnées à longue distance sont présentés sur les figures ci-dessous [Marucco 1994].

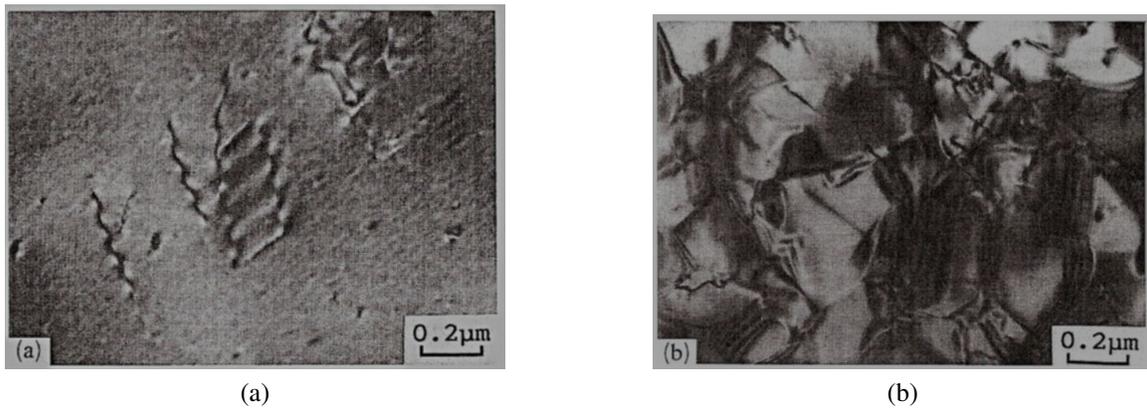


Figure 2.15: a) Noyau d'une phase ordonnée de type Ni_2Cr dans un alliage à base nickel mis en évidence par les contrastes dus aux contraintes. b) Phase ordonnée à longue distance, de Ni_2Cr , dans un alliage à base nickel après un recuit de 32 000 h à 525 °C. D'après [Marucco 1994]

Ce type de microstructure, propre à une phase de type LRO n'a jamais été observé sur les échantillons à disposition, notamment ceux de plus longues durées, confirmant ainsi l'hypothèse émise après les analyses de diffraction des rayons X, à savoir l'absence d'une phase ordonnée. Notons en outre que sur l'image 2.15a, la phase ordonnée à courte distance donne un aspect tacheté aux

contrastes observés. Ce phénomène n'a jamais été mis en évidence sur les lames étudiées.

Les figures 2.16a et 2.16b présentent respectivement des clichés de diffraction en MET caractéristiques d'une phase ordonnée à longue distance (points supplémentaires à la phase c.f.c) et d'une phase à courte distance pour un alliage de type Ni₂Cr (aspect diffus du cliché).

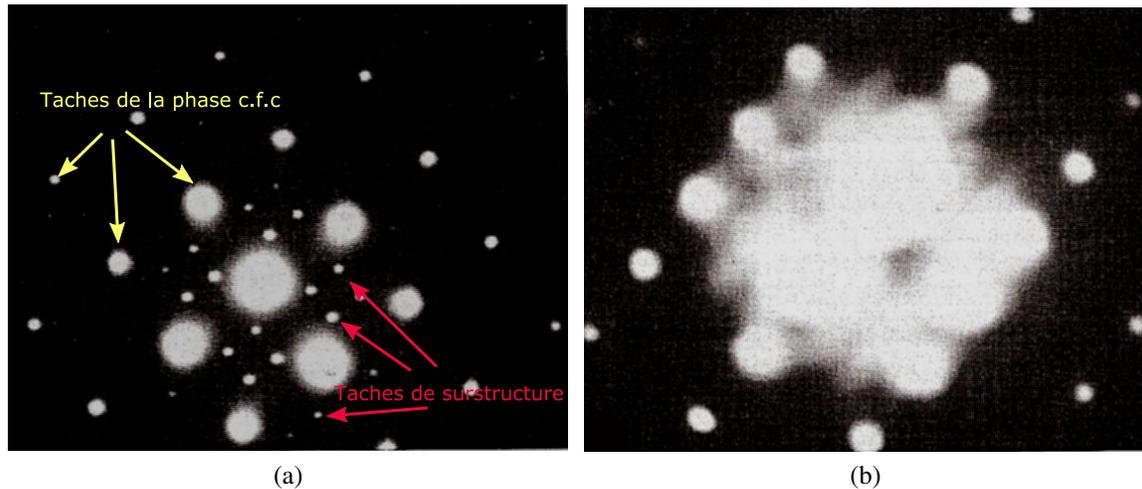


Figure 2.16: Cliché de diffraction a) d'une phase Ni₂Cr (Ordre à Longue Distance) observée sur un alliage à base nickel recuit 20 000 h b) d'une phase Ni₂Cr dont l'aspect diffus est caractéristique de l'ordre à courte distance. D'après [Marucco 1994]

Les clichés de diffraction effectués sur l'alliage Ni20wt.%Cr après divers recuits sont similaires à celui présenté 2.17. Ils n'ont pas mis en évidence de taches caractéristiques d'ordre à longue distance. Il en est de même pour l'aspect diffus caractéristique d'une phase SRO.

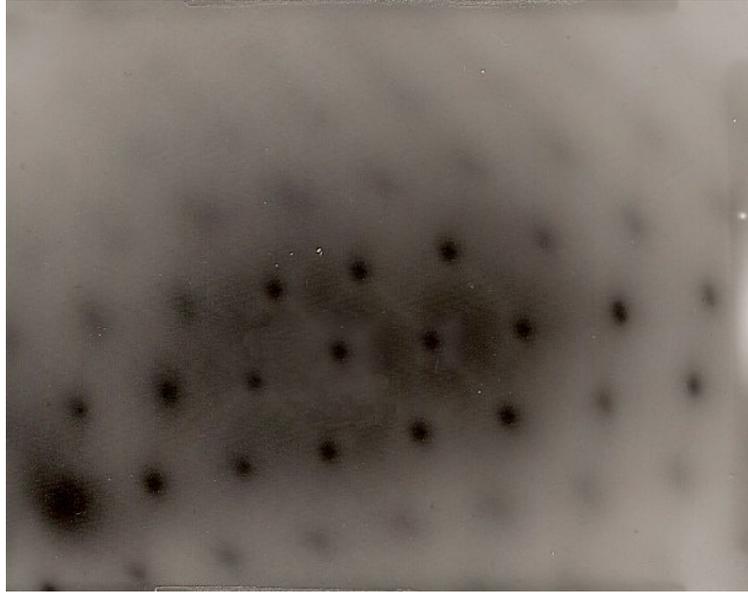


Figure 2.17: Cliché de diffraction caractéristique de ceux observés sur les échantillons de Ni20wt.%Cr utilisés. Echantillon A6, cliché de diffraction correspondant à une structure cubique à faces centrées en axe de zone [110], \vec{g} (111).

En outre, l'aspect « tacheté », caractéristique d'une phase ordonnée à courte distance, n'a pas été observé sur le recuit le plus long, à savoir 216 h à 1100°C. Les différences de couleur observables sur les photos à disposition sont des contrastes imputables à des contraintes internes résiduelles, des différences d'épaisseur...

Enfin, aucun précipité ordonné γ' dont les calculs thermodynamiques prévoyaient l'éventuelle présence n'a jamais été observé. Cela s'explique fort probablement par la très faible teneur en titane des différents lots d'alliage à disposition, qui rend extrêmement disparate d'éventuels précipités. En outre, il convient de rappeler que la température de la grande majorité des recuits thermiques, 1100 °C, est supérieure à celle de mise en solution des précipités qui est de 1050 °C. Deux conséquences à cela :

- Les durées des traitements étant supérieures à une demi-heure, il est probable que tous les précipités éventuellement présents dans l'alliage brut de livraison se dissolvent dans la matrice.
- La formation des précipités γ' ne peut avoir lieu que lors du refroidissement rapide de fin de traitement.

2.4 Synthèse des résultats

L'obtention de divers rapports t/d à l'aide de traitements thermiques favorisant une croissance anormale des grains a conduit à l'analyse chimique et microstructurale des échantillons. Les caractéristiques de ces derniers sont les suivantes :

- taille de grain unimodale ;
- texture cristallographique faible n'engendrant pas d'anisotropie du comportement mécanique ;
- absence de couche d'oxyde ;
- présence d'éléments de pollution en quantité plus ou moins importante.

Le dernier point a donc conduit à l'analyse chimique et structurale des échantillons dont les conclusions sont les suivantes :

- présence d'une phase unique de type c.f.c. ;
- absence de précipités ordonnés γ' ;
- possibilité d'apparition d'une phase ordonnée ;
- aucune observation d'une phase ordonnée à longue distance ni à courte distance.

Méthodologie expérimentale des essais mécaniques

Sommaire

3.1 Essai de traction monotone	63
3.1.1 Essais à température ambiante	63
3.1.2 Essais en température	66
3.2 Essais de charge-décharge	68
3.2.1 Contrainte effective	68
3.2.2 Contrainte interne à longue distance <i>X</i>	69
3.2.3 Méthodologie associée aux essais de charge-décharge	70

La présente étude s'appuie principalement sur des essais de traction simple et de charge-décharge pour caractériser la transition polycristal-multicristal de l'alliage Ni20wt.%Cr . Le but de ce chapitre est de présenter ces différentes techniques ainsi que les variables qui y sont associées.

Compte tenu des remarques effectuées au chapitre 1, plus particulièrement au paragraphe 1.4, la détermination du comportement mécanique quasi statique est effectuée à l'aide d'essais de traction ou de charges-décharges sur des éprouvettes de traction laminées libres de tout support. La méthodologie retenue pour ces différents essais est présentée dans les paragraphes suivants.

Deux principaux points doivent encore être respectés pour les essais effectués :

- L'instrumentation de l'essai mécanique doit être sans influence sur le comportement mécanique du matériau.
- Les volumes de matière déformée plastiquement doivent normalement présenter une relation de proportionnalité afin de pouvoir comparer proprement les résultats obtenus. Celui-ci étant défini par le volume de la partie utile, une modification de celui-ci (variation de longueur, largeur, épaisseur) doit donc conduire à une modification par homothétie des dimensions des éprouvettes testées [Simons et al. 2006].

Le second point s'est avéré impossible à réaliser pour diverses raisons, matérielles entre autres. Les éprouvettes d'épaisseur 1,6 mm présentent une largeur de 5 mm. Celles conçues à partir des épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm sont de largeur 10 mm. Notons immédiatement que la valeur choisie pour l'épaisseur 1,6 mm ne serait pas, à priori, sans conséquence sur le comportement mécanique, du fait de très faibles rapports $\frac{w}{d}$ [Hoefnagels et al. 2008]. Des essais comparatifs ont toutefois été effectués pour la taille de grain la plus importante ($d = 720\mu\text{m}$) entre des éprouvettes de largeur 5 mm et 10 mm et aucune différence notable sur le comportement mécanique n'a pu être observée.

Compte tenu de ces diverses remarques, les dimensions des parties utiles retenues et les caractéristiques notables des éprouvettes utilisées sont les suivantes (voir également annexe C) :

Lot	Epaisseur (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)	$\frac{t}{d}$	$\frac{w}{d}$
A	1,6	5	25	$2,2 < x < 50$	$6,9 < x < 125$
B	0,25	10	20	$1,1 < x < 7,8$	$43,5 < x < 312,5$
C	0,125	10	20	$0,4 < x < 3,8$	$33,3 < x < 312,5$

Tableau 3.1: Récapitulatif des dimensions des éprouvettes utilisées et de leurs principales caractéristiques

L'importance du sens de prélèvement des éprouvettes a également été testée. En effet, bien que tous les échantillons soient soumis à un recuit de recristallisation et qu'aucune texture notable n'apparaît en surface (cf chapitre 2), il nous a semblé pertinent de vérifier que les divers traitements thermo-mécaniques utilisés pour l'élaboration des tôles de matériau n'engendraient pas d'isotropie des propriétés mécaniques. Des essais de traction monotone (voir figure 3.1) ont été effectués sur deux éprouvettes prélevées dans le sens du laminage (sens « longitudinal ») et deux dans le sens transversal à celui-ci, sur chaque épaisseur du matériau brut de livraison.

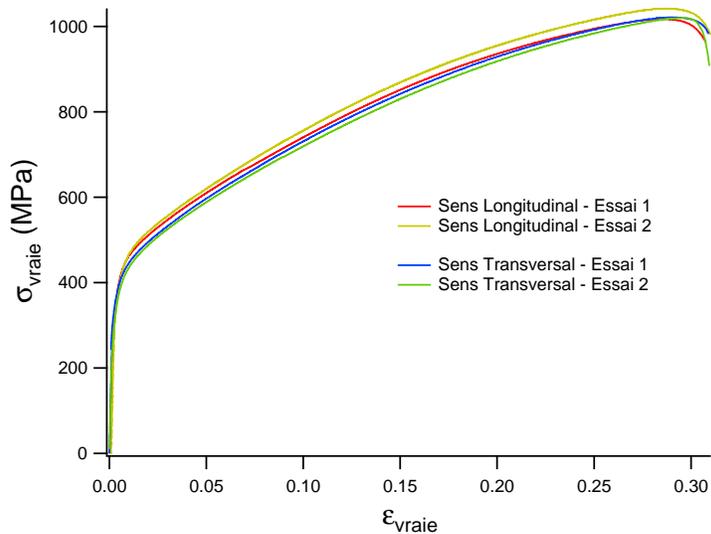


Figure 3.1: Courbe de traction d'éprouvettes d'épaisseur 1,6 mm prélevées dans le sens de laminage et dans le sens transversal mettant en évidence la faible dispersion sur les valeurs des contraintes d'écoulement plastique.

On constate que la dispersion sur la contrainte d'écoulement plastique est relativement faible eut égard aux différences de texture potentielles. L'écart maximal entre les niveaux de contraintes n'est en effet que de 30 MPa. Comme en outre les analyse EBSD (voir chapitre 2) des différents échantillons ne révèle aucun caractère orthotrope après recuit, on peut conclure qu'il n'y a pas d'intérêt particulier à privilégier un sens de prélèvement plutôt qu'un autre. Ce résultat est utile afin d'optimiser les prélèvements d'éprouvettes dans un soucis d'économie de matière.

3.1 Essai de traction monotone

La contrainte vraie et l'allongement vrai ont été déterminés à l'aide des relations suivantes :

$$\varepsilon_{vraie} = \ln \frac{l}{l_0} = \ln(1 + \varepsilon) \text{ et } \sigma_{vraie} = \frac{F}{S_0} \frac{l}{l_0} = \frac{F}{S_0} (1 + \varepsilon) \quad (3.1)$$

où l est la longueur de la partie utile de l'éprouvette à un instant t , l_0 la longueur initiale, F la force appliquée et S_0 la surface initiale.

3.1.1 Essais à température ambiante

Les essais de traction quasi-statique de l'alliage Ni20wt.%Cr à température ambiante ont été effectués sur une machine de traction Zwick™ équipée d'une cellule de force de 10 kN. La précision sur la force est de l'ordre de 0,4 % de la valeur lue. Le déplacement de traverse est piloté :

- En taux de déformation à une vitesse de $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \cdot s^{-1}$ pour les essais sur les épaisseurs supérieures ou égales à $250 \mu m$
- En vitesse de déplacement de traverse, à une vitesse de $0,12 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ (c'est à dire environ $\dot{\epsilon}$ environ égal à $10^{-4} \cdot s^{-1}$ en début d'essai) pour l'épaisseur de $0,125 \mu m$.

L'existence de ces deux protocoles expérimentaux vient de l'impossibilité d'utiliser l'extensomètre à couteaux en deçà d'une certaine épaisseur sous peine d'exercer une contrainte critique sur l'éprouvette, comme le montre la figure 3.2. En conséquence, les mesures de déformation ont été effectuées de la façon suivante :

- Les mesures de déformation sont effectuées à l'aide d'un extensomètre à couteaux, de base 10 mm et de déformation maximale 20 %, dans les cas où la présence de celui-ci est considérée comme non influente sur le comportement mécanique de l'éprouvette, c'est à dire pour les éprouvettes d'épaisseurs 1,6 mm et 0,25 mm. La précision de la mesure de déformation est considérée comme étant de l'ordre de 10^{-5} . Chaque échantillon a été testé deux fois afin de vérifier la reproductibilité de la mesure.
- Pour l'épaisseur 0,125 mm, une méthode de mesure des champs de déplacement par corrélation d'image a été employée. Le dispositif expérimental est présenté sur la figure 3.3. Cette méthode fait appel à une caméra de faible bruit de fond (Sensicam) et à l'analyse des images capturées par le logiciel Correli, développé au sein du laboratoire LMT de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan. De plus amples informations sur cette méthode peuvent être trouvées en annexe. L'erreur sur les mesures de déformation est également de l'ordre de 10^{-5} . Cette technique étant très fortement dépendante des conditions de prise de vue, des variations assez notables sur l'incertitude peuvent être constatées d'un essai à l'autre, sans toutefois que celle-ci change d'ordre de grandeur. Compte tenu de la méthodologie plus lourde, chaque échantillon a été testé une seule fois avec cette méthode.

La figure 3.2 présente les résultats obtenus pour un échantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,125 mm aux caractéristiques structurales et microstructurales identiques. Les deux méthodes fournissent des valeurs identiques. Toutefois, la présence d'un extensomètre conduit à une rupture prématurée de l'échantillon.

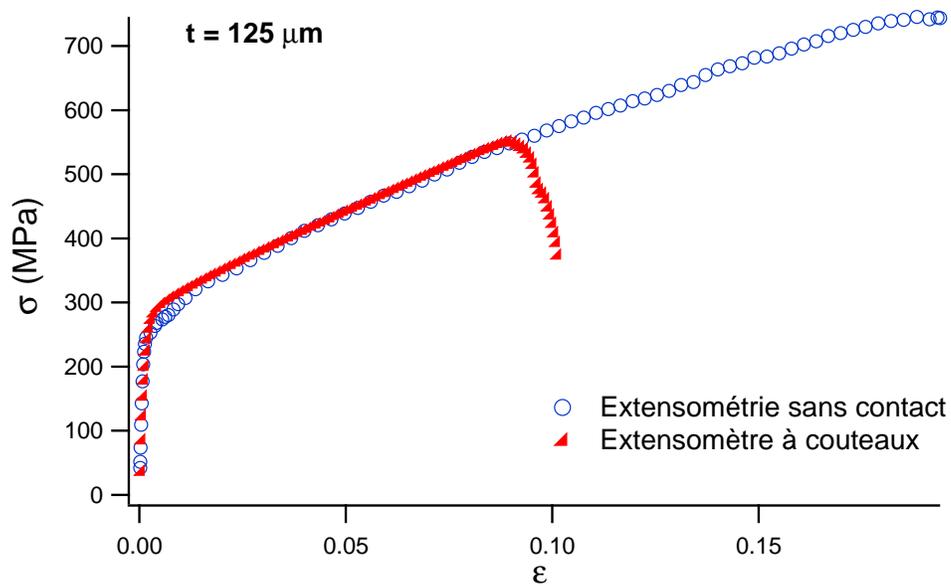


Figure 3.2: Influence de la méthode de mesure des déformation sur le comportement mécanique d'une tôle d'épaisseur $t = 125 \mu\text{m}$ d'alliage Ni20wt.%Cr .

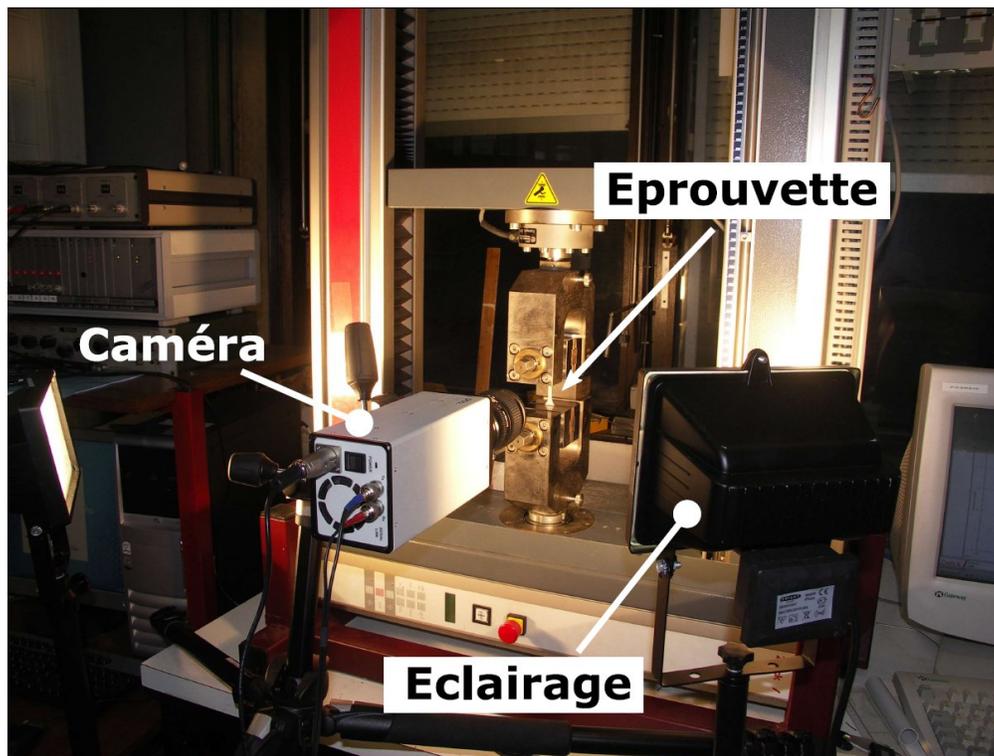


Figure 3.3: Dispositif expérimental de mesures des champs de déplacements par corrélation d'images.

3.1.2 Essais en température

Les essais de traction quasi-statique pour des températures hors ambiante sont réalisés :

Dans la gamme $200\text{ °C} \leq T \leq 900\text{ °C}$ sur une machine Instron équipée d'une cellule de force de 100 kN (précision : 0,5 % de la valeur lue) et d'une enceinte thermique. L'extensomètre à couteaux est de base 20 mm et son allongement maximal de 10 %. Le déplacement de traverse est piloté en vitesse de déplacement, fixée à $1\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. La vitesse de déformation en début d'essai est donc approximativement de $\dot{\epsilon}=8,6\cdot 10^{-4}\cdot\text{s}^{-1}$ et diminue au cours de l'essai. Lorsque le maximum de déformation de l'extensomètre est atteint en cours d'essai, il est retiré de l'éprouvette sans ouvrir l'enceinte par un système de ressort. L'allongement à rupture est vérifié de façon post mortem à l'aide de deux légères marques effectuées sur les éprouvettes à l'aide d'un poinçon. Ces essais ont été effectués au sein du laboratoire Roberval de l'UTC.

Dans la gamme $-70\text{ °C} \leq T \leq 150\text{ °C}$ sur une machine Instron équipée d'une enceinte thermique refroidie à l'azote liquide. L'extensomètre utilisé est de base 20 mm et de déformation maximale 50 %. La traverse est pilotée en vitesse de déplacement, fixée à $1\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Ils ont été réalisés au laboratoire CRISMAT de l'ENSI Caen.

Sur les courbes de traction rationnelle, les différents paramètres relevés suite aux essais sont la limite d'élasticité σ_e , la contrainte d'écoulement pour un allongement donné σ_ϵ , l'allongement à rupture A%, la contrainte maximale σ_{\max} tels que définis sur la figure 3.4. La limite d'élasticité conventionnelle est définie à ϵ égal à 0,002.

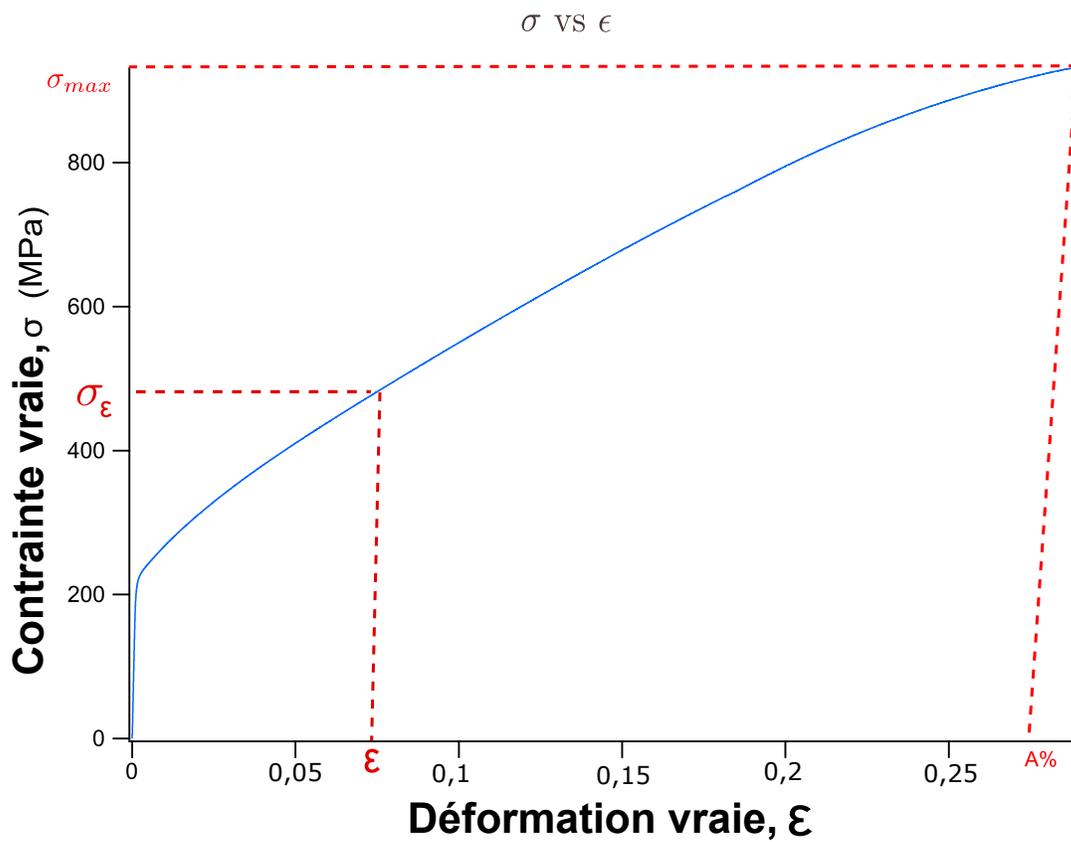


Figure 3.4: Courbe typique de traction rationnelle avec les principales caractéristiques : σ_{ϵ} , ϵ , $A\%$.

3.2 Essais de charge-décharge

Ce type d'essai correspond à une sollicitation en traction classique au cours de laquelle on procède à plusieurs décharges puis recharges (figure 3.5). L'essai ainsi réalisé est porteur d'une information plus riche qu'un essai de traction standard. En effet, on a tout d'abord accès aux valeurs des différentes variables d'un essai de traction. Mais il permet en outre d'obtenir une partition des contraintes. La déformation plastique des polycristaux métalliques résulte du déplacement et de la multiplication de dislocations dans chacun des grains sous l'effet d'une contrainte locale agissant sur ces dernières. Il existe en contrepartie des phénomènes physiques qui s'opposent à leurs déplacements, et donc à la déformation plastique de façon plus générale. Ces obstacles peuvent être rangés en deux catégories en fonction de la portée de leurs champs élastiques. On peut alors partitionner la contrainte en deux parties : les contraintes effective et interne. Il devient alors possible de suivre l'évolution de ces dernières ainsi que leur proportion dans la contrainte d'écoulement, ce qui est particulièrement intéressant pour l'étude de l'écrouissage.

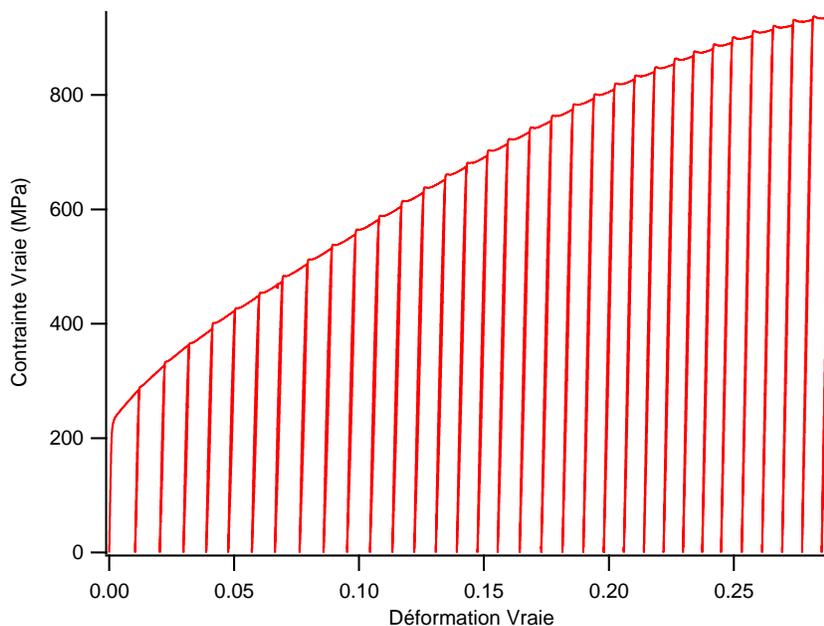


Figure 3.5: Exemple d'essai de charge-décharge pour une éprouvette d'alliage Ni20wt.%Cr

3.2.1 Contrainte effective

La contrainte effective, notée σ_{eff} , est la contrainte d'origine mécanique nécessaire à courte distance, c'est à dire localement, pour que la dislocation puisse franchir une barrière énergétique associée à un obstacle et poursuivre son déplacement. Son champ d'interaction est donc de l'ordre de quelques vecteurs de Burgers de la dislocation considérée. A l'origine de cette contrainte, on peut trouver la vallée de Peierls (qui est l'équivalent d'une contrainte de frottement), la forêt de dislocations, les précipités cohérents... L'écrouissage résultant a un caractère isotrope.

Généralement, ce type de contrainte possède une composante thermiquement activée, σ^* , et une composante athermique, σ_μ . Elle est par conséquent sensible à la température et/ou à la vitesse de sollicitation.

Mécaniquement, elle correspond au rayon de la surface de charge pour une déformation plastique donnée (voir figure 3.6).

3.2.2 Contrainte interne à longue distance X

La contrainte interne, notée X , est le résultat de phénomènes physiques à l'origine d'un champ d'interaction à longue distance entre les dislocations mobiles ainsi que d'un champ de contrainte élastique dont la longueur d'onde est bien supérieure au vecteur de Burgers de la dislocation considérée. Plusieurs éléments participent à l'augmentation de cette contrainte comme la présence de joints de grains, de précipités incohérents ou semi-incohérents ainsi que les structures denses de dislocations que sont les amas, les murs ou les cellules. Ce type d'écroutissage est par conséquent profondément anisotrope et on y fait généralement référence sous le nom d'écroutissage cinématique.

Cette contrainte peut elle aussi être séparée en deux composantes, une contrainte intergranulaire, notée X_{inter} , et une contrainte intragranulaire, notée X_{intra} . La partie intergranulaire a pour origine les incompatibilités de déformation entre les grains au sein de l'agrégat polycristallin. Il en résulte, aux abords des joints de grains, une activation de systèmes de glissement surnuméraires (*GND*, voir chapitre 1) à l'origine d'un durcissement local. La partie intragranulaire est le résultat de la présence de structures denses de dislocations (amas, cellules...). Cette analyse a fait l'objet d'études récentes démontrant sa pertinence [Feugas 1999, Feugas et Haddou 2003]. L'influence avérée de la taille de grain, de l'énergie de faute d'empilement ou bien encore de la texture sur ces deux paramètres permet de préciser un peu plus les mécanismes de déformation en œuvre lors de l'écroutissage.

Mécaniquement elle correspond, dans l'espace des contraintes, au déplacement du centre de la surface de charge (voir figure 3.6).

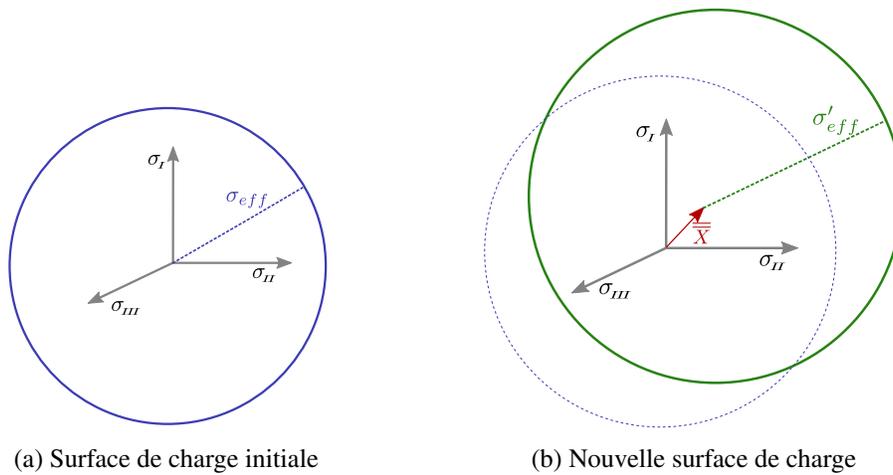


Figure 3.6: Evolution de la surface de charge avec un chargement

La figure 3.7 représente les phénomènes physiques à l'origine de l'écroutissage à l'échelle de la dislocation.

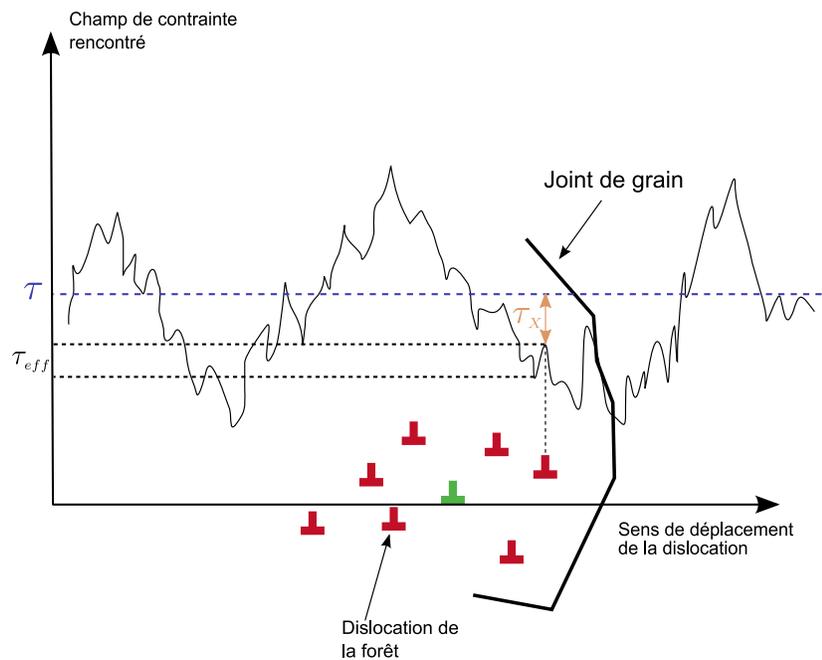


Figure 3.7: Phénomènes physiques à l'origine de l'écroutissage à l'échelle de la dislocation

3.2.3 Méthodologie associée aux essais de charge-décharge

La détermination de X , σ_{eff} et σ^* se fait sur chaque décharge en utilisant la partition de Handfield et Dickson [Dickson et al. 1984], introduite par L'Espérance [Dickson et al. 1983]. Cette méthode

est basée sur celle des boucles d'hystérésis initialement proposée par Cottrell [Cottrell 1953]. Elle permet de prendre en compte la nature visco-plastique de la contrainte d'écoulement comme le montre la figure 3.8.

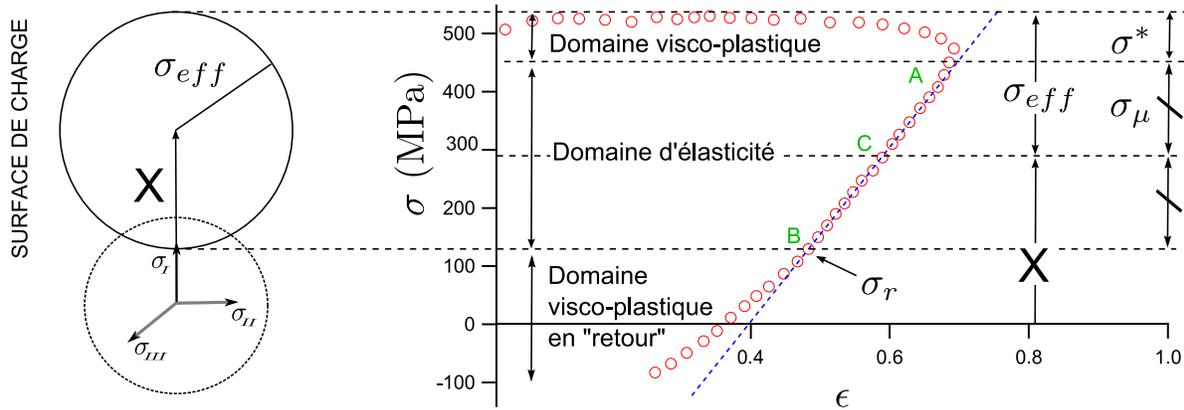


Figure 3.8: Partition de Handfield et Dickson sur un essai de charge-décharge montrant les principaux paramètres

Elle consiste à déterminer sur la décharge la portion qu'on qualifiera « élastique », c'est à dire le segment [AB] sur la figure 3.8. On relève alors le point médian en contrainte de [AB], noté C. La contrainte effective σ_{eff} est alors la différence entre la contrainte d'écoulement maximale avant la décharge et le point C. La contrainte interne, X, se définit comme le vecteur position du centre de la surface de charge dans l'espace des contraintes, c'est-à-dire C. σ_{eff} et X sont ensuite obtenues à l'aide des relations suivantes :

$$\begin{cases} \sigma_{eff} = \frac{\sigma - \sigma_r}{2} + \frac{\sigma^*}{2} \\ X = \sigma - \sigma_{eff} \end{cases} \quad (3.2)$$

où σ_r représente la contrainte en retour.

Concernant les conditions expérimentales, les essais sont pilotés en vitesse de déformation constante sur la machine Zwick équipée de la cellule de force de 10 kN, à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. L'incrément de déformation entre chaque décharge est d'environ 1 % de déformation plastique résiduelle et ce jusqu'à rupture. Les essais n'ont pu être effectués sur l'épaisseur 0,125 mm pour des raisons pratiques. En effet, il est obligatoire d'utiliser un extensomètre à couteaux afin d'asservir la vitesse de traverse au taux de déformation mais aussi de limiter la vitesse de décharge sous peine de flamber l'éprouvette en retour. Or il n'est pas possible pour l'instant d'asservir la vitesse de traverse à un calcul en temps réel de la déformation avec Correli. En conséquence,

l'obtention d'une partition de la contrainte valide pour des épaisseurs inférieures à 0,25 mm s'avère impossible.

Etude du comportement mécanique d'une épaisseur

Sommaire

4.1	Comportement mécanique en traction à température ambiante	74
4.1.1	Comportement mécanique quasi-statique	74
4.1.2	Influence de la taille de grain et du rapport t/d sur le comportement mécanique quasi-statique à température ambiante	76
4.1.3	Ecrouissage en stade II	90
4.1.4	Synthèse partielle : comportement mécanique en traction à température ambiante	108
4.2	Comportement mécanique en température	109
4.2.1	Caractéristiques du comportement mécanique à chaud d'un alliage c.f.c.	109
4.2.2	Comportement mécanique quasi-statique en traction	111
4.2.3	Synthèse : Comportement mécanique en température	122

Dans ce chapitre, l'épaisseur des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr est fixée à 1,6 mm et seule la taille de grain varie, ce qui modifie le nombre de grains dans l'épaisseur (rapport t/d). Les modifications du comportement mécanique à température ambiante ainsi qu'à chaud seront donc interprétées en fonction de la taille de grain et du rapport t/d avec pour objectif de mettre en évidence une influence du nombre de grains dans l'épaisseur. Parallèlement, une analyse des structures de dislocations par microscopie électronique à transmission pour les essais à température ambiante est effectuée. L'objectif est de caractériser, même succinctement les modifications notables de celles-ci lorsque t/d varie afin de conforter les observations mécaniques effectuées préalablement.

4.1 Comportement mécanique en traction à température ambiante

4.1.1 Comportement mécanique quasi-statique

Dénomination	d (μm)	t/d	t/w
A1	55	29,1	171,8
A2	90	17,7	55,5
A3	240	6,6	20,8
A4	280	5,7	17,86
A5	370	4,3	13,5
A6	70	22,9	71,4
A7	85	18,9	58,8
A8	53	30,1	94,3
A9	130	12,3	38,5
A10	40	40	125
A11	120	13,3	41,6
A12	185	8,6	27
A13	730	2,2	6,8

Tableau 4.1: Dénomination et caractéristiques principales des éprouvettes utilisées pour l'étude du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr à température ambiante.

La figure 4.1 présentent les courbes de traction obtenues pour trois éprouvettes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et de tailles de grains d_s égales à 730, 120 et 45 μm .

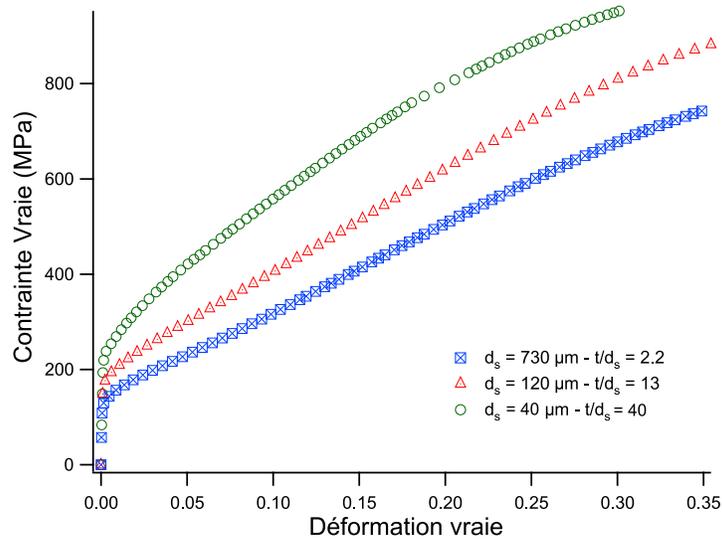


Figure 4.1: Courbes de traction pour une épaisseur de 1,6 mm pour trois tailles de grains $d_s=730$, 120 et 45 μm

On peut tout d'abord constater que le module d'Young ($E \approx 200 \pm 10$ GPa) est invariant qu'elle que soit la taille de grain considérée. Il en est de même de l'allongement à rupture qui ne semble pas être affecté. La contrainte d'écoulement, elle, diminue avec la taille de grain ce qui est classiquement observé concernant le comportement mécanique des matériaux métalliques et qui justifie d'étudier l'évolution de la loi de Hall et Petch.

L'utilisation de la relation de Hall et Petch appliquée à différents niveaux de déformation peut permettre de décorréler les différents effets dus soit à d soit à t/d . Pour rappel, la relation de Hall et Petch lie la contrainte d'écoulement à niveaux de déformation donné au paramètre $d^{-1/2}$. Elle s'exprime comme suit (chapitre 1, Equation 1.1) :

$$\sigma(\epsilon) = \sigma_0(\epsilon) + \frac{k_{HP}(\epsilon)}{\sqrt{d}} \quad (4.1)$$

Rappelons que ce formalisme a fait l'objet de nombreux efforts de recherche quant à ses fondements théoriques. A ce titre, parmi les différents cadres théoriques proposés, les modèles s'appuyant sur l'écrouissage nous semble séduisants pour notre étude puisqu'ils permettent d'explicitier la relation de Hall et Petch à partir de paramètres microstructuraux pouvant être obtenus par ailleurs. La présentation du modèle d'écrouissage utilisé est détaillé ultérieurement dans ce chapitre (paragraphe 4.1.3.1). Ce modèle permet en outre de faire apparaître une relation de type Hall-Petch que nous présentons ici. En premier lieu, rappelons qu'il existe deux « types » de dislocations :

- les dislocations statistiquement stockées, SSD (*Statistically Stored Dislocations*), stockées tout au long de l'écrouissage avec :

$$\rho_{SSD} = \varepsilon(b/l) \quad (4.2)$$

- les dislocations géométriquement nécessaires, GND (*Geometrically Necessary Dislocations*), intervenant principalement dans les premiers instants de l'écroutissage. Leur densité peut s'exprimer (voir modèle d'écroutissage, paragraphe 4.1.3.1) comme :

$$\rho_{GND} = \frac{Mk_{GND}}{bd} \varepsilon \quad (4.3)$$

La contrainte totale au sein d'un matériau peut alors être obtenue en additionnant linéairement les contraintes dues à chacun des types de dislocations considéré, la force élastique exercée par une dislocation sur d'autres n'étant pas dépendante du mécanisme à leur origine. Il vient (voir paragraphe 4.1.3.1, équations 4.10, 4.13, 4.2) :

$$\sigma(\varepsilon) = \alpha\mu Mb^{1/2} \left(\sqrt{\frac{Mk_{GND}}{d}} + \sqrt{\frac{b}{l}} \right) \varepsilon^{1/2} \quad (4.4)$$

En particulier, pour les premiers instants de la plasticité, en fin de stade I et en début de stade II (voir paragraphe 4.1.3.1), la contribution des GND à l'écroutissage est la plus importante [Sevillano 1993]. On peut donc réaliser l'approximation suivante :

$$\sigma(\varepsilon) = \alpha\mu b^{1/2} M^{3/2} \sqrt{\frac{k_{GND}\varepsilon}{d}} \quad (4.5)$$

Ce qui met en évidence une relation de type Hall et Petch pour la contrainte d'écoulement, au moins dans les premiers stade de la plasticité.

4.1.2 Influence de la taille de grain et du rapport t/d sur le comportement mécanique quasi-statique à température ambiante

4.1.2.1 Etude de la contrainte d'écoulement - Relation de Hall et Petch

Les figures 4.2a à 4.2f présentent l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de $d^{-1/2}$ pour les niveaux de déformation suivants : 0,002, 0,02, 0,06, 0,10, 0,18 et 0,25. La figure 4.2a met en évidence la proportionnalité entre la limite d'élasticité conventionnelle ($\varepsilon = 0,002$) et $d^{-1/2}$, en accord avec la relation 4.1. Les coefficients de la droite obtenue sont : $k_{HP} = 935 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$ et $\sigma_0 = 115 \text{ MPa}$. Ces valeurs sont dans l'ordre de grandeur de celles déterminées par Wilcox et Clauer ($k_{HP} = 1\,120 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$, $\sigma_0 = 205 \text{ MPa}$) [Wilcox et Clauer 1972] sur un alliage Ni20Cr. En outre, pour un niveau de déformation proche de la limite d'élasticité conventionnelle, où seules les GND

sont supposées jouer un rôle dans l'écroutissage [Sevillano 1993], le rapport $\frac{k_{HP}(0,002)}{\mu\sqrt{b}}$ ¹ nous donne une valeur d'environ 0,75, en bon accord avec la valeur « théorique » de 0,6 obtenue sur les alliages c.f.c. en considérant des grains sphériques [Sevillano 1993].

On constate sur la figure 4.2b ($\epsilon = 0,02$) que la relation de Hall et Petch peut encore être vérifiée, même si l'écart du point correspondant à une taille de grain de $380 \mu\text{m}$ commence à être visible. Pour une déformation de 6 % ($\epsilon = 0,06$, figure 4.2c), il apparaît clairement deux régimes linéaires, caractérisés par des coefficients k_{HP} et σ_0 distincts. Le régime appelé I correspond aux tailles de grains inférieures à environ $190 \mu\text{m}$ ($t/d \approx 8$), c'est-à-dire $d^{-1/2}$ supérieur à $0,7 \mu\text{m}^{-1/2}$, le régime II aux tailles de grains inférieures à cette valeur « critique ». L'existence de ces deux régimes de la loi de Hall et Petch est confirmée sur l'ensemble des niveaux de déformation supérieurs, comme le montrent les figures 4.2d à 4.2f.

Pour la taille de grain la plus importante, ($d = 730 \mu\text{m}$, $d^{-1/2} = 0,037 \mu\text{m}^{-1/2}$), il apparaît que la contrainte d'écoulement pour ϵ supérieur à 0,06 est sensiblement équivalente à celle de la taille de grain immédiatement inférieure, d égal à $380 \mu\text{m}$ soit $d^{-1/2} = 0,051 \mu\text{m}^{-1/2}$). Le diamètre des grains étant alors proche de l'épaisseur, cela pourrait indiquer l'existence d'une nouvelle transition dans la loi de Hall et Petch, conformément aux observations effectuées par Janssen [Janssen et al. 2008] sur de l'aluminium mentionnées au chapitre 1 (figure 1.23).

1. μ désigne le module de cisaillement macroscopique, sa valeur à température ambiante pour l'alliage Ni20wt.%Cr est de 81 300 MPa. La valeur de b est de 0,249 nm [Butt et Sattar 2001].

4.1. Comportement mécanique en traction à température ambiante

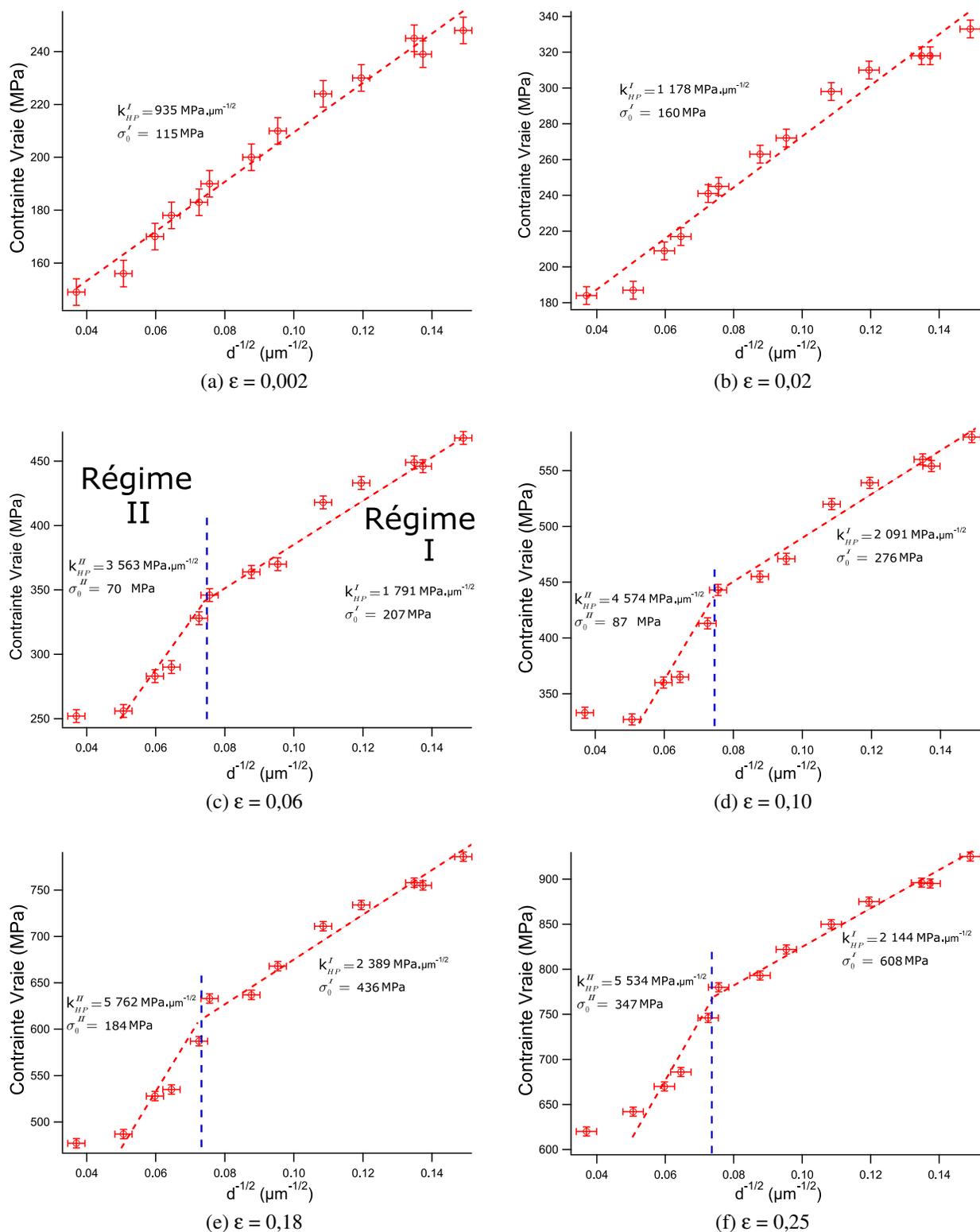


Figure 4.2: Loi de Hall et Petch appliquée à différents niveaux de déformation pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

Etude de σ_0

Aux niveaux de déformation pour lesquels la loi de Hall et Petch présente deux régimes, l'ordonnée à l'origine du second régime, σ_0^{II} , est systématiquement inférieure à celle du premier régime, σ_0^I .

La figure 4.3a présente l'évolution du rapport des ordonnées à l'origine $\frac{\sigma_0^{II}}{\sigma_0^I}$, caractéristiques des deux régimes, de la loi de Hall-Petch observée pour l'alliage Ni20wt.%Cr. Ce rapport décroît fortement et brusquement de 1, pour ϵ égal à 0,01, à 0,3 pour ϵ égal à 0,04. Il est ensuite constant jusqu'à ϵ égal à 0,1 et croît à nouveau, de façon pratiquement linéaire jusqu'à atteindre 0,5 pour ϵ égal à 0,25.

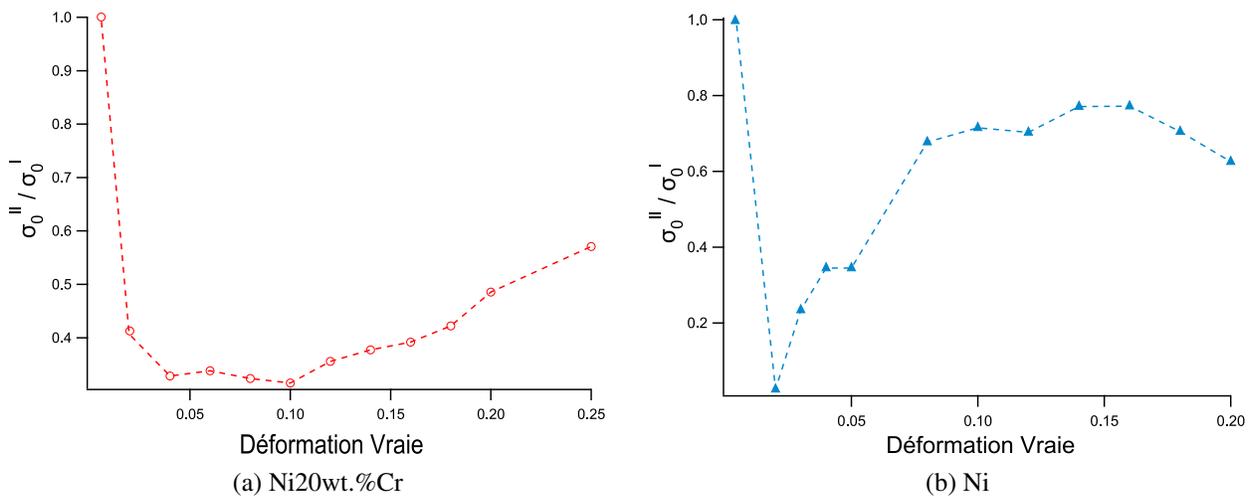


Figure 4.3: Evolution du rapport σ_0^{II}/σ_0^I des deux régimes de Hall-Petch en fonction de la déformation pour a) un alliage Ni20wt.%Cr b) du nickel de haute pureté [Keller et Hug 2008]

Dans la loi de Hall-Petch, σ_0 est généralement interprétée comme étant la contrainte de friction minimale s'opposant au mouvement des dislocations en l'absence de joints de grains. Abaisser le nombre de grains dans l'épaisseur en deçà de 8 semble donc diminuer cette friction puisque le rapport σ_0^{II}/σ_0^I est alors inférieur à 1. Un ou plusieurs effets aux caractères globalement adoucissant apparaissent donc pour un faible nombre de grains dans l'épaisseur. Il est également remarquable qu'une augmentation de la contrainte d'écoulement estompe la différence de comportement entre les échantillons appartenant à chacun des deux régimes, ce qui se traduit par un accroissement du rapport σ_0^{II}/σ_0^I comme le montre la figure 4.3a. Toutefois, l'influence du niveau de déformation est moins marquée que dans le cas du nickel (figure 4.3b). En outre, cet accroissement n'apparaît que pour ϵ supérieur à 0,1 dans le cas de l'alliage Ni20wt.%Cr tandis qu'il est présent dès les premiers niveaux de déformation pour le nickel.

Etude de k_{HP}

La présence de ces deux régimes linéaires pour des métaux et alliages a déjà été rapportée par de nombreux auteurs et sur différents métaux : Thompson [Thompson 1977] et Keller et Hug [Keller et Hug 2008] pour le nickel, Gertsman [Gertsman et al. 1994] pour le cuivre, entre autres. Nos travaux (figure 4.2), à l'instar de Keller et Gerstman, mettent en évidence une augmentation de la sensibilité à la taille de grain au delà d'un diamètre critique de grain. *A contrario*, Thompson rapporte un adoucissement de la pente de Hall-Petch, i.e. une diminution de la sensibilité à la taille de grain, au delà d'un diamètre de grains critique. Il l'explique par le fait que lorsque le diamètre moyen des grains devient très grand par rapport au libre parcours moyen des dislocations, celles-ci sont peu entravées dans leur mouvement par les joints de grains.

L'évolution du paramètre k_{HP} en fonction de la déformation vraie est présentée sur les figures 4.4a et 4.4b.

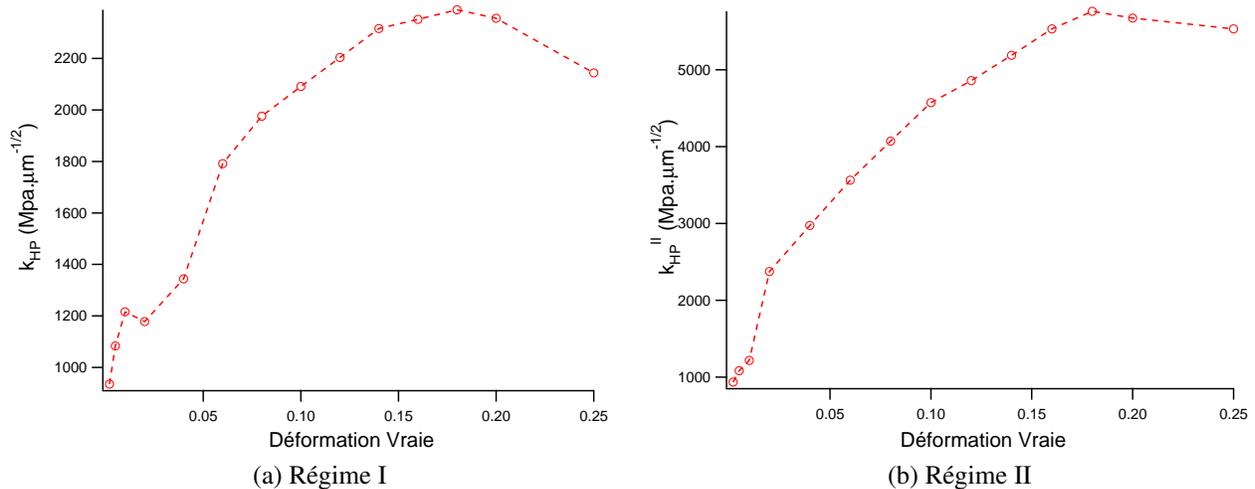


Figure 4.4: k_{HP} en fonction du niveau de déformation vraie pour les deux régimes observés dans la loi de Hall-Petch

Dans les deux cas l'évolution de k_{HP} est la même : à mesure que le niveau de déformation considéré augmente, k_{HP} croît et jusqu'à une valeur maximale atteinte pour $\epsilon = 0,18$. Ensuite, k_{HP} décroît légèrement pour les niveaux de déformation les plus importantes, proche de la rupture. Ce type de comportement a déjà été observé par Meakin (figure 4.5a) sur du laiton [Meakin et Petch 1974] tout comme par Nagarjuna (chapitre 1, figure 1.7b) sur un alliage Cu-Ti [Nagarjuna et al. 1996]. Keller rapporte le même type de comportement sur du nickel de haute pureté, le maximum de k_{HP} se situant à $\epsilon = 0,01$ [Keller et Hug 2008].

Influence des éléments d'alliage sur l'évolution de k_{HP}

L'étude de la figure 4.5a montre que l'ajout de zinc à un alliage Cu10at.%Zn augmente progressivement la valeur maximale de k_{HP} , celle-ci étant de 20 MPa.μm^{-1/2} pour une composition de

Cu10at.%Zn et de $42 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$ pour l'alliage Cu35at.%Zn.

Par ailleurs, cet ajout de zinc semble retarder l'apparition du maximum de k_{HP} en fonction de la déformation ou au moins atténuer l'effet de cette dernière sur la décroissance de k_{HP} . En effet, $k_{\text{HP}}^{\text{max}}$ est obtenu pour une déformation de 0,01 dans le cas de l'alliage Cu10at.%Zn tandis qu'il est atteint pour une déformation de 0,1 pour les laitons contenant 25 % de zinc en masse atomique. Au delà de 25 % zinc en masse atomique, le maximum de k_{HP} est atteint pour un niveau de déformation identique ($\varepsilon = 0,1$) mais la décroissance de celui-ci est largement réduite. La valeur de k_{HP} est même stable sur une plage de déformation comprise entre 0,1 et 0,2.

L'ajout de chrome semble avoir un effet similaire puisqu'on observe sur la figure 4.5b :

- Un retard d'apparition du maximum de k_{HP} en fonction de la déformation.
- Une augmentation de la valeur maximum de k_{HP} : $350 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$ pour le nickel, $2\,390 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$ pour l'alliage Ni20wt.%Cr . La figure 4.5b présente des valeurs de k_{HP} normées par la valeur maximale atteinte, $k_{\text{HP Max}}$, dans un souci de lecture graphique.
- Une atténuation de la décroissance de k_{HP} une fois passé le maximum.

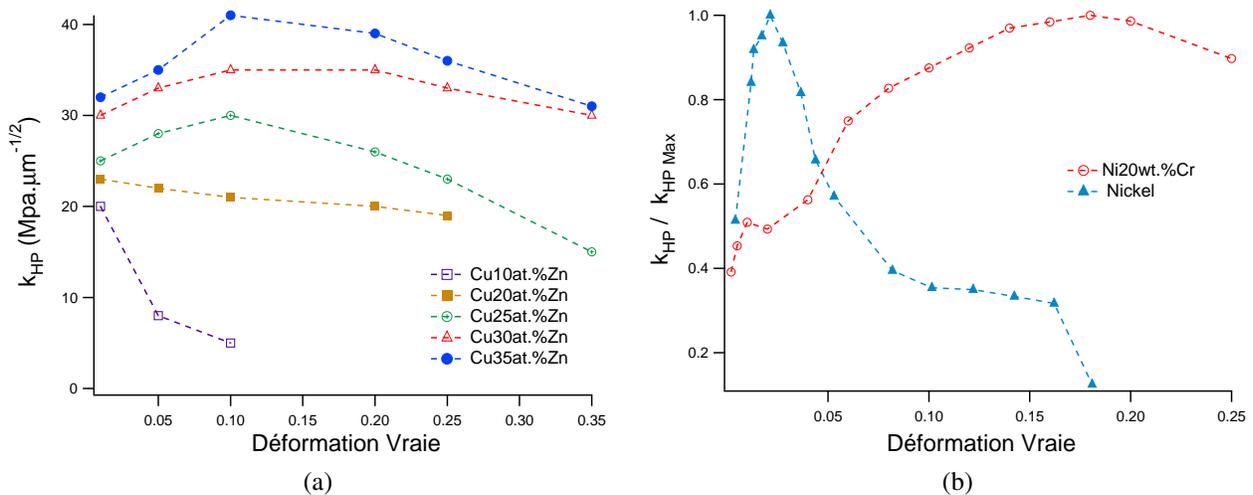


Figure 4.5: a) Evolution du paramètre k_{HP} en fonction de la déformation vraie pour différentes compositions de laitons [Meakin et Petch 1974] b) Evolution du paramètre $k_{\text{HP}}/k_{\text{HP max}}$ pour l'alliage Ni20wt.%Cr et du nickel de haute pureté [Keller et al. 2009b]

Tabata *et al.* [Tabata et al. 1975] ont observé une évolution similaire des différents paramètres de la loi de Hall et Petch sur du cuivre de haute pureté et du cuivre allié à différentes quantité d'aluminium mais pour des températures de l'ordre de 77 K. Les autres conditions expérimentales sont proches des nôtres et l'épaisseur de leurs échantillons est de l'ordre de 1 mm. Cette étude s'inscrit dans un contexte plus général, ne s'intéressant pas spécifiquement à l'influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur les propriétés mécaniques. La rupture de pente observée intervient dès 5% pour le cuivre (figure 4.6) et à 20% pour l'alliage Cu-2,16wt%Al. L'alliage Cu-6,11wt%Al ne présente par contre aucune rupture de pente.

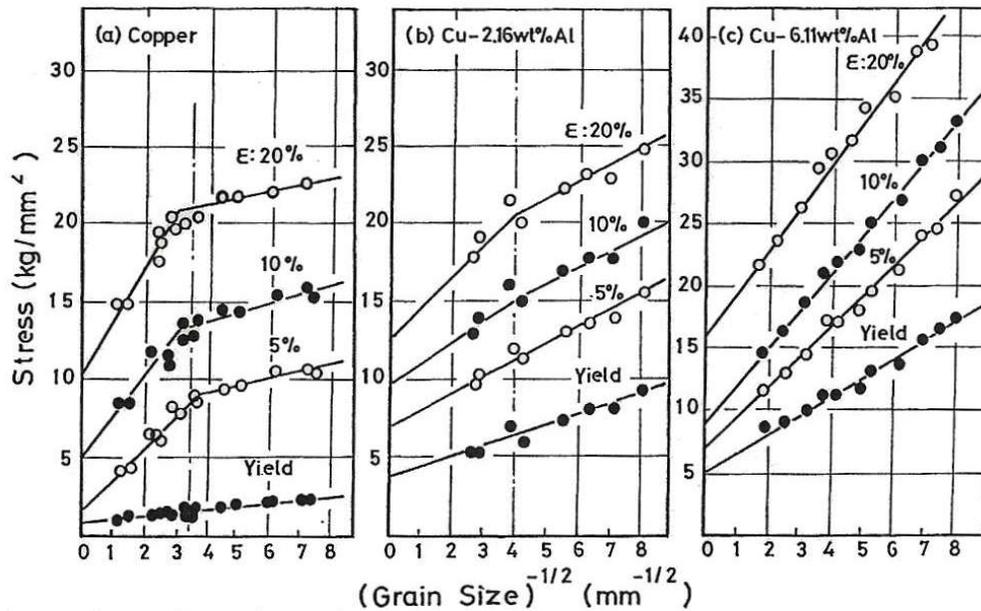


Figure 4.6: Evolution de la loi de Hall et Petch pour du cuivre et du cuivre allié à une température de 77 K [Tabata et al. 1975]

Le graphique 4.7a présente l'évolution du rapport k_{HP}^{II}/k_{HP}^I en fonction de la déformation pour du nickel de haute pureté [Keller et Hug 2008] et de l'alliage Ni20wt.%Cr. On constate que dans le cas du nickel ce rapport ne fait que croître rapidement avec le niveau de déformation considéré jusqu'à atteindre des valeurs de l'ordre de 20. Dans le cas du Ni20wt.%Cr, ce rapport augmente très légèrement avec la déformation, sa valeur passant de 2 pour ϵ égal à 0,02 jusqu'à atteindre 2,6 pour ϵ égal à 0,25.

Si l'on compare aux travaux de Tabata *et al.* précédemment cités [Tabata et al. 1975], la sensibilité à la taille de grain, caractérisée rappelons le par le paramètre k_{HP} , est plus importante dans le cas du Ni20wt.%Cr que pour les alliages de cuivre et ce quel que soit le régime et le niveau de déformation considérés. Toutefois, la figure 4.7a montre au travers de l'évolution du rapport k_{HP}^{II}/k_{HP}^I en fonction de la déformation que la « sensibilité » du matériau pur croît bien plus rapidement que pour un alliage. Toutefois la valeur de $k_{HP}^{II}_{max} \approx 2000 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$ atteinte par le nickel est toujours bien inférieure à celle relevée pour le Ni20wt.%Cr : $k_{HP}^{II}_{max} \approx 5500 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{-1/2}$. Un comportement semblable à celui décrit est observé sur du cuivre de haute pureté et alliage Cu2,16wt.%Al 4.7b.

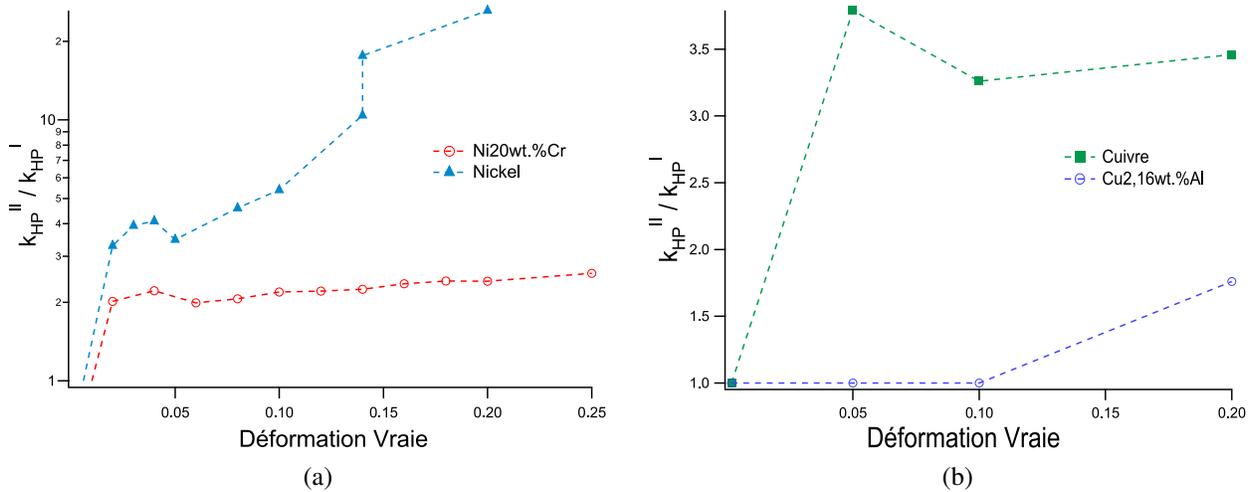


Figure 4.7: Evolution du rapport k_{HP}^{II}/k_{HP}^I en fonction de la déformation pour a) l'alliage Ni20wt.%Cr et du nickel de haute pureté [Keller et Hug 2008] b) du cuivre et du cuivre allié à 77 K [Tabata et al. 1975]

Enfin, il convient de rappeler que la rupture de pente mis en évidence par Tabata *et al* [Tabata et al. 1975] n'apparaît dans le cas de l'alliage Cu2,16wt.%Al que lors d'essais effectués à 77 K. En outre, à cette température, la taille de grain de « transition » pour le cuivre pur est d'environ $80 \mu\text{m}$ ($t/d = 12,5$), à comparer aux $60 \mu\text{m}$ ($t/d = 16,7$) constatés à 273 K. L'influence de la température, de même que celle de la présence d'éléments d'alliage laisse supposer que ce rapport de transition peut être une fonction de l'énergie de faute d'empilement (EDE) comme l'avait déjà fait observer Miyazaki *et al* [Miyazaki et al. 1978]. A noter que ce dernier a déterminé un rapport critique pour le cuivre légèrement inférieur à 16,7 mais du même ordre de grandeur.

Considérant les travaux de Tabata *et al* [Tabata et al. 1975] il semble donc que lorsque l'énergie de faute d'empilement, γ_{efe} , augmente² le rapport t/d « critique » diminue, ou encore la taille de grain « critique » augmente si l'épaisseur est constante. Les travaux de Miyazaki *et al* [Miyazaki et al. 1978] et de Keller et al [Keller et Hug 2008] vont en ce sens. Ils montrent que les rapport t/d critiques pour l'aluminium (Al $\gamma_{efe} = 135 \text{ mJ.m}^{-2}$), le nickel (Ni $\gamma_{efe} = 125 \text{ mJ.m}^{-2}$) et le cuivre (Cu $\gamma_{efe} = 45 \text{ mJ.m}^{-2}$) sont environ de, respectivement, 3, 4 et 5. Les résultats obtenus sur les échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm (Ni20wt.%Cr $\gamma_{efe} = 42 \text{ mJ.m}^{-2}$ [Akhtar et Teghtsoonian 1971]) montrent que le diamètre critique de grain se situe aux alentours de $190 \mu\text{m}$ soit un rapport t/d d'environ 8, ce qui tend à conforter l'idée selon laquelle ce rapport est fonction de l'énergie de faute d'empilement. Le tableau 4.2 récapitule ces résultats.

2. L'énergie de faute d'empilement, qui traduit notamment la capacité de mouvement des dislocations, diminue lorsque la température augmente et réciproquement [Latanision et Ruff 1971, Meyer et Lewis 2002]

Auteurs	Matériau	γ_{efe} (mJ.m ⁻²)	d (μ m)	t/d
Miyazaki <i>et al</i> [Miyazaki <i>et al.</i> 1978]	Al	135	180	3
Keller <i>et al</i> [Keller <i>et Hug</i> 2008]	Ni	125	125	4
Miyazaki <i>et al</i> [Miyazaki <i>et al.</i> 1978]	Cu	45	145	5
Présent travail	Ni20wt.%Cr	42	190	8

Tableau 4.2: Tableau récapitulatif des différentes valeurs de rapports t/d critiques pour différents matériaux, issus de la littérature et de la présente étude

4.1.2.2 Etude des composantes de la contrainte d'écoulement - Relation de Hall et Petch

L'étude de la validité de la loi de Hall et Petch ne se limite pas à la contrainte d'écoulement. Ainsi, à l'instar des travaux menés par Feaugas et Haddou [Feaugas 1999, Haddou 2003] sur du nickel et de l'acier 316L, l'évolution des paramètres X et σ_{eff} de la partition de contrainte, obtenus à l'aide d'essais de charge-décharge, en fonction de $d^{-1/2}$, est également étudiée. Cette approche appliquée aux matériaux c.f.c. permet de corrélérer les mécanismes de glissement microstructuraux aux évolutions des composantes de la partition de la contrainte.

La figure 4.8 présente l'évolution des contraintes interne et effective, déterminée à l'aide de la méthode de Handfield et Dickson appliquée à des essais de charge-décharge (voir chapitre 3, paragraphe 3.2), en fonction de la déformation rationnelle pour trois tailles de grains dont le comportement en traction a été décrit précédemment (figure 4.1).

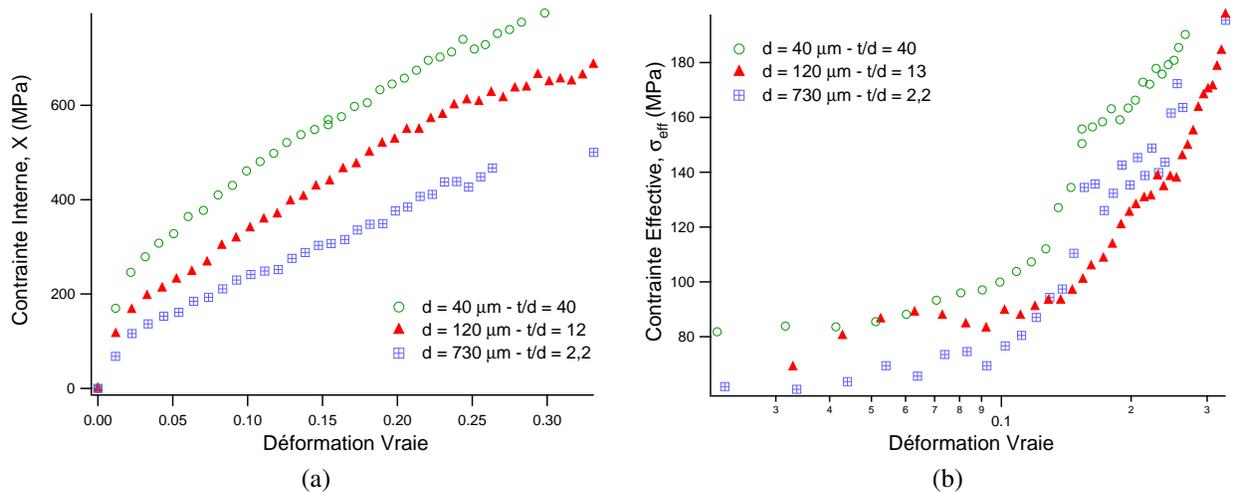


Figure 4.8: Evolution de a) la contrainte interne X b) la contrainte effective, σ_{eff} , en fonction de la déformation vraie pour différents tailles de grain d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

Indépendamment de la taille de grain et du niveau de déformation considérés, les valeurs de σ_{eff} sont bien inférieures à celles de X. Par conséquent, l'écroutissage est principalement lié à l'augmentation du niveau de contrainte interne à longue distance.

En outre, le niveau des contraintes X et σ_{eff} diminue à mesure que la taille de grain augmente, indépendamment du niveau de déformation considéré, ce qui est un comportement similaire à celui de la contrainte d'écoulement. Il semble néanmoins que la contrainte interne est la composante la plus sensible au diamètre des grains. Cet effet est en accord avec les travaux rencontrés dans la littérature [Feugas 1999, Haddou 2003].

Comme il l'a été signalé, il est également possible d'étudier l'influence du paramètre $d^{-1/2}$ sur les composantes de la contrainte d'écoulement que sont la contrainte effective et la contrainte interne [Feugas 1999, Feugas et Haddou 2003, Haddou 2003]. A l'instar de la contrainte d'écoulement, X et σ_{eff} peuvent donc être sensibles aux variations de la taille de grain. Les relations utilisées sont les suivantes :

$$\sigma_{\text{eff}}(\epsilon) = \sigma_{\text{eff}}^0(\epsilon) + \frac{k_{\text{eff}}(\epsilon)}{\sqrt{d}} \quad (4.6)$$

$$X(\epsilon) = X_0(\epsilon) + \frac{k_X(\epsilon)}{\sqrt{d}} \quad (4.7)$$

Relation de Hall et Petch et contrainte effective, σ_{eff}

La figure 4.9 montre l'évolution de la contrainte effective, σ_{eff} , en fonction de $d^{1-2/}$ pour différents niveaux de déformation.

Il apparait une relation de proportionnalité entre la contrainte effective et $d^{-1/2}$, et ce quel que soit le niveau de déformation considéré. Ceci est en bon accord avec les travaux effectués par Feugas [Feugas 1999]. La loi de Hall-Petch s'applique donc correctement pour σ_{eff} . Malgré une très forte dispersion des résultats expérimentaux, la composante σ_{eff} de la contrainte d'écoulement semble donc insensible au rapport t/d puisqu'elle ne présente pas de rupture de pente.

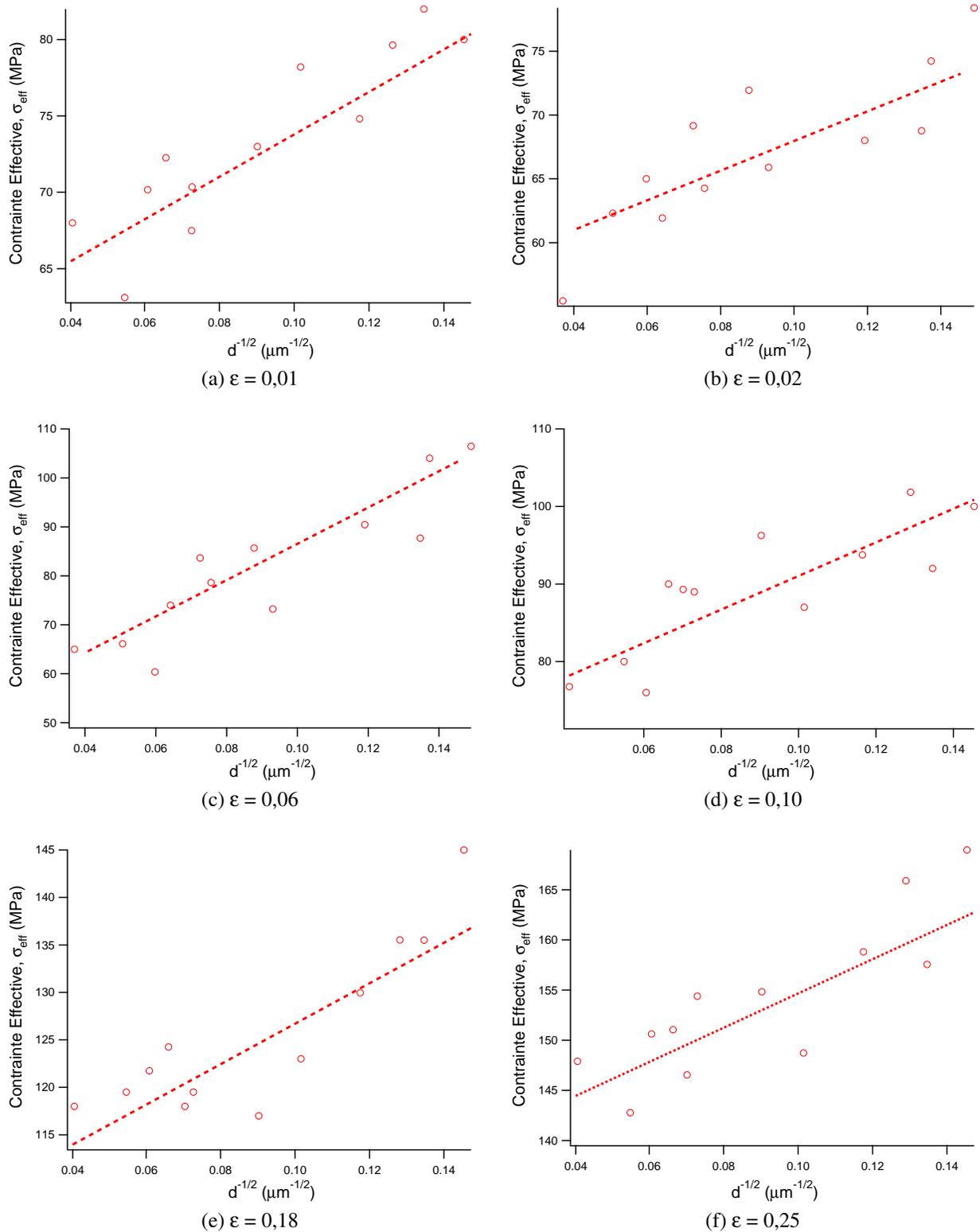


Figure 4.9: Evolution de la contrainte effective σ_{eff} en fonction de $d^{-1/2}$ pour différents niveaux de déformation d'un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.

La figure 4.10 présente par ailleurs l'évolution des paramètres $k_{HP\text{ eff}}$ et σ_{eff}^0 de la loi de Hall-Petch en fonction de différents niveaux de déformation.

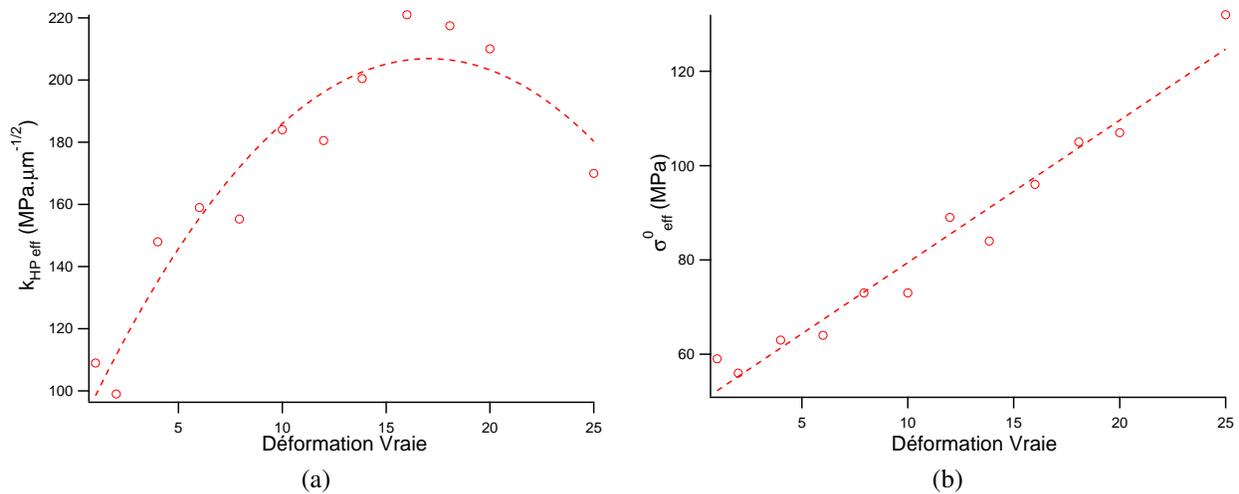


Figure 4.10: Evolution des paramètres de la loi de Hall et Petch, $k_{HP\text{ eff}}$ et σ_{eff}^0 appliquée à la contrainte effective, σ_{eff} , en fonction de la déformation vraie.

Relation de Hall-Petch et contrainte interne X

La figure 4.11 présente l'évolution de X en fonction de $d^{-1/2}$ pour différents niveaux de déformation.

Pour des niveaux de déformation supérieurs à 0,02, l'application de la loi de Hall-Petch donne bien des résultats similaires à ceux observés pour la contrainte d'écoulement (figure 4.2), à savoir qu'il existe deux régimes linéaires distincts. Pour ϵ inférieur à 0,02, il existe une unique relation de proportionnalité entre X et $d^{-1/2}$. Au delà de ce niveau de déformation « critique », il apparaît un second régime linéaire pour les tailles de grains supérieures à environ $190\mu\text{m}$. Celui-ci se caractérise à nouveau par une sensibilité à la taille de grain supérieure à celle correspondant au régime observé pour les tailles de grains inférieures. Autrement dit, la pente k_x^{II} est supérieure à k_x^{I} .

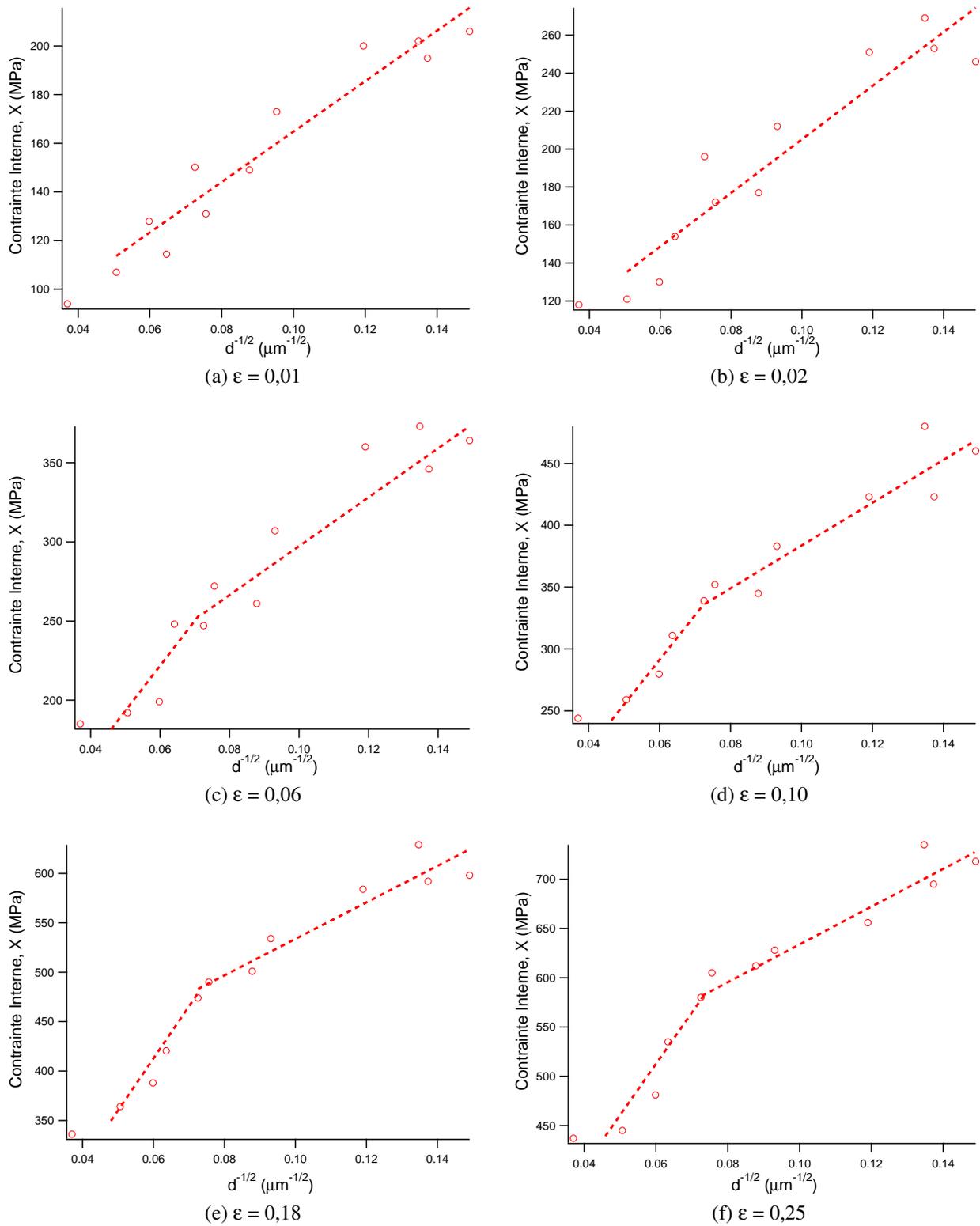


Figure 4.11: Evolution de la contrainte interne, X, en fonction de $d^{-1/2}$ pour différents niveaux de déformation d'éprouvettes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.

A notre connaissance, parmi les quelques travaux portant sur l'étude de la partition de la contrainte ce type de comportement n'a été observé que par Keller *et al.* [Keller *et al.* 2009a] sur du nickel de haute pureté pour des grains de diamètre moyen supérieur à $150 \mu\text{m}$. Il apparaît donc que X , composante interne de la contrainte d'écoulement, est également sensible au rapport t/d .

La figure 4.12 présente l'évolution des coefficients de la loi de Hall et Petch appliquée à la contrainte interne en fonction de la déformation.

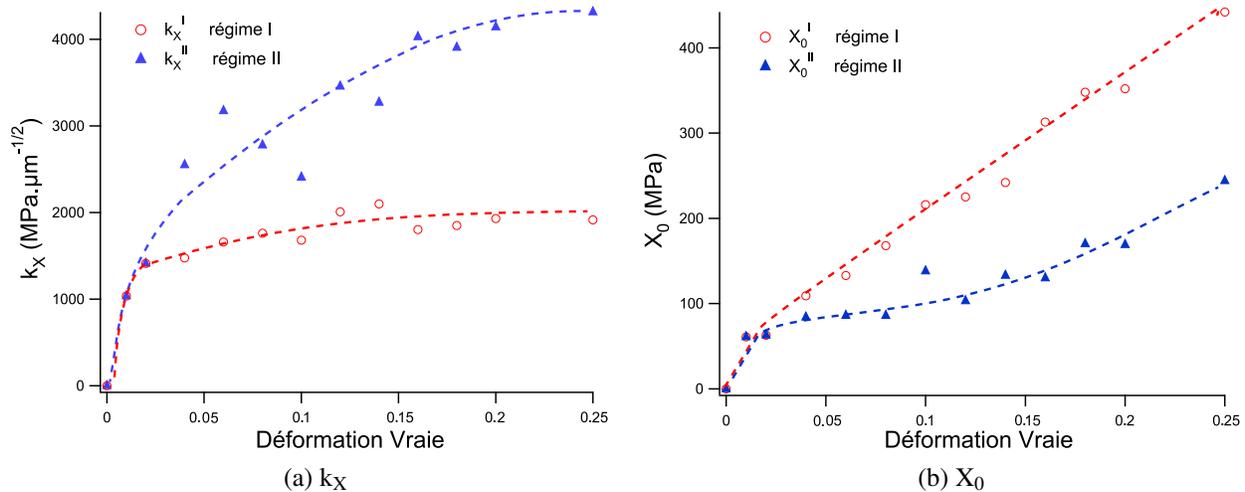


Figure 4.12: Evolution des coefficients de la loi de Hall et Petch, k_X et X_0 , appliquée à la contrainte interne, X , en fonction de la déformation rationnelle.

Les valeurs de k_X sont croissantes et confondues jusqu'à une déformation ϵ de 0,02 (un seul régime linéaire existant). Par la suite, le paramètre k_X^{II} croît de façon relativement rapide jusqu'à atteindre une valeur aux environs de $4\ 100 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1/2}$ pour ϵ égal à 0,25. Le paramètre k_X^I croît de façon bien plus modérée avec la déformation jusqu'à devenir quasi constant pour ϵ supérieur à 0,15. Il reste bien inférieur à k_X^{II} quel que soit le niveau de déformation considéré au delà de 0,02. Les évolutions de X_0^I et X_0^{II} (figure 4.12b) présentent plus de similitude. Jusqu'à une déformation de 0,02, leurs valeurs sont identiques. Puis X_0^I est supérieur à X_0^{II} de quelques dizaines de MPa. La croissance des deux paramètres est relativement modérée mais X_0^I croît sensiblement plus vite X_0^{II} , et ce jusqu'à la rupture.

Les interactions à longue distance de type élastique qui freinent le déplacement des dislocations mobiles ont deux origines, chacune contribuant à la contrainte interne à longue distance [Haddou 2003] :

- X_{inter} , la contrainte interne intergranulaire, qui est le fruit des différences de structure cristalline pouvant exister au sein de l'agrégat polycristallin (texture cristallographique, morphologie des grains). Elle résulte des incompatibilités de la déformation intergranulaire.
- X_{intra} , la contrainte interne à longue distance intragranulaire, qui est le fruit des hétérogénéités

de structure (distribution) et de densité des dislocations au sein du grain.

Il est donc possible d'écrire la relation suivante :

$$X(\epsilon) = X_{intra}(\epsilon) + X_{inter}(\epsilon)$$

A l'aide de 4.7 on a alors :

$$X_{intra}(\epsilon) + X_{inter}(\epsilon) = X_0(\epsilon) + \frac{k_X(\epsilon)}{\sqrt{d}} \quad (4.8)$$

Or Haddou *et al.* [Haddou 2003] ont montré, sur des polycristaux de nickel et d'acier 316L, que la contrainte interne intragranulaire ne dépend pas ou peu de la taille de grain. En s'appuyant sur l'équation 4.8, on peut alors identifier X_{inter} et X_{intra} comme :

$$X_{inter} = \frac{k_X(\epsilon)}{\sqrt{d}} \quad \text{et} \quad X_{intra} = X_0(\epsilon) \quad (4.9)$$

Par conséquent, selon cette approche, l'existence de deux valeurs de $X_0(\epsilon)$ et de deux valeurs de k_X pourrait mettre en évidence une modification des contraintes internes intergranulaire et intragranulaire dès lors que le matériau possède un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à un certain rapport t/d « critique ».

4.1.3 Ecrouissage en stade II

Il convient en premier lieu de définir correctement le modèle théorique d'écrouissage employé, ainsi que la définition des stades étudiés. Il en ressort que l'analyse de l'influence de la transition volume/surface sur l'écrouissage en stade II est intéressante de part sa facilité de modélisation. En outre, cette dernière permet d'analyser plus finement l'évolution de certains paramètres microstructuraux suite aux modifications opérées sur la taille de grain et sur le rapport t/d .

4.1.3.1 Modèle d'écrouissage

Modèle théorique

Le formalisme développé par Mecking [Kocks et Mecking 2003, Mecking 1977] s'appuie sur le constat simple que la contrainte macroscopique augmente avec la densité de dislocations, ρ :

$$\sigma = \alpha \mu b M \sqrt{\rho} \quad (4.10)$$

avec M le coefficient de Taylor, b le vecteur de Burgers des dislocations, μ le module de cisaillement et α un paramètre dépendant de la configuration spatiale des dislocations (isolées, en amas...) et du type de dislocations [Kocks et Mecking 2003, Mughrabi 1987].

Suivant les premiers travaux de Mecking [Mecking 1977], le taux d'accumulation des dislocations peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M\left(\frac{\sqrt{\rho}}{b\beta} + \frac{1}{bs}\right) \quad (4.11)$$

où β est un coefficient de proportionnalité entre le libre parcours moyen des dislocations (Λ) et la distance moyenne entre ces dernières (l) tel que : $\beta = \Lambda/l$, b est le vecteur de Burgers des dislocations et M le coefficient de Taylor. Le premier terme du membre de droite représente donc l'accumulation des dislocations ayant parcouru une distance équivalente au libre parcours moyen.

Le second terme prend en compte l'effet de barrière ou de puit supplémentaire tel que les joints de grains ou la surface. La constante s définie change donc de signe selon la prédominance de l'un ou l'autre de ses éléments et du rôle qu'il joue sur l'érouissage macroscopique : positive lorsque l'effet est durcissant, négative dans le cas contraire.

Cependant, cette approche, bien que satisfaisante dans de nombreux cas, omet certains phénomènes physiques influant sur l'évolution de la densité de dislocations tel que la restauration dynamique. C'est pourquoi on lui préférera la relation suivante :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{M\sqrt{\rho}}{\beta b} + \frac{k_{GND}M}{bd} + f(P, T, \dot{\varepsilon}, s_i, y) \quad (4.12)$$

Le premier terme du membre de droite est le même que précédemment.

Le second terme est lié aux joints de grains et à la création de dislocations géométriquement nécessaires (*Geometrically Necessary Dislocation*) aux abords de ceux-ci. La densité de dislocations des GND est inversement proportionnelle à la taille de grain [Ashby 1970] :

$$\rho_{GND} = \frac{Mk_{GND}}{bd}\varepsilon \quad (4.13)$$

On retrouve alors bien le terme précédent en dérivant cette équation par ε . Le facteur k_{GND} semble être fonction de la forme des grains [Sevillano 1993].

Ces deux premiers termes sont fixes pour une température donnée et sont purement fonctions de la géométrie et des caractéristiques des obstacles s'opposant aux mouvements des dislocations.

Enfin, le dernier terme permet de tenir compte du phénomène d'annihilation des dislocations par restauration dynamique due au glissement dévié. La fonction permettant de modéliser cela est une fonction dont certains paramètres ne sont plus seulement intrinsèques au matériaux mais sont également des variables externes. Ces paramètres sont entre autres :

- T , la température ;

- $\dot{\epsilon}$, le taux de déformation ;
- s_i qui caractérise les structures de dislocations présentes ;
- P , la probabilité d'apparition du phénomène de restauration dynamique ;
- y , la distance d'annihilation de deux dislocations par glissement dévié³ [Kocks et Mecking 2003, Sevillano 1993].

A température ambiante, l'annihilation des dislocations est principalement due au glissement dévié. Or ce dernier ne se généralise qu'au stade III de l'écroutissage.

En combinant les équations 4.10 et 4.12 nous obtenons alors la relation suivante, en considérant que $\theta = \frac{d\sigma}{d\epsilon}$:

$$\sigma\theta = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta}\sigma + \frac{\alpha^2\mu^2 M^3 k_{GND} b}{2d} + \theta_{rest}(P, T, \dot{\epsilon}, s_i) \quad (4.14)$$

Il est ainsi possible d'accéder, via la relation précédente, à des paramètres microstructuraux, comme k_{GND} ou β par exemple dès lors qu'une évaluation de θ_{rest} est réalisable. Cela est notamment le cas pour les premiers stades de l'écroutissage, lorsque la probabilité d'existence de la restauration dynamique est très faible et qu'il est donc possible de négliger θ_{rest} .

Enfin, à l'aide de l'équation 4.14, il devient possible d'écrire le taux d'écroutissage sous la forme suivante, en posant $\theta_{II} = (d\sigma/d\epsilon)_{II}$:

$$\theta_{II} = \Delta_{II} + \frac{(\sigma\theta)_0}{\sigma} \quad (4.15)$$

avec

$$\Delta_{II} = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta} \quad (4.16)$$

$$(\sigma\theta)_0 = \frac{\alpha^2\mu^2 M^3 k_{GND} b}{2d} \quad (4.17)$$

La décomposition de θ_{II} fait apparaître le terme Δ_{II} que l'on qualifie d'écroutissage latent [Mecking 1977] et un second terme inversement proportionnel à la contrainte. Le premier terme provient donc de la multiplication des dislocations et du durcissement qui en résulte au cours de la déformation. Le second terme dépend du paramètre k_{GND} , fonction de la densité des dislocations géométriquement nécessaires, et retranscrit ainsi l'effet durcissant des joints de grain pour un polycristal pur. Néanmoins, plus la contrainte est importante, moins l'écroutissage macroscopique est sensible à ce type de dislocations. Plus généralement, l'expression $(\sigma\theta)_0$ transcrit la contribution des joints de grains, des précipités ou de la surface libre sur l'écroutissage en stade II [Mecking 1977]. On distingue trois cas selon le signe de cette contribution, $(\sigma\theta)_0$:

$(\sigma\theta)_0 > 0$: c'est généralement le cas pour les polycristaux, à cause des joints de grains qui vont

3. Il n'est fait ici aucune distinction entre les dislocations vis et coins

fortement durcir le matériau. La densité des joints de grains étant bien évidemment fonction de la taille de grain, le terme $(\sigma\theta)_0$ est lui aussi sensible à cette dernière (équation 4.17). La microstructure initiale du matériau peut également contribuer au durcissement avec par exemple la présence d'impuretés en précipitations. Cela à pour conséquence également de rendre cette valeur positive. Enfin, l'influence des surfaces libres sur l'écroutissage est généralement négligeable.

$(\sigma\theta)_0 = \mathbf{0}$: c'est le cas d'un monocristal idéal, de grandes dimensions et pur, il n'y a aucun élément durcissant à priori et seuls les mécanismes de déformations participent à l'écroutissage.

$(\sigma\theta)_0 < \mathbf{0}$: c'est le cas d'un monocristal réel. Cela vient du fait de l'impossibilité d'obtenir des dimensions « infinies » au regard de la zone dont on mesure la déformation. Cela implique que la contribution des surfaces libres doit être prise en compte, notamment l'annihilation des dislocations mobiles au niveau de celles-ci.

La figure 4.13 récapitule ces trois configurations possibles et leurs effets sur le paramètre $(\sigma\theta)_0$.

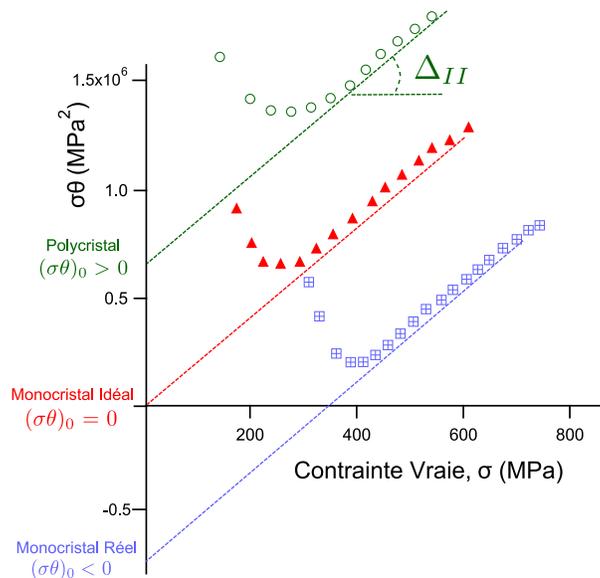


Figure 4.13: Schéma de l'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction du matériau : polycristal, monocristal idéal et monocristal réel

Comme nous l'avons signalé, la définition de ces différents stades d'écroutissage s'appuie également sur l'observation de l'évolution des structures de dislocations au cours de la déformation du matériau et des principaux changements observés.

Stades d'écroutissage

L'évolution de l'écroutissage des polycristaux c.f.c. est généralement divisée en au minimum trois stades distincts, qui ne sont pas nécessairement apparentés à ceux rencontrés lors de l'écroutissage des monocristaux [Feugas et Haddou 2003, Haddou 2003, Sevillano 1993] :

- stade I, ce stade est un stade de glissement facile, comparable à celui rencontré dans les monocristaux pour les systèmes de glissement activés. La déformation passe en effet uniquement par activation de sources du système primaire $\{111\} \langle 110 \rangle$, ce qui donne lieu à une augmentation du nombre d'empilements et à la formation de dipôles et multipôles peu durcissants. Le taux d'écroutissage élevé observé dans le cas des polycristaux est dû aux incompatibilités de déformation entre grains, absentes dans les monocristaux. Sa non linéarité vient du durcissement lié à la présence de joints de grains. Les arrangements de dislocations typiques de ce stade sont présentés sur la figure 4.14a.
- stade II, ce stade correspond à l'activation de plusieurs systèmes de glissement secondaires (glissement multiple) et de quelques glissement déviés. Il en résulte l'apparition de structures denses de dislocations comme les amas de dipôles (figure 4.14b), des murs (figure 4.14c) et des cellules. Au niveau de la courbe de traction, pour les monocristaux, il s'agit d'un stade dont le taux d'écroutissage est constant. Pour les polycristaux, la contribution des joints de grains explique la encore la non linéarité observée, sauf dans le cas de polycristaux déformé à basse température et présentant peu de grains dans l'épaisseur [Kocks et Mecking 2003, Sevillano 1993].
- stade III, qui est caractérisé par la généralisation du glissement dévié à tous les grains. Les arrangements de dislocations observés sont des amas, résultant par exemple de l'association de dipôles ou du croisement de deux systèmes de glissement non coplanaires, des murs, qui sont des amas de formes plus allongés ou bien là encore des cellules. Dans le cas des murs, si ceux ci sont généralement à forte densité de dislocations, ils contiennent des canaux de plus faible densité. Ainsi, au niveau microscopique, il existe une hétérogénéité dans le comportement mécanique entre des zones « dures » et difficiles à déformer, les murs, et des zones « molles », les canaux, plus faciles à déformer. Ce type de structure de dislocation est présenté sur la figure 4.14c.

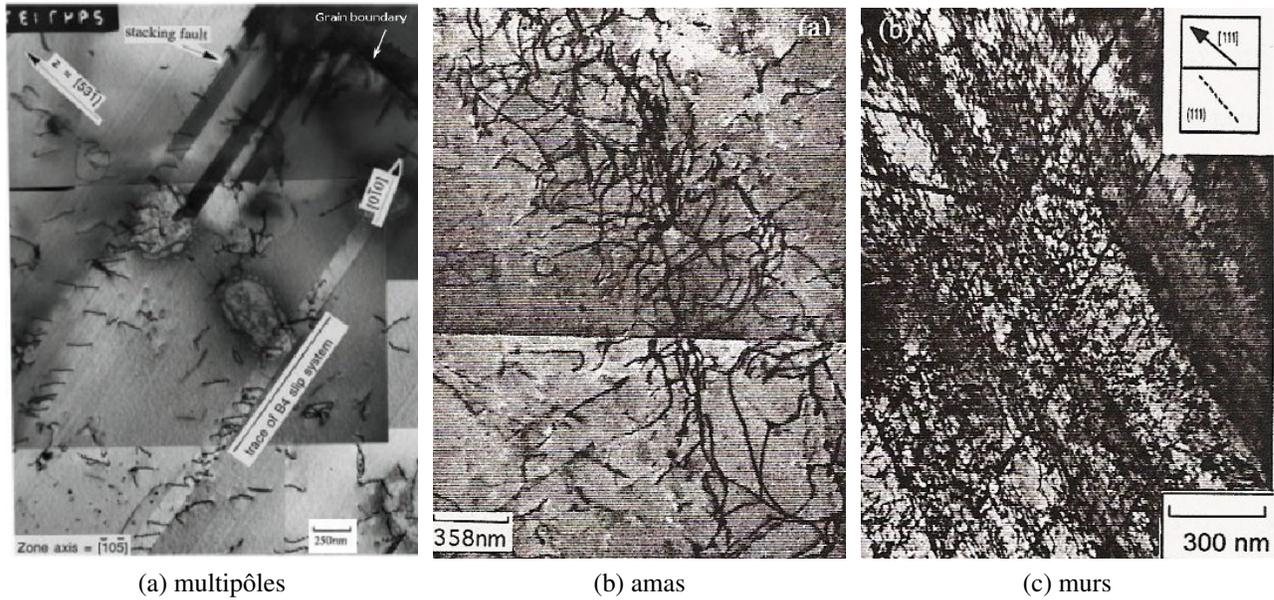


Figure 4.14: Structures de dislocations caractéristiques observées au cours des différents stades d'écroutissage d'un acier 316L [Haddou 2003].

Il est également possible d'identifier ces trois stades d'écroutissage sur des courbes présentant l'évolution de θ ou de $\sigma\theta$ en fonction de σ . Ce dernier type de courbes présente l'avantage d'une identification aisée des différents stades comme le montre la figure 4.15 pour un polycristal de cuivre déformé à différentes températures.

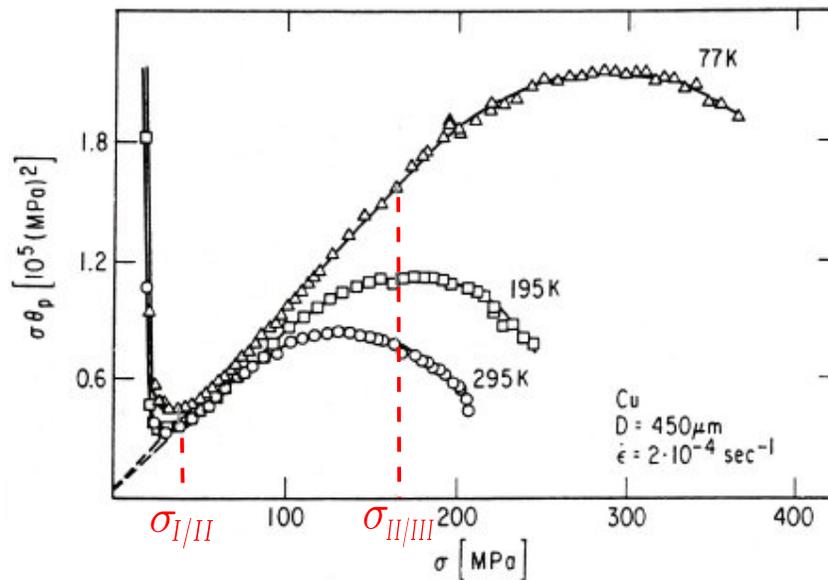


Figure 4.15: Courbe d'évolution caractéristique de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de θ pour un alliage de cuivre [Sevillano 1993]

Le stade I correspond à la décroissance initiale de $\sigma\theta$ jusqu'à un niveau de contrainte $\sigma_{I/II}$. Notons également que la transition stade I / stade II correspond à la généralisation du glissement multiple, ce qui explique la décroissance observée. Le stade II correspond à l'évolution linéaire observée pour $\sigma\theta$ et à une faible variation de θ . Lorsque le niveau de contrainte atteint une valeur $\sigma_{II/III}$, on observe une perte de la linéarité sur l'évolution de $\sigma\theta$, ce qui marque l'entrée en stade III.

Si l'évolution de $\sigma\theta$ (et de θ) est schématiquement la même pour tous les polycristaux, les valeurs caractéristiques des différents stades ($\sigma_{I/II}$, $\sigma_{II/III}$...) sont quant à elles fortement dépendantes de la microstructure (taille de grain notamment), de l'énergie de faute d'empilement ou bien encore de la température. Par exemple, réduire la taille de grain a pour effet d'augmenter les incompatibilités de déformation entre grains et donc de favoriser le stade II au détriment des deux autres. La diminution de l'énergie de faute d'empilement retarde l'apparition du glissement dévié ou multiple car elle favorise le glissement planaire ou simple. L'entrée dans le second puis dans le troisième stade est donc retardé également [Haddou 2003]. Enfin, la figure 4.15 montre qu'augmenter la température a pour effet de réduire fortement la longueur du stade II.

4.1.3.2 Analyse des essais mécaniques en stade II

Les figures 4.16a et 4.16b montrent la variation de θ en fonction de la contrainte vraie et la variation de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte vraie.

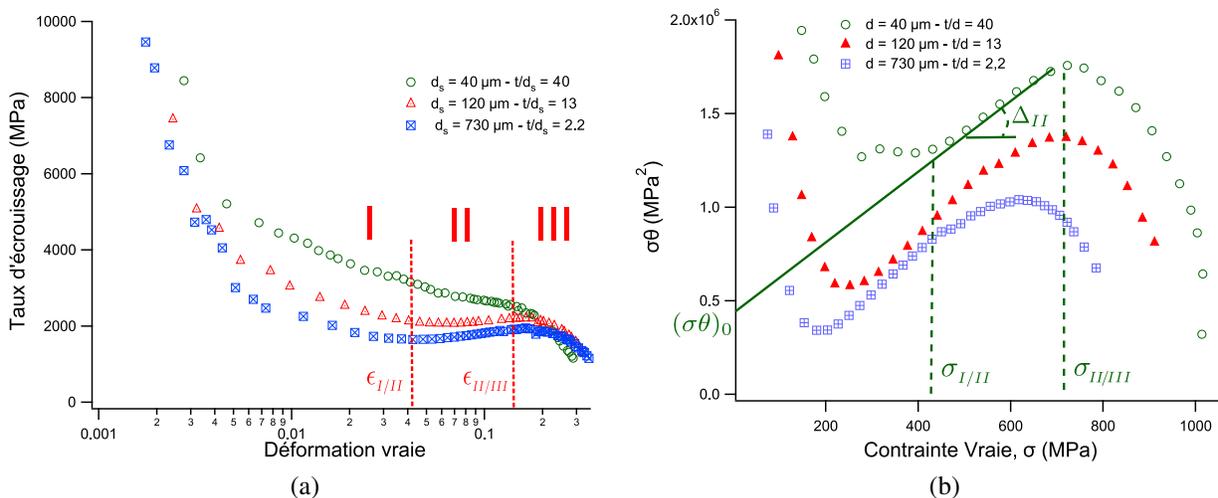


Figure 4.16: Evolution a) du taux d'écroutissage en fonction de la déformation b) de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte σ pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr, d'épaisseur de 1,6 mm et trois tailles de grains $d_s=730$, 120 et 45 μm

Les principales différences observées entre chaque courbe s'observent en stade II, aussi bien pour le taux d'écroutissage que pour la fonction $\sigma\theta$. En effet, le stade I est toujours strictement décroissant, de même que le stade III. Pour le taux d'écroutissage, le stade II passe d'une pente négative pour les tailles de grains les plus faibles à une pente positive pour les plus grandes en passant par un plateau constant pour les tailles de grains intermédiaires.

Pour la fonction $\sigma\theta$, le stade II correspond à la partie linéaire des courbes présentées figure 4.16b. Il apparaît que le niveau de contrainte de « départ » de celui-ci, σ_{III} , diminue lorsque la taille de grain augmente. En outre, la longueur de ce stade diminue également avec la taille de grain. Enfin, le début du stade III, qui se caractérise par l'activation du glissement dévié, à l'origine de la chute du taux d'écroutissage macroscopique observée sur les différentes tailles de grains évolue lui aussi avec une modification de la taille de grain.

Au même titre que la contrainte d'écoulement, il est possible de décomposer le taux d'écroutissage θ en une contribution associée à la contrainte interne X, $\theta_X = \frac{dX}{d\varepsilon}$ et une contribution associée à la contrainte effective σ_{eff} , $\theta_{eff} = \frac{d\sigma_{eff}}{d\varepsilon}$. La figure 4.17 présente le résultat de cette démarche.

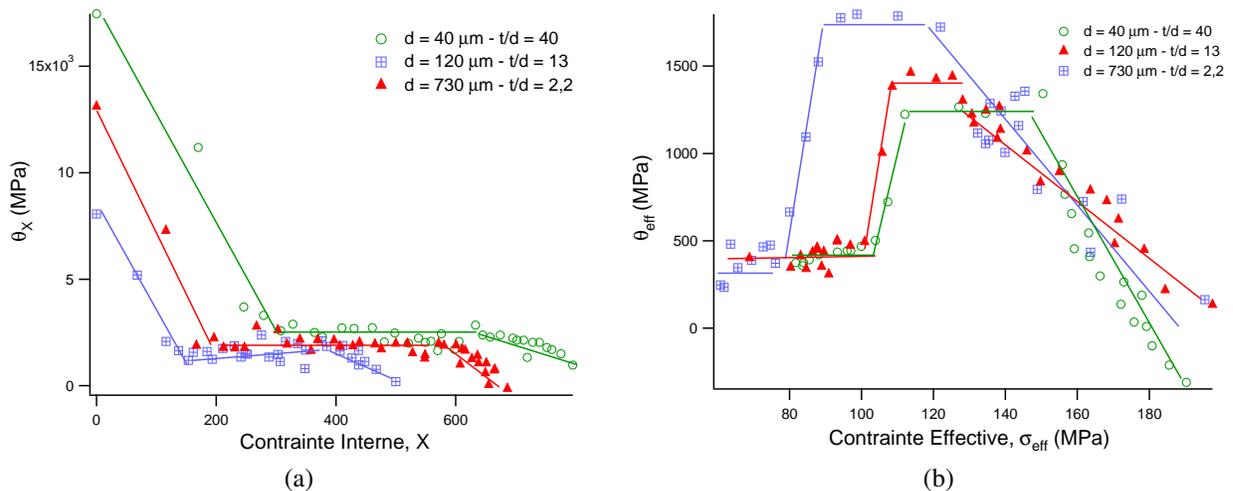


Figure 4.17: Evolution du taux d'écroutissage associé à a) X b) σ_{eff} en fonction de la contrainte respective pour différentes tailles de grain d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6mm

Indépendamment de la taille de grain, θ_X (figure 4.17a) est décroissante dans les premiers instants de l'écroutissage (stade I). Le stade II semble lui sensible à la taille de grain. S'il est constant pour les grains les plus petits, il apparaît croissant monotone pour les grains les plus importants. Enfin, le stade III est lui strictement décroissant quel que soit la taille de grain considérée.

θ_{eff} (figure 4.17b) présente une évolution comparable à celle observée pour les monocristaux sollicités en glissement simple. Le stade I est constant, d'une valeur assez faible. En stade II, θ_{eff} est toujours constante mais plus élevée que pour le stade I. La valeur de θ_{eff} semble d'ailleurs indépendante de la taille de grain. Enfin, en stade III, θ_{eff} est strictement décroissante en fonction de σ_{eff} . L'allure des courbes est insensible à la taille de grain.

Analyse des paramètres Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ du modèle théorique d'écrouissage en stade II

L'évolution du paramètre Δ_{II} (équation 4.16) en fonction de la taille de grain est présentée sur la figure 4.18a. Celui-ci augmente avec la taille de grain lorsqu'elle est inférieure à environ $190\mu\text{m}$. Au delà de cette valeur critique Δ_{II} reste constant, aux alentours de 2500 MPa. La figure 4.18b montre que le paramètre Δ_{II} est insensible au rapport t/d et qu'il n'y a pas de changement de comportement brusque en deçà d'un seuil critique de 8 grains dans l'épaisseur comme pour la loi de Hall et Petch.

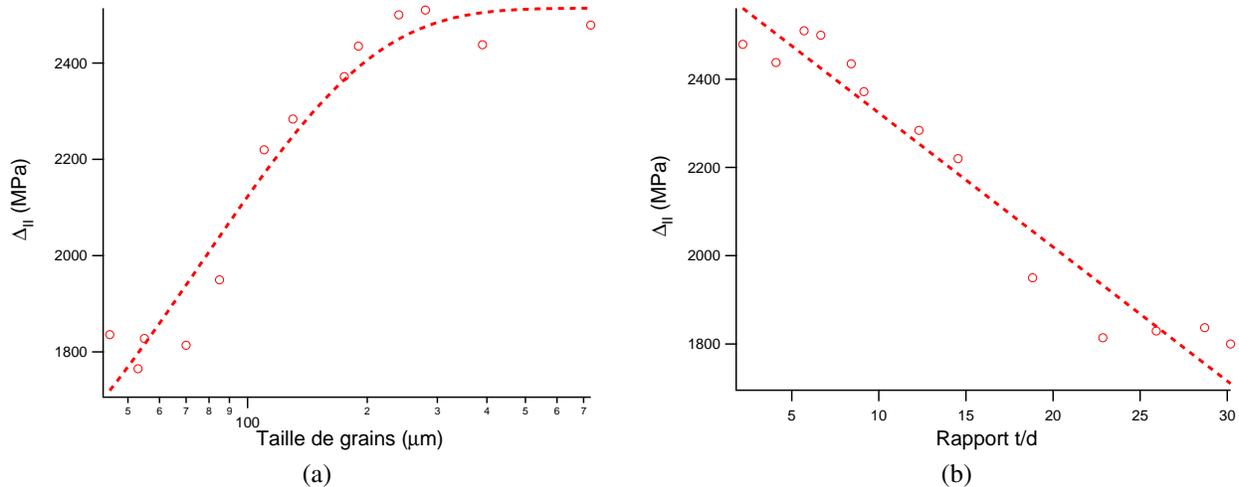


Figure 4.18: Evolution du paramètre Δ_{II} en fonction a) de la taille de grain b) du rapport t/d pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 16 mm

La figure 4.19 présente l'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ (équation 4.17) en fonction du nombre de grain dans l'épaisseur.

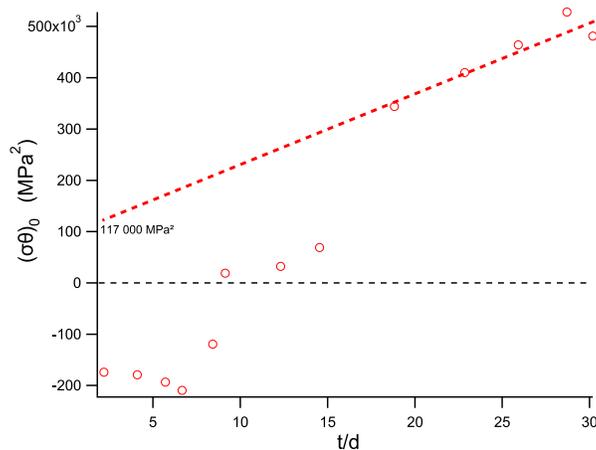


Figure 4.19: Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction de t/d

Notons que par rapport à la relation 4.17, t/d est équivalent à d^{-1} à un coefficient multiplicateur près. Ainsi, la relation linéaire existant entre l'inverse de la taille de grain (i.e. t/d) et $(\sigma\theta)_0$ est donc

bien vérifiée pour les tailles de grains les plus faibles. L'extrapolation de la droite nous donne une valeur d'ordonnée à l'origine de $117\,000\text{ MPa}^2$, bien supérieure à 0. Ce résultat est attendu compte tenu de la présence de chrome en substitution dans l'alliage Ni20wt.%Cr, de même que celle de quelques précipités d'impuretés caractéristiques d'un alliage de qualité industrielle. Ces écarts à la constitution ont un effet « durcissant » [Mecking 1977]. A cela s'ajoute bien entendu la présence des joints de grains qui écarte d'autant le matériau étudié du cas d'un monocristal idéal de dimension infinie. Le comportement observé est donc bien caractéristique d'un polycristal.

Un écart marqué à la pente initiale apparaît pour un nombre de grains dans l'épaisseur aux alentours de 14 ($d > 110\ \mu\text{m}$). Toutefois $(\sigma\theta)_0$ reste caractéristique d'un comportement polycristallin ($(\sigma\theta)_0 > 0$) bien qu'étant fortement réduite par rapport à celles observées pour $t/d > 14$. La diminution $(\sigma\theta)_0$ traduit un adoucissement de l'écroutissage. Mecking impute ce phénomène, à température ambiante, au rôle croissant joué par les surfaces libres, équivalent à celui observé dans le cas des monocristaux réels [Mecking 1977]. D'ailleurs, une transition entre un comportement polycristallin et monocristallin réel ($(\sigma\theta)_0 < 0$) apparaît pour une valeur de t/d comprise entre ≈ 9 et 8, soit une taille de grain comprise entre 175 et $190\ \mu\text{m}$. Par la suite, pour les tailles de grains supérieures à $280\ \mu\text{m}$ ($t/d = 5,7$), la valeur de $(\sigma\theta)_0$ semble se stabiliser autour de $-180\,000\text{ MPa}^2$. Cela traduit certainement la prédominance des effets de surface au détriment des effets durcissants des joints de grains. Attendu qu'aucune transition n'est observable pour Δ_{II} , l'effet de surface n'est influant que sur les incompatibilités de déformation entre grains, c'est-à-dire le paramètre k_{GND} . Plus généralement, le taux d'écroutissage θ_{II} est donc altéré pour un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à 8. Cette valeur du rapport de transition entre le comportement polycristallin et monocristallin concorde avec celui déterminé dans l'étude portant sur la loi de Hall et Petch.

Enfin, à l'aide de la pente de la partie linéaire pour les faibles tailles de grains, il est possible de déterminer la valeur du paramètre k_{GND} . Il est également possible de déterminer la valeur du paramètre β , rapport entre le libre parcours moyen et la distance inter-dislocation moyenne. Les valeurs des paramètres utilisés pour déterminer k_{GND} et β selon les équations 4.17 et 4.16 sont fournies dans le tableau 4.3.

Paramètre	Valeur	Référence
α	0,3	[Kocks et Mecking 2003, Mecking 1977]
μ à 300 K	81 300 MPa	[Calvarin-Amiri 1998]
M	3,1	Analyses EBSD (Voir paragraphe 2.2.2 et tableau 2.4)
b	0,249 nm	[Butt et Sattar 2001]
k_{GND}	3,06	Equation 4.17
β	$45 < \beta < 68$	Equation 4.16

Tableau 4.3: Valeurs des paramètres utilisés pour le calcul de k_{GND} et β selon les équations 4.17 et 4.16. Valeurs de k_{GND} et β déterminées.

Ainsi, l'équation 4.17 nous donne une valeur de k_{GND} d'environ 3,06 soit assez proche de l'es-

timation $3\pi/2$, environ 4,7, fournie par Sevillano [Sevillano 1993]. De plus, avec ces mêmes valeurs, l'équation 4.16 fournit une valeur de β comprise entre 68 et 45 pour respectivement les petites et grands diamètres de grains soit dans l'ordre de grandeur de la valeur estimée par Mecking, située aux alentours de 100 [Mecking 1977]. L'évolution de β suggère donc une modification des paramètres caractérisant les structures de dislocations au sein du matériau avec la taille de grain.

Analyse des paramètres $\varepsilon_{I/II}$, $\varepsilon_{II/III}$, $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ caractérisant le stade II

La figure 4.20a présente l'évolution de la déformation de début du stade II, $\varepsilon_{I/II}$ en fonction de la taille de grain. Le niveau de déformation marquant l'entrée en stade II diminue légèrement à mesure que la taille de grain augmente. Ce résultat est en accord avec les observations réalisées par Haddou [Haddou 2003] sur de l'acier 316L ou du nickel. Ce phénomène est par ailleurs visible sur la figure 4.16a. En outre, le graphique 4.20b présente l'évolution de $\sigma_{I/II}$ en fonction de σ_e correspondant à la limite d'élasticité conventionnelle ($\varepsilon = 0,002$). Il en ressort que le stade II débute donc au début de la déformation plastique homogène les valeurs du rapport $\sigma_{I/II}/\sigma_e$ étant relativement proches de 1. Ce rapport diminue par ailleurs avec un accroissement de la taille de grain.

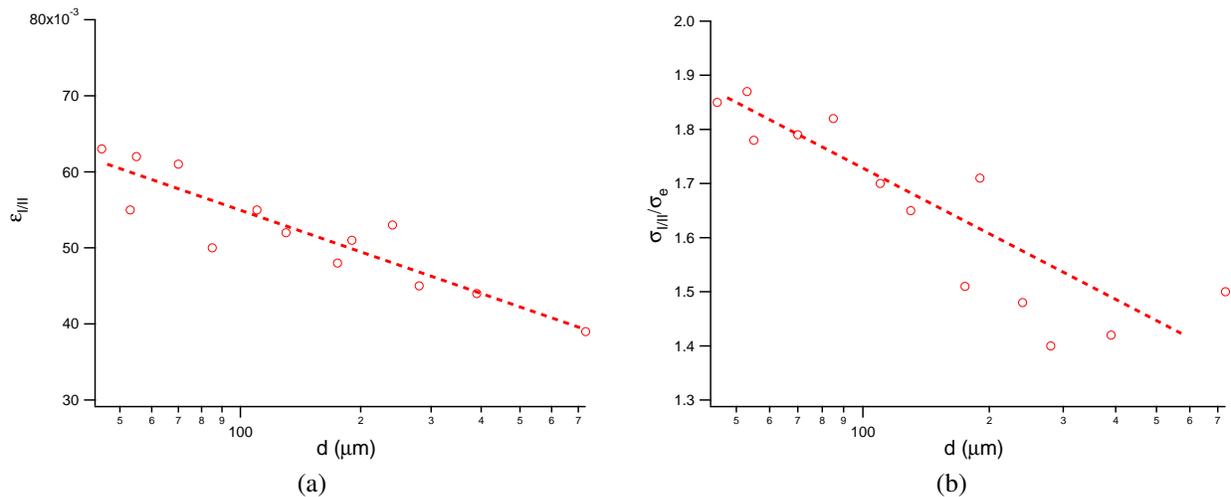


Figure 4.20: Evolution a) de la déformation de début du stade II, $\varepsilon_{I/II}$ b) de la contrainte de transition $\sigma_{I/II}$ normée par la limite d'élasticité σ_e en fonction de la taille de grain pour des échantillons d'épaisseur 1,6 mm d'alliage Ni20wt.%Cr

La figure 4.21a représente l'évolution de la contrainte de transition, $\sigma_{II/III}$, entre le stade II de durcissement et le stade III correspondant au glissement dévié généralisé. La fin du stade II est aussi une fonction de la taille de grain mais elle intervient pour un niveau de contrainte d'autant plus bas que la taille de grain est grande comme l'indique l'augmentation de $\sigma_{II/III}$. La figure 4.16a le montre également.

$\sigma_{II/III}$ diminue lorsque la taille de grain augmente, ce qui est un résultat déjà observé par Haddou *et al.* sur du nickel et un acier 316L [Haddou 2003].

La dépendance de $\sigma_{II/III}$ au nombre de grains dans l'épaisseur est présentée figure 4.21b. Pour un rapport t/d supérieur à approximativement 10, $\sigma_{II/III}$ diffère peu d'une valeur de contrainte d'écoulement située autour de 700 MPa. En dessous de ce rapport critique, la valeur de transition entre le stade II et le stade III chute rapidement.

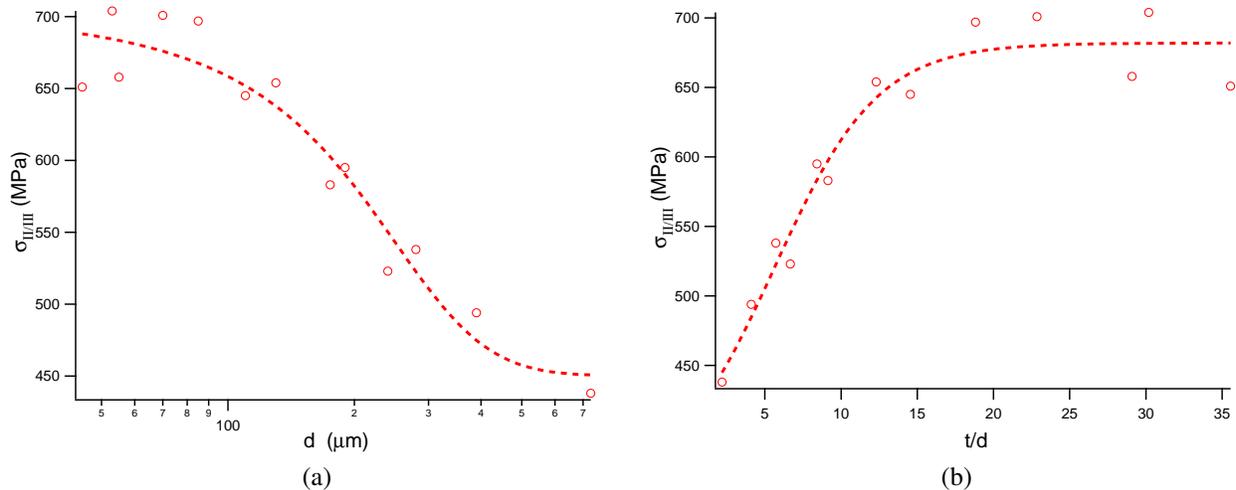


Figure 4.21: Evolution de la contrainte de transition entre le stade II et le stade III, $\sigma_{II/III}$ en fonction a) de la taille de grain b) du rapport t/d pour une alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

L'évolution de la longueur du stade II, $\Delta\varepsilon_{II}$, en terme de déformation en fonction de la taille de grain est donnée figure 4.22a. Il apparaît que la longueur du stade II est fortement dépendante de la taille de grain : plus la taille de grain augmente, plus $\Delta\varepsilon_{II}$ est important. Ces résultats sont en contradiction avec les travaux portant sur le nickel réalisés par Haddou *et al.* qui ont observé une stabilité de $\Delta\varepsilon_{II}$ avec la taille de grain [Haddou 2003] mais en accord avec ceux de Keller, toujours sur du nickel [Keller *et al.* 2009b].

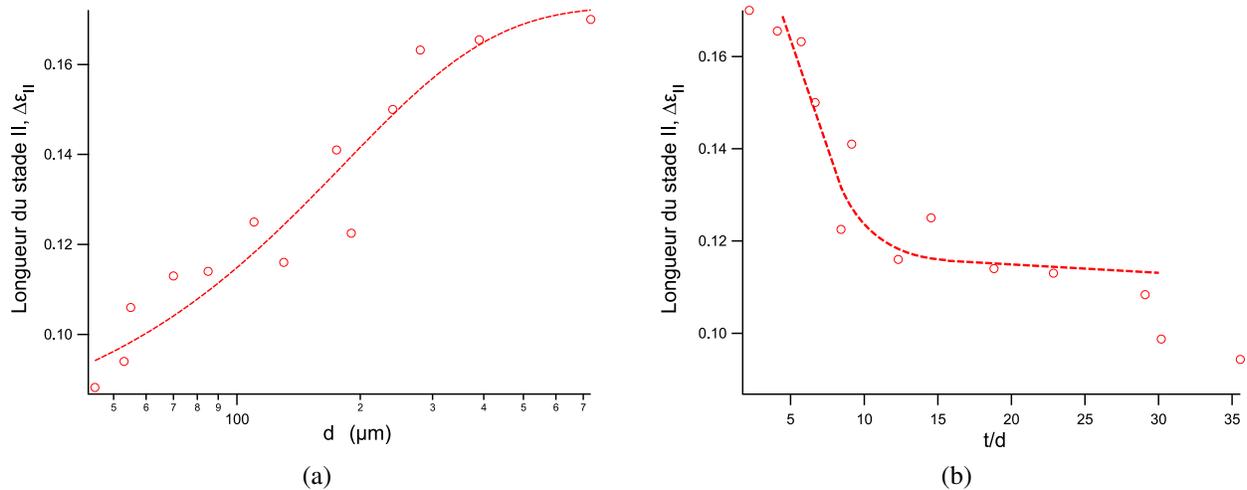


Figure 4.22: Evolution de la longueur du stade II, $\Delta\epsilon_{II}$, en fonction de a) la taille de grain b) le nombre de grain dans l'épaisseur pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

La figure 4.22b met en évidence que cette modification de la longueur du stade II est elle aussi liée au rapport t/d . En effet, on observe qu'au dessus d'une valeur critique, qu'on situe aux alentours de 10, compte tenu des incertitudes propres à ce type de mesure, $\Delta\epsilon_{II}$ est relativement stable et vaut ≈ 0.1 . En deçà de ce rapport critique, la longueur en stade II croît fortement jusqu'à atteindre 0,17 pour t/d égal à 2.

4.1.3.3 Analyse en microscopie électronique à transmission

En complément de l'étude mécanique précédente, des analyses en microscopie électronique à transmission des structures de dislocations apparaissant en stade II pour une déformation plastique de 12 % et différentes tailles de grains ont été effectuées.

La zone étudiée se situe au coeur des échantillons, soit environ à 800 μm des surfaces libres de l'éprouvette. La préparation des lames minces s'est faite selon la méthode détaillée en annexe. Les observations ont été effectuées au sein du laboratoire CRISMAT de l'ENSI Caen sur un microscope électronique à transmission Topcon 02B à 200 kV (tilt +/- 10 °).

Le tableau 4.4 récapitule les caractéristiques des échantillons sur lesquels les observations ont été réalisées.

Dénomination	d (μm)	t/d	t/w	Nombre de grain observés
A10	40	40	125	1 2
A12	185	8,6	27	9
A6	370	4,3	13,5	5

Tableau 4.4: Caractéristiques des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm observés en microscopie électronique à transmission pour un niveau de déformation plastique de 0,12.

Les micrographies 4.23a à 4.23i présentent les structures de dislocations observées sur des grains à cœur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et de différents rapports t/d.

Sur les micrographies 4.23a à 4.23c, correspondant à une taille de grain de 40μ ($t/d = 40$) et trois grains différents, on voit apparaître des amas de dislocations (figure 4.23a) ainsi que des murs denses de dislocations (figures 4.23b et 4.23c). Chronologiquement, les amas se forment avant les murs [Haddou 2003]. Ils peuvent notamment résulter du croisement de systèmes de glissement non coplanaires. A ce titre, il apparaît clairement sur la figure 4.23b que deux systèmes de glissement sont activés, ce que le jeu des contrastes laisse également deviner sur la figure 4.23a. Sur la figure 4.23c, la forte densité de dislocations empêche de distinguer clairement l'existence d'un second système de glissement activé.

Sur les micrographies 4.23d à 4.23f, correspondant à une taille de grain moyenne de $185 \mu\text{m}$ ($t/d = 8,6$) et trois grains différents, on voit également que deux systèmes de glissement sont activés (figures 4.23d et 4.23e) bien que les contrastes et la densité de dislocations soient plus faibles que précédemment. Sur la figure 4.23f, la structure de dislocations observée est plus de type amas.

Sur les micrographies 4.23g à 4.23i, correspondant à une taille de grain moyenne de $370 \mu\text{m}$ ($t/d = 4,3$) et trois grains différents, les structures de dislocations observées sont plus des microbandes avec un seul système de glissement apparemment activé pour deux grains (figures 4.23g à 4.23h). Le troisième grain (figure 4.23c) présente lui des murs et deux systèmes de glissement activés.

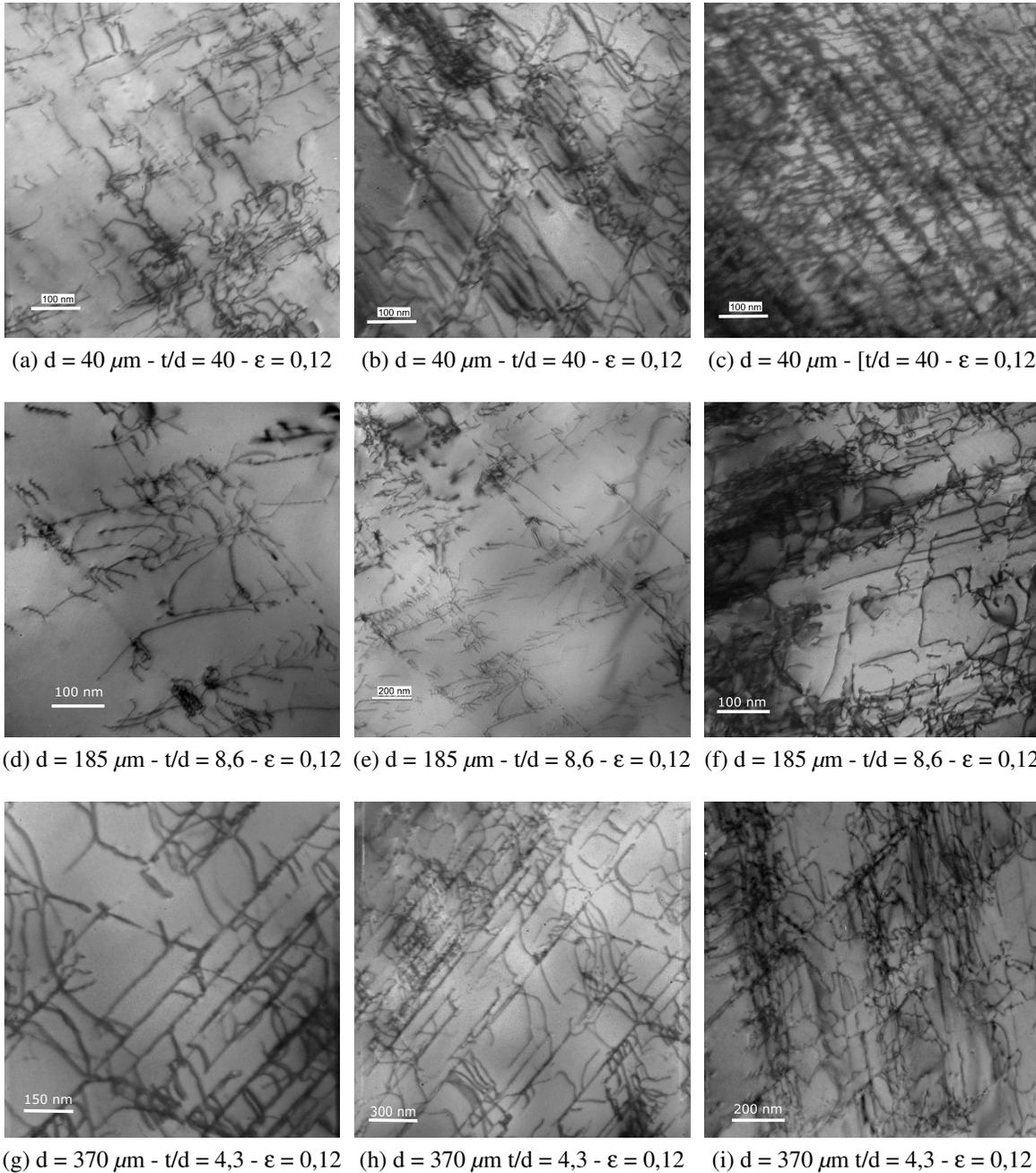


Figure 4.23: Structures de dislocations à coeur pour différents échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm déformés à $\epsilon = 0,12$ et de rapports t/d différents

Plus généralement, dès lors que des murs apparaissent et que deux systèmes de glissement sont activés, une vue élargie de l'ensemble montre une juxtaposition de parallélogrammes (visibles notamment sur la figure 4.23i) qui constituent le réseau de Taylor (voir figure 4.24).

Les arrangements de dislocations observés sont en accord avec ceux observés par Dudova *et al.* sur un alliage Ni20wt.%Cr [Dudova *et al.* 2009], de même qu'ils sont similaires à ceux rencontrés sur des aciers inoxydables austénitiques faiblement déformés [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Plus généralement, ils sont caractéristiques d'un matériau métallique de faible énergie de faute d'empilement ($\gamma_{\text{Fe-Ni20wt.\%Cr}} = 42 \text{ mJ.m}^{-2}$) déformé à température ambiante (figure 4.24) [Hughes *et Godfrey* 1998].

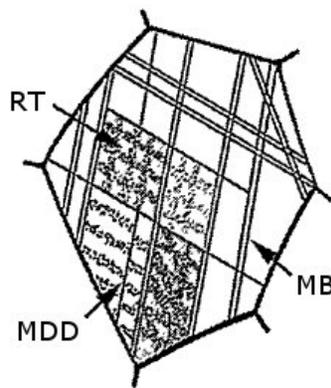


Figure 4.24: Schéma des microstructures de dislocations d'un alliage ou métal pur avec une faible énergie de faute d'empilement déformé à température ambiante. Les annotations font référence : au Réseau de Taylor (RT) ; aux Murs de Dislocations Denses (MDD) ; aux Micro Bandes (MB). [Hughes *et Godfrey* 1998]

Sur l'ensemble des grains observés et des micrographies présentées, les contrastes sont relativement uniformes, ce qui suggère que les structures de dislocations de basses énergies étudiées (réseaux de Taylor, amas...) sont de bons écrans aux divers champs de contraintes. En outre, les distributions de dislocations observées sont relativement uniformes, ce qui est une caractéristique des réseaux de Taylor et qui contraste fortement avec des structures de dislocations de type cellules dont les murs présentent une haute densité de dislocation et l'intérieur une faible densité.

Les principales caractéristiques des réseaux de Taylor utiles à leur modélisation et appuyées pour certaines par nos observations, sont les suivantes [Kuhlmann-Wilsdorf 1989] :

- l'écrantage des champs de contraintes ;
- une densité de dislocations uniformes, ordonnées parallèlement aux plans de glissement dans le réseau de Taylor ;
- les murs de dislocations délimitent des espaces d'orientations cristallines légèrement différentes (rotation). Ils constituent des zones de création de dislocations ou des obstacles à franchir pour les dislocations mobiles.

Un dernier point remarquable est l'absence de déviations notables aux intersections des plans de glissement sur les figures 4.23e et 4.23i qui laisse supposer que les deux systèmes activés sont en glissement déviés [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Par ailleurs, l'existence de quelques dislocations non alignées avec les murs sur les figures 4.23a et 4.23c peut conforter l'hypothèse de l'activation du glissement dévié. Ce fait rend envisageable la formation de nouveaux arrangements de dislocations de type cellules à des niveaux de déformation plus élevés que 12 % et donc potentiellement avant la fin du stade II. Cependant plusieurs faits nous permettent d'écarter cette hypothèse. En premier lieu, la très faible énergie de faute d'empilement de l'alliage nickel a pour effet de fortement entraver l'apparition et la généralisation du glissement dévié [Hirth et Lothe 1992, Landau et al. 2009], rendant peu probable l'apparition en grand nombre de tels arrangements complexes pour des niveaux de déformation faiblement supérieurs ($\epsilon_{II/III \max} = 0,19$ pour $d = 730\mu\text{m}$). En outre, Landau *et al.* ont mis en évidence expérimentalement l'importance du paramètre $(\mu b^2)^2/\gamma_{\text{efe}}$ sur l'apparition du glissement dévié. Il en ressort que plus ce paramètre, qui correspond à une énergie d'activation, est élevé, plus le glissement dévié est retardé. Or dans le cas de l'alliage Ni20wt.%Cr celui-ci vaut 94. A titre de comparaison, $(\mu b^2)^2/\gamma_{\text{efe}}$ pour l'or ($\gamma_{\text{efe Au}} = 40 \text{ mJ.m}^{-2}$) vaut 18. Or l'or commence à présenter des cellules de dislocations pour des déformations de l'ordre de 10 % [Tawara et al. 2003]. Enfin, les quelques observations en microscopie électronique effectuées sur des échantillons rompus ne présentent aucune cellule de dislocations comme le montre la figure 4.25.

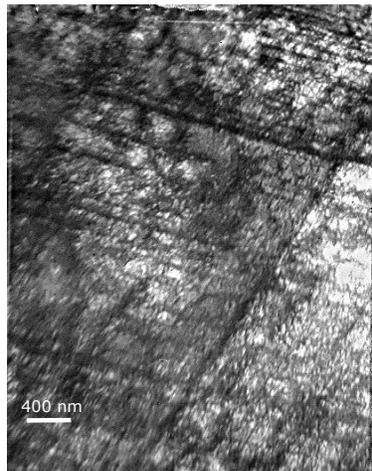


Figure 4.25: Micrographie représentative des structures de dislocations observées sur l'ensemble des échantillons rompus. Echantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, de diamètre de grain $40\mu\text{m}$.

Le type de structure de dislocations observé est indépendant de la taille de grain et est uniforme sur l'ensemble des grains déformés à 12 % de déformation plastique. Par contre il ressort clairement que l'espace inter-mur varie fortement avec le diamètre des grains. Il faut aussi noter que, qualitativement, la densité de dislocations totale par grain semble diminuer à mesure que la diamètre de grain augmente, comme le montrent les images 4.23a et 4.23i.

La figure 4.26 présente une estimation de l'évolution de l'espace inter-mur en fonction du dia-

mètre moyen des grains.

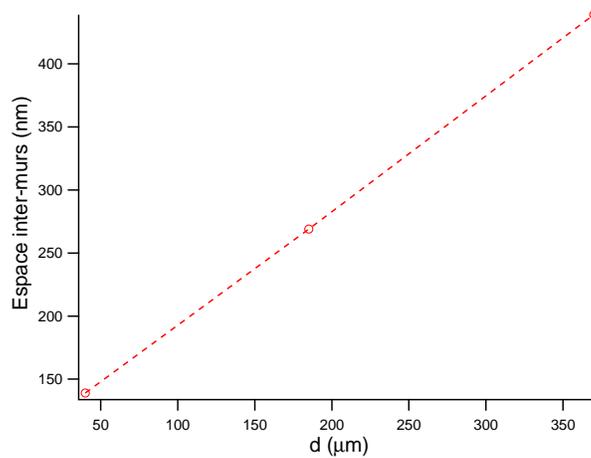


Figure 4.26: Distance inter-mur du réseau de Taylor en fonction de la taille des grains pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm déformé à $\epsilon = 0,12$.

On observe que la distance inter-murs augmente linéairement avec la taille de grain. On peut bien évidemment s'interroger sur la validité d'un tel graphique. En effet, le faible nombre de grains observés et l'erreur absolue sur les mesures de longueurs effectuées ne peuvent, au regard d'une évaluation statistiquement correcte, nous permettre d'affirmer que les effets observés sont bel et bien dus à une modification de la taille de grain ou du nombre de grains dans l'épaisseur. Cependant, il peut donner une tendance d'évolution. En outre, il est intéressant de signaler que le modèle théorique de Kuhlmann-Wilsdorf prévoit une telle relation linéaire entre le diamètre des grains et l'espace inter-murs, au moins pour les diamètres de grains les plus importants [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. En effet, Λ , le libre parcours moyen des dislocations, est au moins inférieur à la moitié de la distance séparant les obstacles structuraux aux mouvements des dislocations. En l'absence de toute structure de dislocation initiale et en imaginant une source de dislocation au centre du grain, la barrière est le joint de grain. Par conséquent, il est alors possible d'écrire : $\beta l \leq d/2$. Or, il a été montré précédemment que le taux d'écrouissage latent, Δ_{II} , et donc β (équation 4.16) est constant pour les diamètres de grains les plus élevés, l est dès lors une fonction linéaire de d. De plus, dans le cas des réseaux de Taylor, il est relativement raisonnable de considérer que l'espace moyen entre les dislocations mobiles au sein des canaux est proportionnel à l'espace inter-mur [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Par conséquent, une relation linéaire entre ce dernier et d est possible, en accord avec nos observations.

L'espace inter-dislocations mobiles minimal en fonction de la contrainte est complexe pour des structures de dislocations de type réseaux de Taylor. Cependant, en première approche, Kuhlmann-Wilsdorf propose de considérer la modélisation utilisée pour les cellules comme étant valable [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Compte tenu des remarques faites précédemment sur les caractéristiques de ces réseaux dans les matériaux c.f.c, il est possible d'écrire :

$$l_{min} \approx \frac{\alpha G b}{0,3^{1/2}(\tau - \tau_0)}$$

soit, avec $\sigma = M\tau$:

$$l_{min} \approx \frac{M\alpha G b}{0,3^{1/2}(\sigma - \sigma_0)} \quad (4.18)$$

En utilisant la contrainte de friction σ_0 déterminée au paragraphe à l'aide de la relation de Hall-Petch 4.1.2.1, M égal à 3,1, α égal à 0,3, G égal à 81 300 MPa, b égal à 247 nm, le tableau 4.5 présente les estimations de l_{min} pour les trois échantillons observés ainsi que leur comparaison avec les valeur expérimentales de l'espace inter-murs (Γ_{exp}).

Dénomination	d (μm)	$\sigma_{0,12}$ (MPa)	σ_0 (MPa) ($\sigma_0^I / \sigma_0^{II}$)	l_{min} (nm) ($(\sigma_0^I / \sigma_0^{II})$)	Γ_{exp} (nm)
A9	40	606	312 / -	127	139
A12	185	455	312 / 111	238 / 99	269
A6	370	367	312 / 111	617 / 133	439

Tableau 4.5: Estimation de la distance inter-dislocation moyenne pour trois tailles de grain différentes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, comparaison avec les espaces inter-murs mesurés.

La valeur déterminée de l_{min} pour la taille de grain la plus faible ($d = 40 \mu\text{m}$, $t/d = 40$) est du même ordre de grandeur que Γ_{exp} . Pour d égal à $185 \mu\text{m}$ ($t/d = 8,6$) il est possible de choisir entre deux valeurs de σ_0 , ce diamètre de grain correspondant au rapport t/d de transition préalablement déterminé. Ce choix de σ_0 modifie considérablement la valeur de l_{min} et la valeur de l_{min} obtenue à l'aide de σ_0^I (260 nm) est proche des valeurs de Γ_{exp} . Enfin, pour d égal à $370 \mu\text{m}$ ($t/d \approx 4$), la valeur obtenue à l'aide de σ_0^{II} est relativement éloignée de celle de Γ_{exp} obtenue à l'aide des observations en microscopie électronique à transmission. L'utilisation de σ_0^I fournit quand à elle une valeur trop importante mais plus proche de l'ordre de grandeur de Γ_{exp} . Ces résultats confirment les observations qualitatives qui sont que les zones intermurs présentent des densités de dislocations très faibles et que par conséquent, la majorité des dislocations mobiles sont dans les murs ou des zones proches. Par ailleurs, la modification de la loi de Hall-Petch et du paramètre σ_0 qui en découle semble donc changer la signification de ce dernier, qui ne peut plus être considéré comme la contrainte de friction en l'absence de joints de grains.

4.1.4 Synthèse partielle : comportement mécanique en traction à température ambiante

L'étude du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm à température ambiante pour différentes tailles de grains en traction quasi-statique et en charge décharge a permis de dégager les points suivants :

- Il existe un rapport critique du nombre de grains dans l'épaisseur en deçà duquel le comportement mécanique est modifié.
- Cette modification apparaît sur la sensibilité de l'alliage Ni20wt.%Cr à la taille de grain et se traduit par l'existence de deux régimes distincts de la loi de Hall et Petch.
- L'écrouissage est également affecté avec une transition sur le paramètre $(\sigma\theta)_0$ caractéristique d'un comportement polycristallin à un comportement monocristallin, une augmentation de la longueur du stade II et un abaissement de la contrainte de transition entre les stades II et III pour un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à une dizaine.
- Une modification des contraintes à longue distance est observée pour les rapports inférieurs à t/d égal à 8.

Au niveau des observations effectuées en microscopie électronique à transmission, les types de structures de dislocations ne diffèrent pas en fonction de ce rapport t/d , ceux-ci sont toujours de type « réseaux de Taylor ». L'écartement entre les murs de ce réseau, caractéristique de l'état de contrainte interne semble suivre l'évolution de la taille de grain, indépendamment de t/d .

Ainsi, le comportement mécanique à température ambiante d'un alliage Ni20wt.%Cr se trouve modifié dès lors que la taille de grain dépasse une certaine valeur critique. Plus précisément, l'influence du nombre de grains dans l'épaisseur semble se dessiner, au travers de celle du rapport t/d . Afin de confirmer ce fait, un complément d'étude du comportement mécanique d'éprouvettes d'épaisseurs plus faibles (0,25 mm et 0,125 mm) a été réalisé. En outre, des observations en microscopie électronique à transmission sur ces mêmes échantillons ont été également effectués. Les résultats et les conclusions de ce travail sont présentés au chapitre 5.

La suite de ce chapitre s'intéresse plus spécifiquement à l'impact sur le comportement mécanique à chaud de l'existence de la transition de comportement observé. En effet, l'alliage Ni20wt.%Cr est abondamment utilisé pour sa bonne tenue mécanique en température, notamment comme pont résistif sur des déclencheurs d'airbag et à notre connaissance seule une étude s'est intéressée au comportement en fluage d'un superalliage à base nickel en fonction du nombre de grains dans la section [Baldan 1997]. Les résultats présentés dans le paragraphe suivant sont ceux obtenus sur des essais de traction monotone sur des échantillons d'épaisseur 1,6 mm et de rapport t/d tels qu'ils appartiennent aux deux régimes distincts de la loi de Hall-Petch. Les résultats et l'analyse des premiers essais de fluage sont quant à eux présentés dans annexe A.

4.2 Comportement mécanique en température

4.2.1 Caractéristiques du comportement mécanique à chaud d'un alliage c.f.c.

En général, la ductilité d'un matériau augmente avec la température mais de nombreuses exceptions existent. Ainsi, certains métaux ou alliages à structure cubique à faces centrées présentent une perte de ductilité dans un domaine de température plus ou moins large. C'est le cas notamment de l'alliage Ni20wt.%Cr comme le montre la figure 4.27.

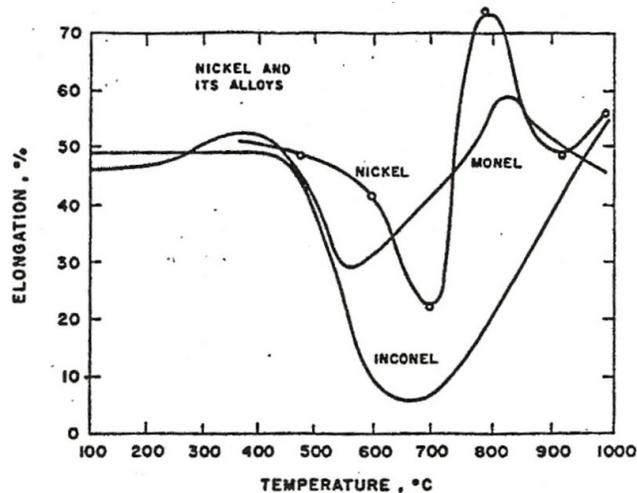


Figure 4.27: Trou de ductilité observé dans les alliages nickel. [Calvarin-Amiri 1998]

Dans la pratique, ces zones sont « interdites » d'utilisation ou à surveiller pour la mise en forme et l'utilisation du matériau. Celles-ci s'avéreront évidemment d'autant plus gênantes qu'elles seront étendues ou nombreuses. Cette perte peut s'expliquer parfois par une apparition de fissures intergranulaires à la surface, favorisant une rupture précoce. Plusieurs paramètres peuvent influencer conjointement sur la ductilité :

la température à laquelle est réalisée l'essai. En effet, celle-ci permet par exemple l'activation de certains mécanismes de déformation comme le glissement intergranulaire [Raschinger 1952] ou des mécanismes à l'origine de modifications de la microstructure comme la recristallisation dynamique ou la mise en ordre. Marucco met ainsi en évidence la compétition entre les mécanismes de déformation et d'ordonnement dans le cas d'alliage à base nickel [Marucco et Nath 1988].

la vitesse de déformation qui dépend étroitement du domaine de température considéré, ainsi que du type d'essai réalisé. Les essais de fluage l'illustrent bien puisqu'à contrainte constante la vitesse de déformation peut varier fortement pour différentes températures. Pour les températures supérieures à $0,3 T_f$, soit 420 °C dans le cas de l'alliage Ni20wt.%Cr, de nombreux métaux c.f.c. voient leur ductilité améliorée lorsque la vitesse de déformation augmente [Ashby 1970].

la taille de grains joue évidemment un rôle sur les propriétés mécaniques en température. Son effet dépend toutefois de la sollicitation mécanique considérée. En outre, son influence est soumise aujourd'hui encore à interprétation. Pour la tenue mécanique en traction, certains auteurs affirment que la diminution des points triples, donc des tailles de grains importantes, détériore la tenue mécanique en température. En effet, ces points limiteraient la propagation de fissures. En outre, de petits grains favoriseraient la recristallisation dynamique en accélérant la vitesse de recristallisation [Calvarin-Amiri 1998]. En fluage, la multiplication des points triples, donc de petits grains, serait néfaste puisqu'ils constituent des points de germination des cavités lors du glissement intergranulaire, qui apparaît pour les températures les plus élevées. Une faible taille pourrait aussi favoriser la localisation de la déformation aux

jointes et favoriser la rupture intergranulaire [Calvarin-Amiri 1998].

l'atmosphère ou **la composition chimique** sont également des paramètres parmi d'autres pouvant jouer un rôle non négligeable sur le comportement mécanique en température d'un alliage [Calvarin-Amiri et al. 2001, Dieter 1986, Maehara et Ohmori 1984, Taplin et al. 1984].

En conclusion, le creux de ductilité, et plus généralement le comportement en traction monotone à chaud d'un alliage est le fruit de processus de déformation existants à température ambiante auxquels s'ajoute la compétition entre plusieurs mécanismes qu'il est possible de regrouper en deux groupes aux effets antagonistes [Perrot-Simonetta et Kobylanski 1995] :

- des mécanismes de fragilisation comme la ségrégation des sulfures, les précipitations, le glissement intergranulaire...
- des mécanismes améliorant la ductilité comme la déségrégation des sulfures, la dissolution des précipités, l'apparition de joints de grains dentelés, la recristallisation dynamique, la migration des joints de grains...

Ainsi, la plupart des lois d'écrouissage, s'appuyant principalement sur l'évolution des structures de dislocations pour expliquer l'évolution de taux d'écrouissage, sont considérées comme valables jusqu'à des températures de l'ordre de $0,4 T_f - 0,5 T_f$. Au delà, les processus de déformation sont sensiblement différents et il n'est plus possible de considérer être dans un cadre équivalent. Cependant, il est tout à fait possible d'identifier, sous couvert de bonnes hypothèses, certains paramètres.

Les échantillons étudiés pour les essais de traction quasi-statique à température ambiante et en fluage sont présentés dans le tableau suivant. Ceux-ci ont été sélectionnés selon leur rapport t/d de telle sorte qu'ils appartiennent aux deux régimes distincts du comportement en écrouissage et de la loi de Hall-Petch mis en évidence précédemment à température ambiante.

Dénomination	d (μm)	t/d	t/w	Températures d'essai de traction ($^{\circ}\text{C}$)
A10	40	40	125	-70, -20, 0, 20 (ambiante), 50, 75, 150, 200, 300, 400, 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800, 900
A5	370	4,3	13,5	-70, -20, 0, 20 (ambiante), 200, 300, 400, 500, 600, 700, 750, 800, 850, 900

Tableau 4.6: Caractéristiques microstructurales des échantillons utilisés pour l'étude du comportement mécanique à chaud de l'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.

4.2.2 Comportement mécanique quasi-statique en traction

4.2.2.1 Généralités

La figure 4.28 présente l'évolution de la contrainte d'écoulement pour un panel de cinq températures différentes ($T = -70\text{ }^{\circ}\text{C}$, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$) et deux tailles de grains, d égal à $370\text{ }\mu\text{m}$ et $40\text{ }\mu\text{m}$. A noter que la déformation s'étend jusqu'à un niveau de ϵ égal à 1 pour d égal à

40 μm et T égal à 900 °C mais que pour des raisons de commodité, le graphique a été tronqué.

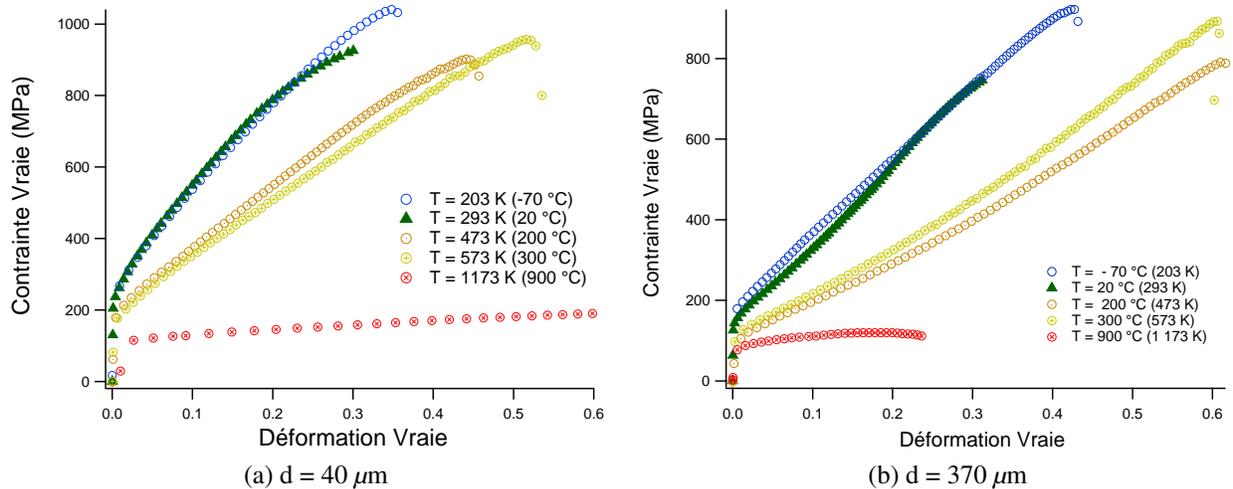


Figure 4.28: Courbes de traction pour 5 températures différentes et deux tailles de grains : a) 40 μm b) 370 μm

On observe que la contrainte d'écoulement s'abaisse à mesure que la température augmente, à l'inverse de l'allongement à rupture qui augmente. En outre, le taux d'érouissage ne semble pas à première vue être affecté par l'augmentation de la température sauf pour T égal à 900 °C mettant en évidence une modification éventuelle des mécanismes de déformation.

Par ailleurs, il apparaît que diminuer la taille de grain augmente très sensiblement l'allongement à rupture puisque pour une même température de 900 °C, celui-ci passe de ϵ égal à 0,25 pour un diamètre de grain de 370 μm à ϵ égal à 1,06 pour d égal à 40 μm . Il en va ainsi sur toute la gamme de températures d'essai dès lors que T est supérieure à 200 °C (473 K). Ce résultat est en bon accord avec les observations effectuées par Woo *et al.* sur un alliage c.f.c. de Al-4Mg-0,4Sc à une température de 450°C, pour des tailles de grains comprises entre 67 μm et 100 μm [Woo *et al.* 2003].

La figure 4.29 présente l'évolution de la déformation à rupture, ϵ_{rupt} en fonction de la température.

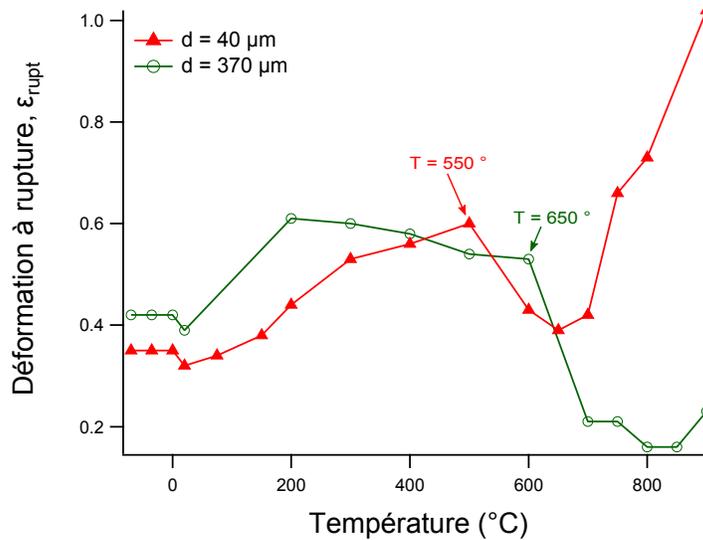


Figure 4.29: Evolution de la déformation à rupture, ϵ_{rupt} en fonction de la température pour deux tailles de grains sur des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

Pour les deux tailles de grains, l'allongement à rupture ne varie pas ou peu pour des températures comprises entre -70 °C et 20 °C avant d'augmenter sensiblement lorsque la température est égale à 200 °C . L'allure des courbes obtenue est sensiblement la même pour les deux diamètres de grains. Pour un diamètre de grain de $40\text{ }\mu\text{m}$, l'allongement à rupture augmente sensiblement dès que la température atteint 200 °C ($\epsilon_{rupt} = 0,45$) puis croît lentement jusqu'à ϵ_{rupt} égal à $0,6$ pour T égal à 550 °C . Pour d égal à $370\text{ }\mu\text{m}$, ϵ_{rupt} décroît légèrement de $0,6$ pour T égal à 200 °C à $0,5$ pour T égal à 650 °C . Passé ces points, les différences entre les courbes se font plus marquées :

$d = 40\text{ }\mu\text{m}$, ϵ_{rupt} chute fortement jusqu'à une valeur de $0,39$ atteinte pour T égal à 650 °C avant de croître à nouveau de façon très forte jusqu'à $1,02$ pour T pour 900 °C

$d = 370\text{ }\mu\text{m}$, ϵ_{rupt} chute brusquement à $0,16$ pour T égal à 800 °C puis augmente légèrement jusqu'à ϵ_{rupt} égal $0,23$ pour T égal à 900 °C

Ainsi, le trou de ductilité présenté 4.27 est bien observé pour l'alliage Ni20wt.%Cr. Toutefois, sa température d'apparition ainsi que la chute observée de ϵ_{rupt} semble fortement dépendante de la taille de grains.

Les températures correspondant au trou de ductilité (650 °C et 800 °C) coïncident avec les changements notables d'écrouissage observés sur les courbes de traction, ce qui suggère une modification des mécanismes de déformation. Cela est d'ailleurs en bon accord avec les travaux de Dudova *et al.* qui établissent la température de transition autour de 700 °C pour un alliage Ni20wt.%Cr [Dudova *et al.* 2009]. En dessous de la valeur critique, le mécanisme de déformation est de type diffusion d'atomes de nickel en « tunnel » (*pipe diffusion*) dans une solution solide de Ni-20%Cr, au delà il s'agit d'un mécanisme de montée des dislocations contrôlé par la diffusion des atomes de nickel dans la solution solide. Par ailleurs, Dudova *et al.* mettent en évidence l'existence d'un mécanisme de déformation avec seuil de contrainte à l'instar de celui existant pour les alliages dis-

persoïdes. Leurs observations en microscopie électronique à transmission ne mettant en évidence aucune particule de taille supérieure à 7 nm, ils s'appuient sur l'existence probable de zones d'ordre à courte distance pour expliquer ce comportement jusqu'à une température de 700 °C. Au delà, des barrières de type Lomer-Cottrell expliqueraient le comportement observé et la différence de la valeur de contrainte seuil. Cependant, ils n'ont pu observer aucune zone d'ordre directement [Dudova et al. 2009]. Marucco et Nath avancent également l'hypothèse d'une compétition entre les mécanismes de déformation et les mécanismes de recristallisation, voire de mise en ordre, opérant à ces températures [Marucco et Nath 1988]. Cependant, nos essais en DSC révèlent que l'ordre au sein de l'alliage Ni20wt.%Cr n'est plus stable au delà d'une température d'environ 570 °C pour l'épaisseur 1,6 mm (figure 2.12a). Ceci est donc en contradiction avec la persistance d'une valeur de contrainte seuil identique jusqu'à 700 °C due à de l'ordre à courte distance. De plus, au cours de nos essais mécaniques, les éprouvettes ne sont mises en charge qu'après avoir été stabilisées une heure à la température de consigne. Or, on observe bien une transition de comportement pour une température aux environs de 700 °C. Enfin, l'analyse plus précise des résultats obtenus révèle une modification de la température de transition en fonction du diamètre de grain qui n'est pas expliquée simplement par l'existence de l'ordre à courte distance. Par ailleurs l'ampleur de ce trou de ductilité en fonction de d n'est pas non plus expliqué. Une hypothèse éventuelle serait que si l'ordre est effectivement responsable du comportement observé, les zones d'ordre à courte distance se formeraient principalement aux abords des joints de grains. En conclusion sur ce point, une étude plus approfondie semble nécessaire afin d'expliquer plus précisément les mécanismes de déformation à l'œuvre et la transition observée.

Par conséquent, l'étude suivante se limite aux températures inférieures ou égales à 600 °C, en deçà de la température de transition des mécanismes de déformation.

4.2.2.2 Evolution de l'érouissage en température

La figure 4.30 présente un exemple d'évolution du taux d'érouissage en fonction de la contrainte vraie ainsi que les grandeurs utilisées dans la suite dans ce paragraphe : σ_v la contrainte de « mise à l'échelle », $\theta_{\text{Deb II}}$, qui est le taux d'érouissage marquant l'entrée en stade II (à ne pas confondre avec θ_{II} , utilisé précédemment, qui est le taux d'érouissage en stade II). La définition des trois stades d'érouissage est rappelé sur cette même figure.

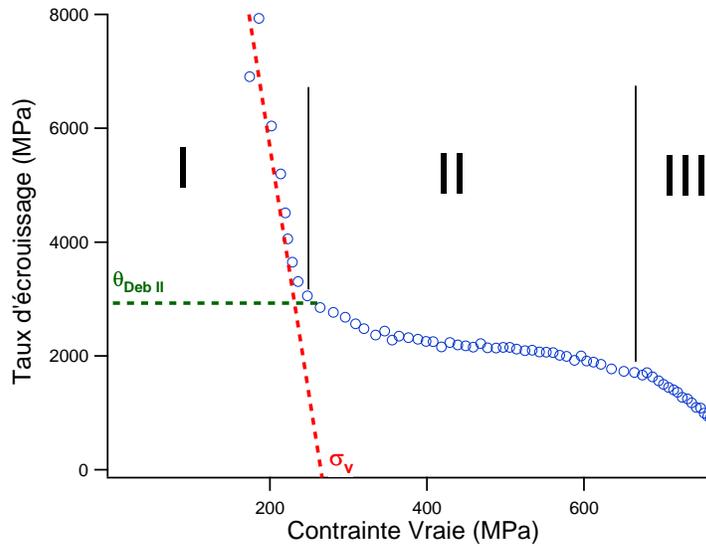


Figure 4.30: Exemple d'évolution du taux d'érouissage en fonction de la contrainte vraie et valeurs caractéristiques relevées.

Par ailleurs, l'évolution du module de cisaillement en fonction de la température pour un alliage Ni20wt.%Cr est donnée par la relation suivante [Calvarin-Amiri 1998] :

$$\mu = \mu_0 \left(1 + \frac{T - 300}{T_M} \frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT} \right) \quad (4.19)$$

avec T_M la température de fusion (1 673 K), μ_0 le module de cisaillement à 300 K (81 300 MPa) et $\frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$ égal à -0,5 [Calvarin-Amiri 1998]. Il est alors commode de normer le taux d'érouissage Θ , qui est une fonction de μ , par ce dernier.

La figure 4.31 présente l'évolution du taux d'érouissage normé par le module de cisaillement en fonction de la contrainte vraie pour différentes températures et deux tailles de grains.

Pour d égal à 40 μm , le taux d'érouissage est purement décroissant et ce quelle que soit la température considérée. L'augmentation de celle-ci semble toutefois diminuer la déclivité du stade II, c'est-à-dire pour la portion de courbe comprise entre σ/μ égal à $4 \cdot 10^{-3}$ et 8 à $12 \cdot 10^{-3}$ en fonction de la température. Pour d égal à 370 μm , θ est décroissant jusqu'à un minimum pour σ/μ situé aux alentours de $1 \cdot 10^{-3}$ avant d'augmenter à nouveau jusqu'à un maximum compris entre 7 et $10 \cdot 10^{-3}$ selon la température considérée puis de chuter brutalement jusqu'à la rupture. L'effet le plus notable de la température est de translater les courbes d'érouissages et ce pour les deux tailles de grains étudiées, en accord avec les travaux de Kocks et Mecking [Kocks et Mecking 2003].

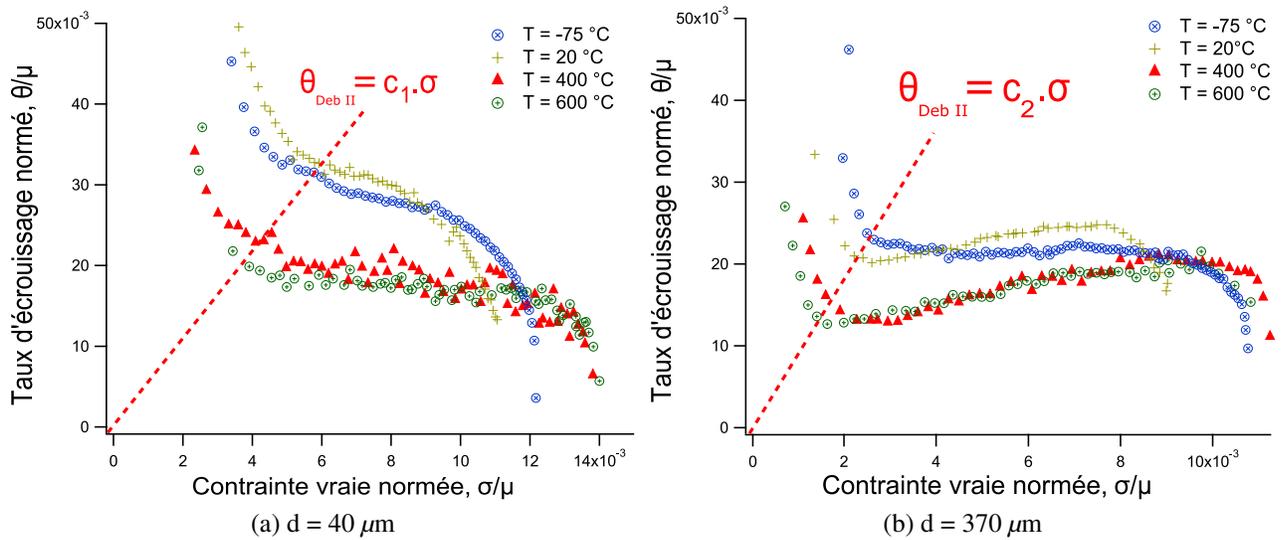


Figure 4.31: Taux d'érouissage normé par le module de cisaillement en fonction de la contrainte vraie pour différentes températures et deux tailles de grains pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

Les droites hachurées visibles sur les figures 4.31a et 4.31a matérialisent une relation linéaire existant entre le taux d'érouissage d'entrée en stade II et la contrainte associée. Ce type de relation se retrouve expérimentalement sur un nombre important d'alliages [Kocks et Mecking 2003]. A titre indicatif, compte tenu de la grande dispersion des points, les valeurs des coefficients directeurs des droites sont c_1 égal à 3,5 et c_2 égal à 8. La taille de grains semble donc influencer sur la valeur du coefficient c . Ceci peut s'expliquer en partie par le fait que celui-ci est extrêmement sensible aux modifications de texture microstructurale [Kocks et Mecking 2003, Sevillano 1993]. Or, les densités maximales de pôles relevées sur les figures de pôles entre les échantillons de diamètre de grain 40 μm et 370 μm sont respectivement de 1,97 et 5,79.

Par ailleurs, l'existence de cette relation de proportionnalité démontre que la dépendance à la température et à la vitesse de déformation du stade II est sensiblement la même que celle du stade I, aucun mécanisme de déformation thermiquement activé supplémentaire n'est nécessaire [Kocks et Mecking 2003]. L'étude du stade II, de façon analogue à celle mise en place par Kocks et Mecking pour le stade I est alors possible. Il s'avère en outre que le paramètre « normatif », σ_v nous semble moins sensible au changement de dispositifs expérimental que $\theta_{\text{Deb II}}$.

La figure 4.32 présente l'évolution de θ en fonction de la contrainte vraie normée par σ_v pour différentes températures et deux tailles de grains.

4. Etude du comportement mécanique d'une épaisseur

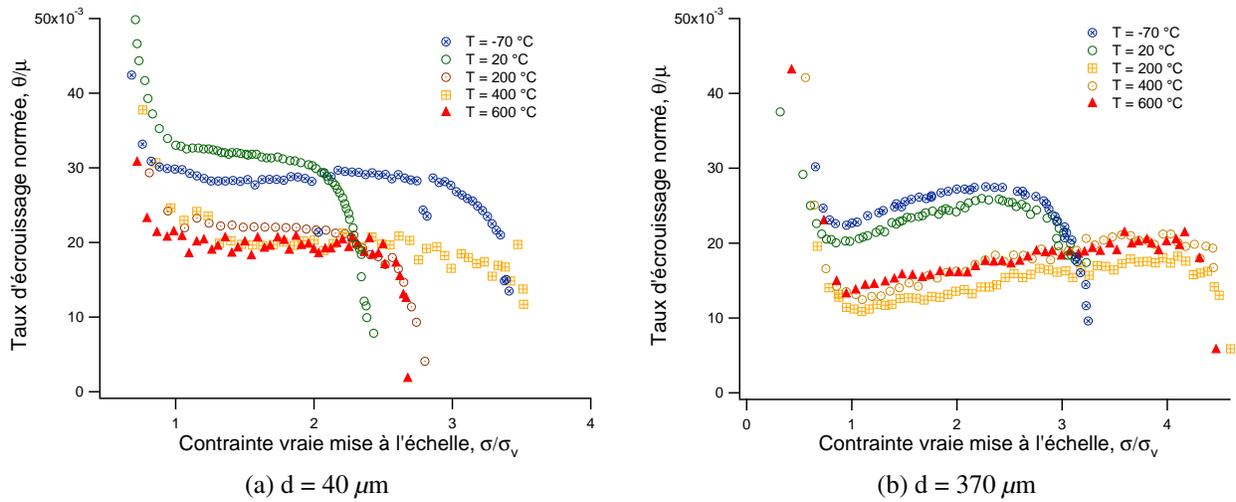


Figure 4.32: Taux d'érouissage en fonction de la taille de grain pour différentes température et pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

D'une façon générale, lorsque la température augmente, le taux d'érouissage diminue, quelle que soit la taille de grains. Ceci est en accord avec les multiples observations effectuées sur divers métaux et alliages qu'il s'agisse de monocristaux ou de polycristaux [Kocks et Mecking 2003, Seviliano 1993]. De plus, θ est plus élevé pour une faible taille de grain, ce qui est un constat déjà effectué pour le comportement à température ambiante.

Par ailleurs, il apparaît que le stade I des courbes normées peut être confondues avec une bonne approximation. En outre, l'allure des courbes en stade II peut être représentée par une courbe maîtresse. De plus, le stade II démarre pour un niveau de contrainte sensiblement équivalent pour toutes les températures, confirmant ainsi la relation linéaire observée précédemment. Ainsi les mécanismes physiques à l'origine de la déformation en fin de stade I, comme en début du stade II, sont sensibles à la température. Ces diverses observations sont en accord avec les travaux de Kocks *et al.* [Kocks et Mecking 2003]. L'équation d'Arrhenius suivante permet donc de déterminer l'énergie d'activation de ces mécanismes [Kocks et Mecking 2003] :

$$\Delta G = A \cdot \ln\left(\frac{\sigma_0}{\sigma_v}\right) \quad (4.20)$$

avec A une constante matériau. Il vient alors que :

$$\Delta G = kT \cdot \ln(\dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}) \quad (4.21)$$

Il est alors possible d'écrire la relation suivante [Kocks et Mecking 2003] :

$$\frac{\sigma_v}{\mu} = \frac{\sigma_{v0}}{\mu_0} \left[1 - \left(\frac{1}{g_0} \frac{kT}{\mu b^3} \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}}\right) \right)^{1/2} \right]^2 \quad (4.22)$$

avec g_0 l'ordonnée à l'origine d'une fonction g [Kocks et Mecking 2003].

La figure présente la variation de $\frac{\sigma_v}{\mu}$ en fonction de la fonction $[(\frac{1}{g_0} \frac{kT}{\mu b^3} \ln(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}}))]^{1/2}$ pour les deux tailles de grains. Les valeurs expérimentales obtenues par Kocks [Kocks et Mecking 2003] pour le nickel ont également été reportées.

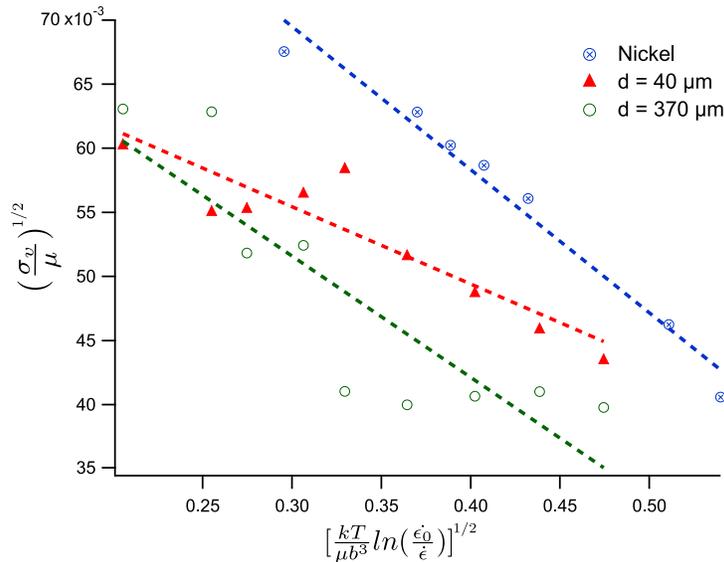


Figure 4.33: Evolution de $\frac{\sigma_v}{\mu}$ en fonction de $[(\frac{1}{g_0} \frac{kT}{\mu b^3} \ln(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}}))]^{1/2}$ pour alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et deux tailles de grains, $d = 40 \mu\text{m}$ et $d = 370 \mu\text{m}$, ainsi que les données obtenues pour du nickel d'après [Kocks et Mecking 2003].

Si l'on considère l'équation 4.22 comme valide, il est possible d'effectuer une régression linéaire pour les valeurs obtenues sur les deux tailles de grains. Les résultats obtenus sont figurés en pointillés sur la figure 4.33. Il en ressort que la taille de grain influe peu sur l'énergie d'activation des mécanismes physiques. En effet, les valeurs des ordonnées à l'origine, $(\frac{\sigma_v}{\mu})_0$ sont respectivement de 0,080 pour une taille de grain de $370 \mu\text{m}$ et 0,073 pour d égal à $40 \mu\text{m}$. Ces grandeurs sont en outre comparables à celles observées pour le nickel ($(\frac{\sigma_v}{\mu})_0 = 0,102$). Toutefois, Kocks observe une augmentation de $(\frac{\sigma_v}{\mu})_0$ lorsque l'énergie de faute d'empilement diminue, ce que nous n'observons pas en comparant nos données aux leurs.

Ces diverses observations laissent donc supposer qu'il n'apparaît pas de régime mécanique spécifique en température autres que ceux observés à température ambiante lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est en deçà d'une valeur critique.

Les résultats obtenus en température suggèrent donc qu'il est possible d'utiliser des méthodes de mises à l'échelle dans le but de prévoir le comportement à chaud *a priori* [Kocks et Mecking

2003]. Il reste ainsi à analyser l'évolution des paramètres spécifiques au stade II. La figure 4.34a présente l'évolution du paramètre Δ_{II} (équation 4.16) en fonction de la température pour les deux tailles de grains.

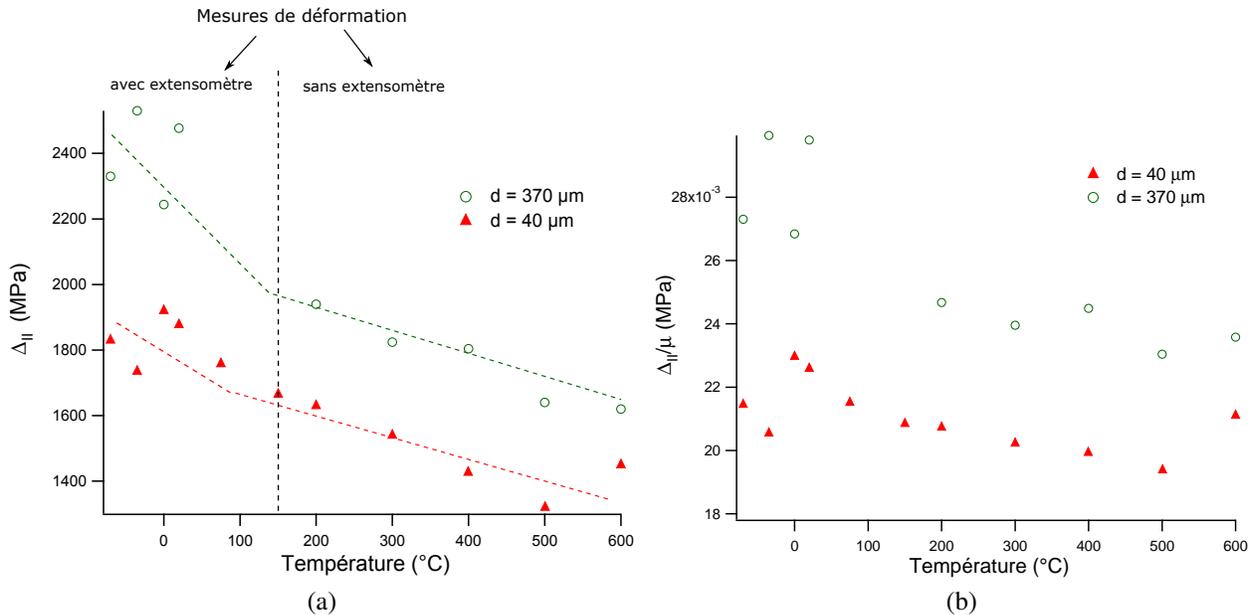


Figure 4.34: Evolution des paramètres (a) Δ_{II} et (b) Δ_{II}/μ en fonction de la température pour deux tailles de grains.

Δ_{II} diminue linéairement lorsque la température augmente, ce qui est conforme à l'équation 4.16 puisque le module de cisaillement μ est lui même une fonction linéaire décroissante de la température comme l'indique l'équation 4.19. Il existe donc une relation linéaire entre Δ_{II} et $\mu(T)$. Toutefois, les changements apportés aux moyens de mesure (dus à l'utilisation de matériels d'essais différents selon la température désirée) sont la cause probable de la modification significative du comportement pour les températures inférieures à 150 $^{\circ}\text{C}$.

La figure 4.34b présente l'évolution de Δ_{II} normée par le module de cisaillement $\mu(T)$. Cela met en évidence une légère décroissance de Δ_{II} en fonction de la température ce qui est possiblement dû à une évolution, faible, de β avec la température comme le suggère Mecking [Mecking 1977]. Cette faible variation ainsi que l'ordre de grandeur de Δ_{II}/μ sont par ailleurs en bon accord avec les observations effectuées sur des polycristaux d'argent, de cuivre et d'aluminium [Mecking 1977]. Il apparaît ainsi que, indépendamment de la taille de grains, l'évolution du module de cisaillement en fonction de la température est à l'origine des changements constatés sur Δ_{II} .

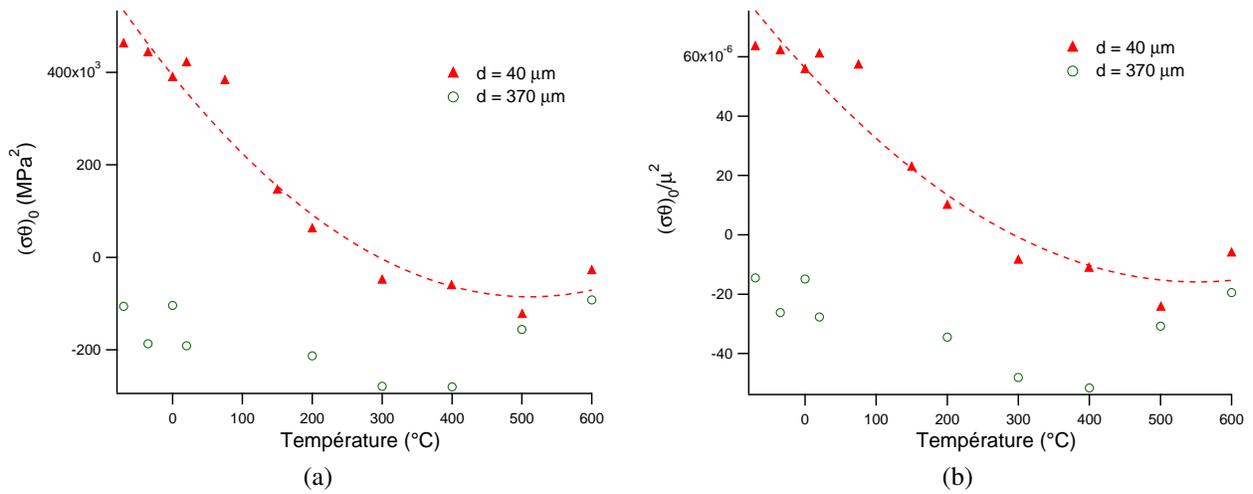


Figure 4.35: Evolution des paramètres (a) $(\sigma\theta)_0$ et (b) $(\sigma\theta)_0/\mu$ en fonction de la température pour deux tailles de grains.

$(\sigma\theta)_0$ (figure 4.35) diminue également en fonction de la température. En outre, il apparaît que le paramètre μ n'est pas à l'origine de la diminution de $(\sigma\theta)_0$, ou du moins de façon très peu marquée, puisque le comportement de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ est similaire à celui de $(\sigma\theta)_0$. De fait, il semble nécessaire de considérer dans l'équation 4.14 que le paramètre de restauration dynamique jusqu'ici négligé à température ambiante en stade II doit être pris en compte pour les températures considérées. Ainsi, $(\sigma\theta)_0$ devient :

$$(\sigma\theta)_0 = \frac{\alpha^2 \mu^2 M^3 k_{GND} b}{2d} + f(P, T, \dot{\epsilon}, s_i) \quad (4.23)$$

Or dans la fonction f , les paramètres $\dot{\epsilon}$ et s_i sont *a priori* constants. En effet, la vitesse de déformation est fixée et identique pour tous les essais. s_i représente le type de structures de dislocations rencontrées au sein du matériau. Or, les variations observées sur Δ_{II} ne semblent être due qu'à l'évolution de μ , impliquant que β reste constant, cela suggère que les structures de dislocations restent identiques. Ce résultat est concordant avec les travaux de Blum [Blum 1993]. Par ailleurs, les observations en microscopie électronique à transmission effectuées par Dudova *et al.* sur un alliage Ni20wt.%Cr confirme qu'en deçà de 600 °C, les structures observées sont identiques à celles observées à température ambiante (réseaux de Taylor) [Dudova *et al.* 2009]. L'effet de la température est bien plus marqué sur les échantillons à petites tailles de grains puisque $(\sigma\theta)_0$ passe progressivement d'une valeur positive ($\approx 460\,000\text{ MPa}^2$ pour T égal à -70 °C) pour des températures inférieures à 200 °C à une valeur négative pour les températures au delà, avec un minimum d'environ $-125\,000\text{ MPa}^2$ pour T égal à 500 °C. L'effet durcissant des dislocations notamment de celles géométriquement nécessaires est affaibli par un phénomène de restauration dynamique. Cela peut s'expliquer par l'augmentation de la mobilité des dislocations due à l'apport d'énergie favorisant en cela l'élimination des dipôles. A ce titre, la figure 4.36 présente l'évolution de la déformation de début du stade II en fonction de la température pour les deux tailles de grains.

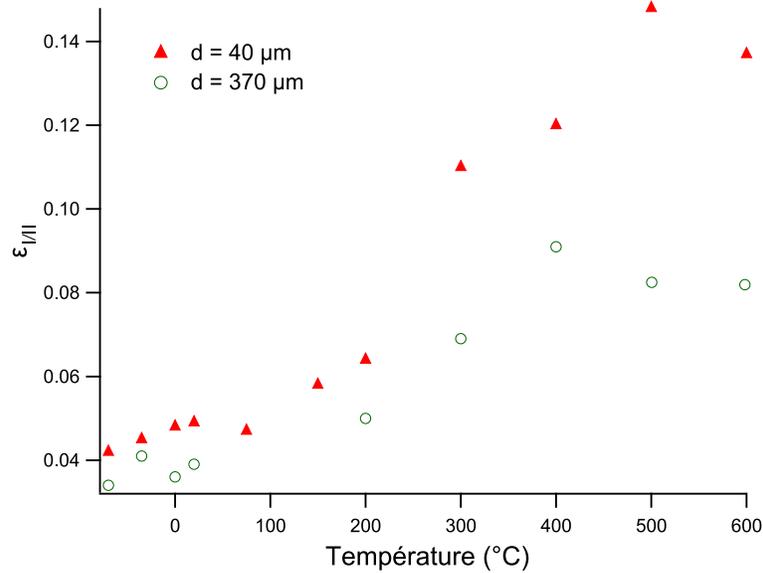


Figure 4.36: Evolution de la déformation de début du stade II en fonction de la température pour deux tailles de grains sur des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm

Plus la température augmente, plus l'apparition du stade II est retardée et ce pour les deux tailles de grains. Cependant, le retard observé est d'autant plus important que la taille de grain est faible.

En premier lieu, ce phénomène de retard d'entrée en stade II en fonction de la température est cohérent avec les mécanismes d'écroutissage et a été longuement analysé [Blum 1993, Kocks et Mecking 2003, Sevillano 1993]. Il peut être analysé comme un « allongement » du stade I. En effet, θ_I est fortement décroissant, signe que des mécanismes de restauration dynamiques sont à l'oeuvre. Schématiquement, l'activation du seul système de glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ conduit à la formation de dipôles et de multipôles résultant d'une interaction attractive de dislocations appartenant à des plans de glissement voisins ou de multiples glissement déviés très localisés. Dès lors, le taux d'annihilation des dislocations est supérieur à celui de leur création. Ce phénomène intervient par ailleurs principalement aux abords des joints de grains, zone privilégiée de formation des dislocations géométriquement nécessaires (voir chapitre 1). Or, l'élévation de température favorise la mobilité des dislocations, notamment le glissement dévié et la montée des dislocations. C'est ainsi que cette annihilation localisée des dipôles est encouragée ce qui, au niveau macroscopique, revient à retarder l'activation des systèmes secondaires et donc l'apparition du durcissement visible en stade II.

Ainsi, les différences d'évolution de ϵ_{III} en fonction de la taille de grains peuvent être mises en relation avec l'effet de la taille de grain sur le paramètre $(\sigma\theta)_0$. Plus spécifiquement la sensibilité plus marquée de l'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction de la température pour les faibles tailles de grains s'explique alors par l'effet des joints de grains et de leur densité. En effet, ceux-ci sont à l'origine des dislocations géométriquement nécessaires, qui elles même participent à l'écroutissage au sein du grain par l'incidence de leurs champs de contraintes élastiques sur les autres dislocations. Il s'agit (voir chapitre 1) de la principale raison des différences observées sur $(\sigma\theta)_0$ entre les faibles

tailles et les tailles de grains les plus importantes à température ambiante. Or la température :

- favorise l'annihilation des dipôles de dislocations existants
- favorise le déplacement des dislocations entre et aux abords des joints de grains, rendant ceux-ci presque « transparents ». Cela permet l'annihilation de dipôles potentiels existants entre deux grains

De fait, l'effet durcissant des joints de grains, représenté par $(\sigma\theta)_0$, est fortement amoindri lorsque la température augmente, ce qui explique sa forte baisse pour une taille de grain égale à $40 \mu\text{m}$ où le durcissement à température ambiante dû aux joints de grains est important. Au contraire pour la taille de grain de $370 \mu\text{m}$, l'effet de joint de grain est déjà particulièrement faible à température ambiante. En outre, la probabilité d'existence de dipôles de dislocations entre deux grains voisins est plus mince, ce qui peut notamment expliquer sa relative stabilité.

4.2.3 Synthèse : Comportement mécanique en température

L'étude du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm à chaud pour deux tailles de grains appartenant aux deux régimes de la loi de Hall et Petch observés à température ambiante met en évidence les points suivants :

- La taille de grain modifie le domaine correspondant au trou de ductilité de l'alliage Ni20wt.%Cr une grande taille de grain retardant son apparition.
- Aucun mécanisme d'écrouissage en température autre que ceux observés à température ambiante n'apparaît quel que soit le rapport t/d considéré.
- L'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ observée pour les faibles tailles de grains semble due à une atténuation des effets durcissants des joints de grains sous l'effet de la température.
- Les paramètres caractéristiques de l'écrouissage en stade II observés à température ambiante évoluent différemment. Δ_{II} diminue de façon analogue pour les deux tailles de grains. Cette baisse est pilotée par l'évolution de μ . $(\sigma\theta)_0$ est profondément modifié pour les faibles tailles de grains mais reste invariant dans le cas des tailles de grains importantes.

Ces divers résultats suggèrent que malgré l'existence de modifications profondes du comportement mécanique à température ambiante dès lors que le nombre de grains dans l'épaisseur est modifié, celles-ci n'altèrent pas les possibilités de prédiction en première approche du comportement en écrouissage de l'alliage Ni20wt.%Cr à l'aide du modèle de Kocks et Mecking [Kocks et Mecking 2003]. En effet, à partir d'une courbe maîtresse dans chacun des domaines de la loi de Hall et Petch, il est possible à l'aide des droites d'activations (figure 4.33) et d'un modèle simple d'évolution du module de cisaillement, μ , d'obtenir l'évolution de l'écrouissage pour une température quelconque. Ce résultat n'est cependant valable dans le cas de l'alliage Ni20wt.%Cr que pour des températures inférieures ou égales à $600 \text{ }^\circ\text{C}$.

Etude complémentaire : effet d'une variation d'épaisseur.

Sommaire

5.1 Comportement mécanique d'échantillons d'épaisseurs variables	124
5.1.1 Comportement mécanique en traction simple	124
5.1.2 Etude de l'écroissage en stade II	129
5.1.3 Etude des partitions des contraintes	136
5.1.4 Analyse de l'effet statistique lié au rapport t/d ou w/d	137
5.1.5 Synthèse partielle des analyses complémentaires	141
5.2 Analyse sommaire des modes de déformation	141
5.2.1 Hypothèse sur l'origine de la modification du comportement mécanique - Effets de surface	145

Dans ce chapitre des essais complémentaires à température ambiante sont réalisés sur deux épaisseurs de tôles supplémentaires d'alliage Ni20wt.%Cr . La taille de grain des éprouvettes est également modifiée afin d'obtenir différents rapport t/d. Le but est de comparer les effets d'une variation du nombre de grains dans l'épaisseur due à un changement d'épaisseur par rapport à une modification de la taille de grain. Par conséquent, l'étude du comportement mécanique d'échantillons présentant un diamètre moyen de grains identique sera privilégiée. Dans une seconde partie, quelques résultats d'observations en microscopie à transmission seront mis en relation avec ceux obtenus au chapitre précédent.

5.1 Comportement mécanique d'échantillons d'épaisseurs variables

5.1.1 Comportement mécanique en traction simple

Rappelons qu'il est possible de faire évoluer pour chaque épaisseur la taille de grain dans l'optique d'obtenir différents rapports t/d , dont les effets peuvent ensuite être comparés dans le cadre du formalisme de Hall et Petch par exemple.

La figure 5.1 présente quelques courbes de traction jusqu'à rupture obtenues pour des échantillons de différentes tailles de grains et trois épaisseurs différentes.

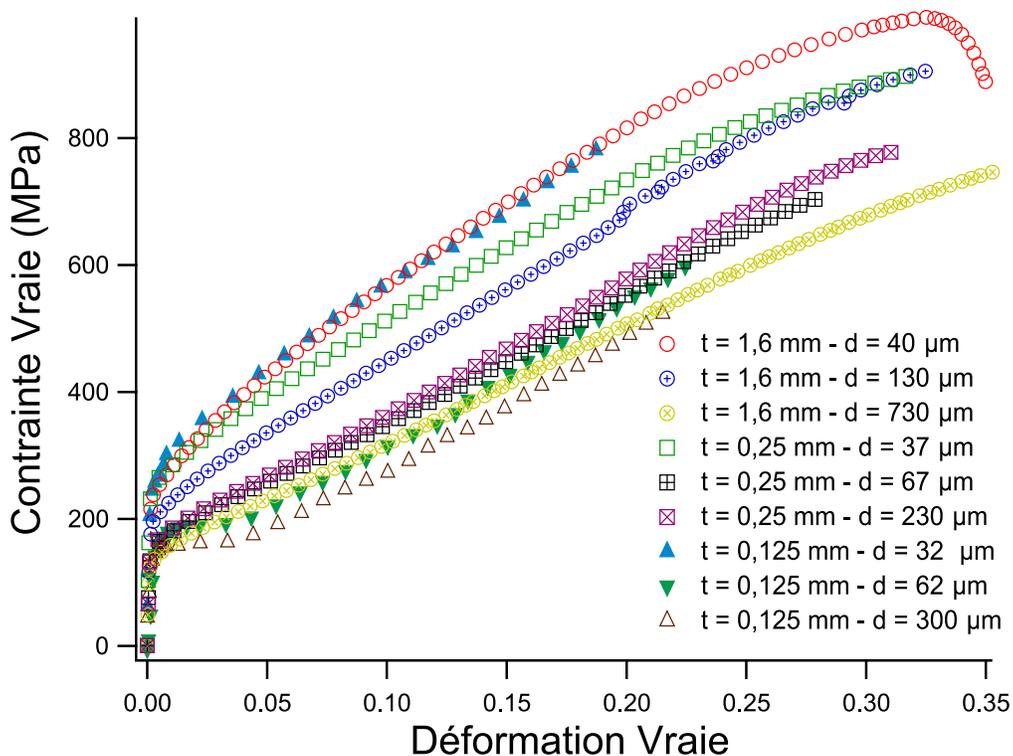


Figure 5.1: Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour trois épaisseurs et différentes tailles de grains d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr

Les modifications du comportement mécanique (écrouissage, allongement à rupture...) qui apparaissent pour chaque épaisseur suite à une modification de la taille de grain sur la figure 5.1 sont sensiblement identiques à celles observées précédemment pour une épaisseur constante et une taille de grains variable (chapitre 4, figure 4.1). Toutefois, les faisceaux de courbes concordent pour des valeurs de d bien différentes en fonction de l'épaisseur considérée. A contrario, il ressort que pour un nombre de grains dans l'épaisseur (t/d) du même ordre de grandeur, le comportement mécanique en traction statique à température ambiante est similaire.

5. Etude complémentaire : effet d'une variation d'épaisseur.

Les figures suivantes (5.2a à 5.2f) présentent la loi de Hall et Petch appliquée à différents niveaux de déformation et pour les trois épaisseurs.

Notons immédiatement qu'il n'a pas été possible d'obtenir de résultats pour un niveau de déformation de 0,25 et une épaisseur 0,125 mm, la rupture des échantillons étant intervenue avant.

Il apparaît que les échantillons des épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm semblent être initialement dans le régime multicristallin (régime II de la loi de Hall-Petch) identifié au chapitre 4. Le rapport t/d initial pour l'épaisseur 0,25 mm est en effet proche de la valeur critique de 8 déterminée pour l'épaisseur 1,6 mm. Le paramètre $d^{-1/2}$ correspondant est d'ailleurs indiqué sur les figures précédentes. Par ailleurs, pour l'épaisseur 0,125, le rapport t/d initial est de 3,7.

Le tableau 5.1 présente les valeurs des coefficients k_{HP}^{II} déterminés pour chacune des épaisseurs. Le bon accord entre les ordres de grandeurs de $k_{HP B}^{II}$ et $k_{HP C}^{II}$ avec $k_{HP A}^{II}$ semble conforter l'hypothèse précédente.

ϵ	$k_{HP A}^{II}$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$)	$k_{HP B}^{II}$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$)	$k_{HP C}^{II}$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$)
0,06	3 563	3 553	3 193
0,1	4 574	4 063	4 354
0,18	5 762	4 675	5 700
0,25	5 534	4 652	-

Tableau 5.1: Valeurs des coefficients k_{II} de la loi de Hall et Petch pour les trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr

En outre, il semble qu'il existe bel et bien une transition dans la loi de Hall et Petch du matériau pour les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm mais celle-ci marque le passage d'un comportement où le matériau est très sensible à la taille de grain, caractéristique du régime II, à un comportement où la sensibilité est bien moindre voire nulle (figure 5.3). Il s'agirait donc à fortiori d'une nouvelle transition de comportement, établissant l'existence d'un troisième régime, comme supposé dans le chapitre 4 pour l'épaisseur 1,6 mm. Ce régime III apparaîtrait pour les valeurs de $d^{-1/2}$ égales à 0,04 pour l'épaisseur 1,6 mm ($t/d = 4$) et 0,12 pour les épaisseurs 0,25 mm ($t/d = 3,6$) et 0,125 mm ($t/d = 1,8$) et ce indépendamment du niveau de déformation considéré. L'existence de cette deuxième transition suite à laquelle la contrainte d'écoulement varie peu voire pas en fonction de $d^{-1/2}$ est au demeurant en bon accord avec les travaux de Janssen *et al* relatifs à l'aluminium [Janssen et al. 2006].

5.1. Comportement mécanique d'échantillons d'épaisseurs variables

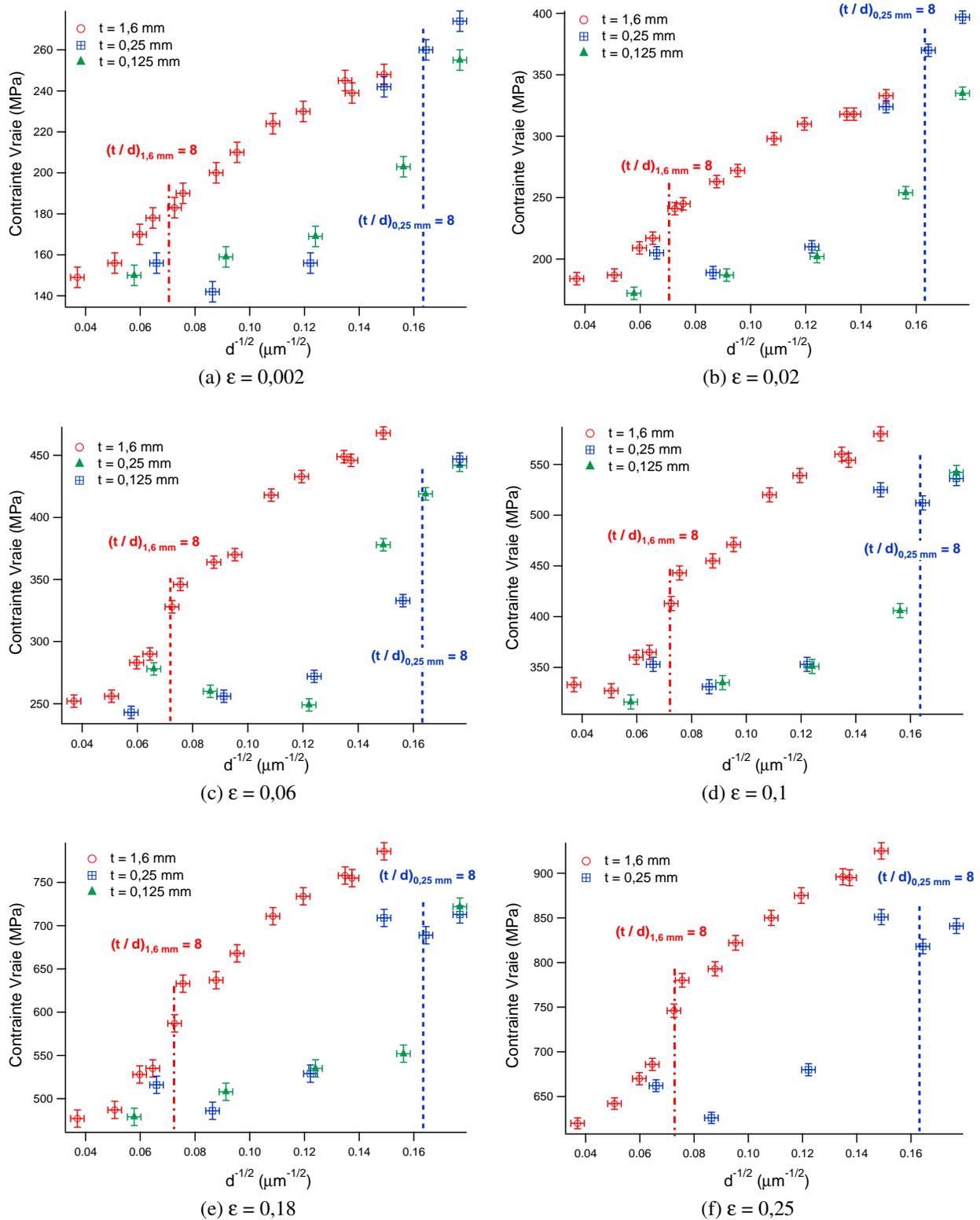


Figure 5.2: Influence du paramètre $d^{-1/2}$ sur le comportement mécanique d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur variables ($t = 1,6$ mm, 0,25 mm et 0,125 mm).

La figure 5.3 reprend l'évolution de la contrainte vraie en fonction de $d^{-1/2}$ à un niveau de déformation ϵ égal à 0,18 en mentionnant les différents régimes de la loi de Hall et Petch préalablement identifiés.

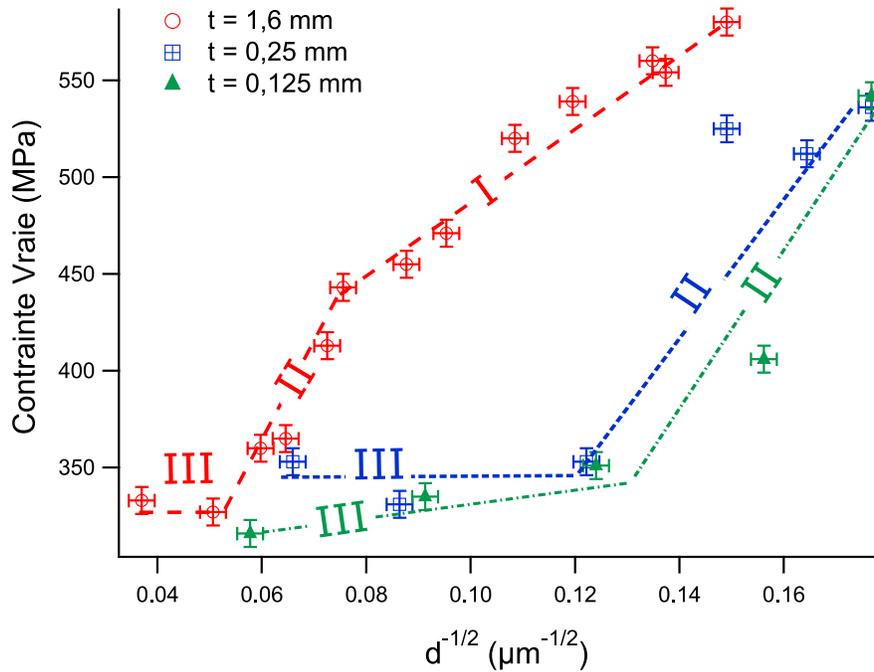


Figure 5.3: Evolution de la contrainte vraie en fonction de $d^{-1/2}$ pour trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr . Régimes de la loi de Hall et Petch identifiés

La figure 5.4 présente l'évolution de la contrainte normalisée en fonction du rapport t/d pour différentes épaisseurs. La valeur de normalisation est la contrainte maximale atteinte pour l'épaisseur donnée.

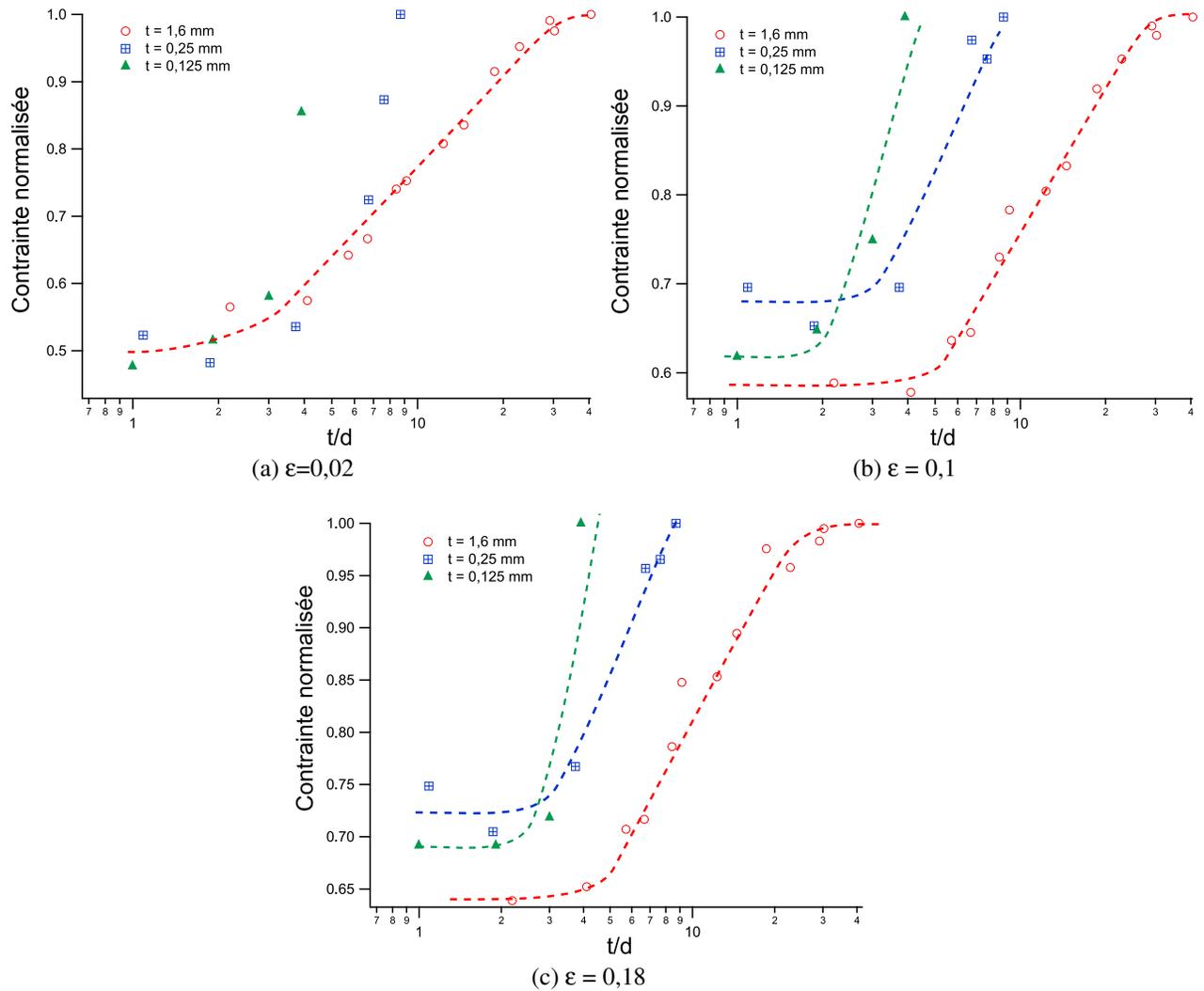


Figure 5.4: Evolution de la contrainte normalisée à un niveau de déformation donné en fonction de t/d

Le rapport délimitant la transition entre chacun des régimes de comportements mécaniques évolue peu en fonction de la déformation. Celui marquant le passage du régime I à II se situait aux alentours de 8 (cf chapitre 4), et d'après les graphiques précédents, celui marquant la transition du régime II à III s'établit entre 2 et 4.

Il convient de faire une remarque sur le haut niveau de contrainte atteint pour les grands rapports t/d (i.e. les faibles tailles de grains) sur les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm. En effet, compte tenu du rapport t/d initial sur chacune de ces épaisseurs, les traitements thermiques effectués ne sont que des recuits de faible durée, afin d'éliminer si possible l'écrouissage des tôles brutes de livraison tout en assurant une croissance limitée de la taille des grains. Cependant ces traitements thermiques ne sont peut être pas suffisants pour résorber l'écrouissage préalable des échantillons, ce qui expliquerait le résultat obtenu. En effet, Simons *et al.* observent des différences similaires sur les niveaux de contraintes d'écoulement entre des échantillons minces de cuivre de taille de grain identique brut de livraison et recuits [Simons *et al.* 2006].

5.1.2 Etude de l'écrouissage en stade II

La figure 5.5 présente l'évolution du taux d'écrouissage θ en fonction de la déformation pour différentes éprouvettes d'alliage Ni20wt.%Cr. Les variations de θ observées au chapitre précédent avec l'accroissement de la taille de grain, principalement une forte chute du niveau d'écrouissage en stade II, se retrouvent pour les différentes épaisseurs. Par ailleurs, l'évolution de θ est quasi similaire, pour la taille de grain la plus importante obtenue sur l'épaisseur considérée, c'est-à-dire d'égal à 730 μm , 230 μm et 300 μm pour respectivement 1,6 mm, 0,25 mm et 0,125 mm. Néanmoins, le rapport t/d pour ces trois cas est proche de 1, ce qui laisse supposer son importance sur le taux d'écrouissage au moins lorsqu'il approche de l'unité.

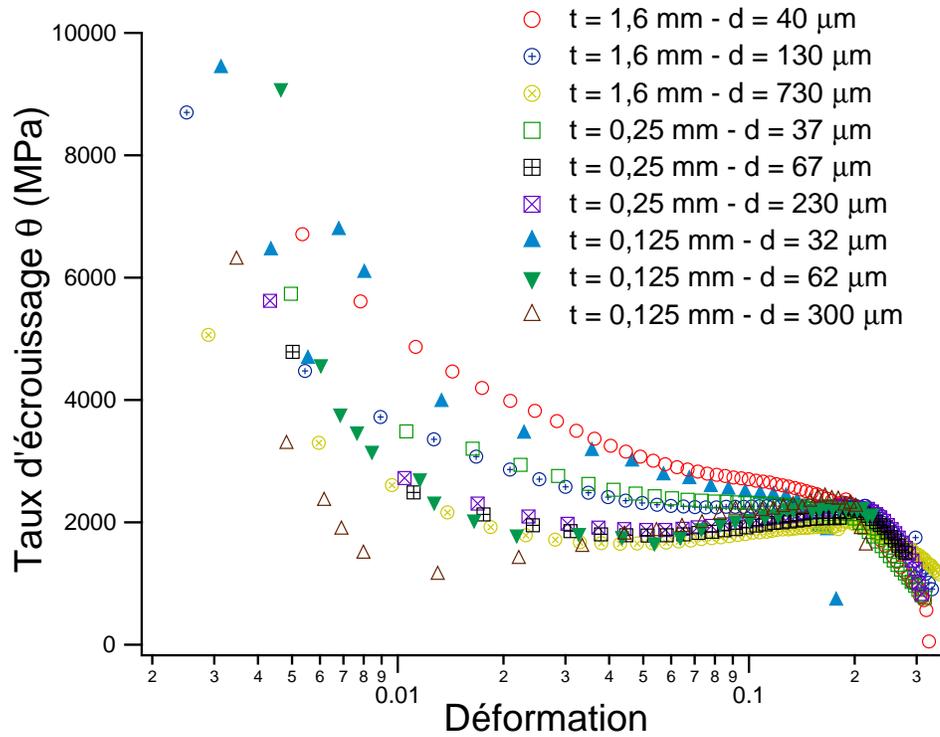


Figure 5.5: Evolution du taux d'érouissage en fonction de la déformation

L'évolution de $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte, visible sur la figure 5.6, met en évidence que la réduction d'épaisseur induit, au premier abord, des effets semblables à ceux observés au chapitre précédent sur des échantillons d'épaisseur 1,6 mm dont on a fait croître la taille de grain. Par ailleurs, l'activation du stade II se situe peu après que la limite d'élasticité ait été atteinte dans tous les cas.

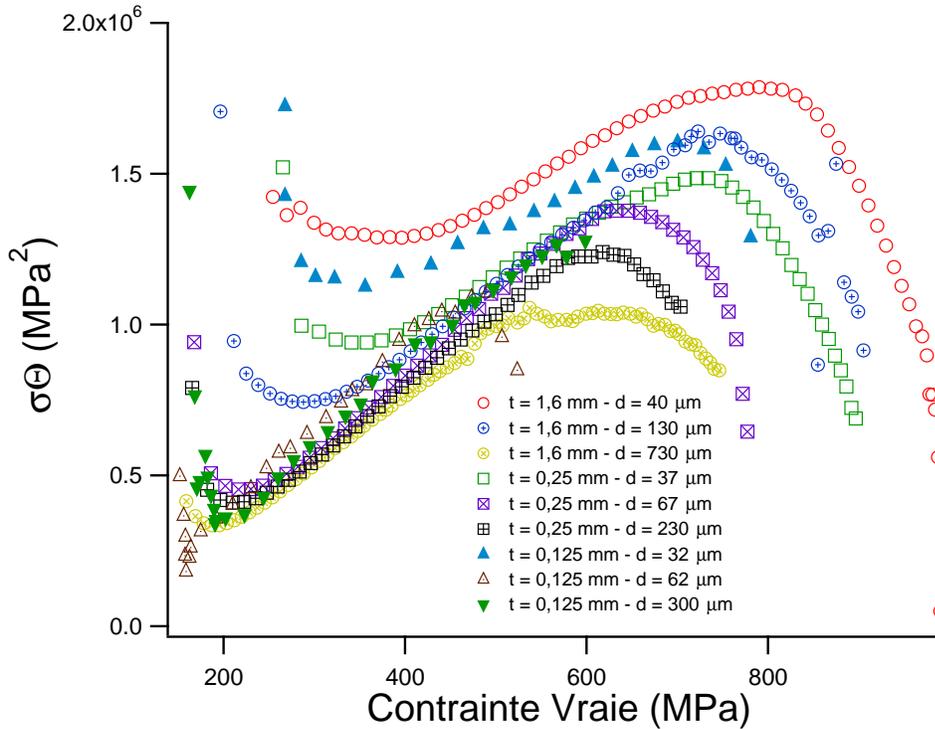


Figure 5.6: Evolution de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte vraie σ

Ainsi, il semble intéressant d'étudier l'évolution des différents paramètres caractérisant l'écroutissage en stade II sur des échantillons d'épaisseurs différentes mais pour des tailles de grains sensiblement identiques. L'étude plus spécifique des échantillons présentant des tailles de grains proches de 40, 70, 130 et 220 μm a donc été réalisée. Les caractéristiques de ceux-ci sont récapitulées dans le tableau 5.2. Les régimes de la loi de Hall-Petch auxquels ils appartiennent sont également mentionnés entre parenthèses.

	d_1 (μm)	t/d_1	d_2 (μm)	t/d_2	d_3 (μm)	t/d_3	d_4 (μm)	t/d_4
A (1,6 mm)	40	40 (I)	70	23 (I)	130	12,3 (I)	220	7,3 (II)
B (0,25 mm)	45	5,5 (II)	67	3,7 (II)	134	1,9 (I)	230	1,1 (I)
C (0,125 mm)	41	3,1 (II)	62	2 (II)	120	1 (I)	300	0,4 (I)

Tableau 5.2: Récapitulatif des différentes caractéristiques microstructurales des échantillons utilisés pour étudier l'influence de l'épaisseur sur le comportement en écroutissage de l'alliage Ni20wt.%Cr

L'évolution de l'écroutissage latent Δ_{II} , définie par l'équation 4.15, en fonction de la taille de

grain pour les trois épaisseurs étudiées est visible sur la figure 5.7a.

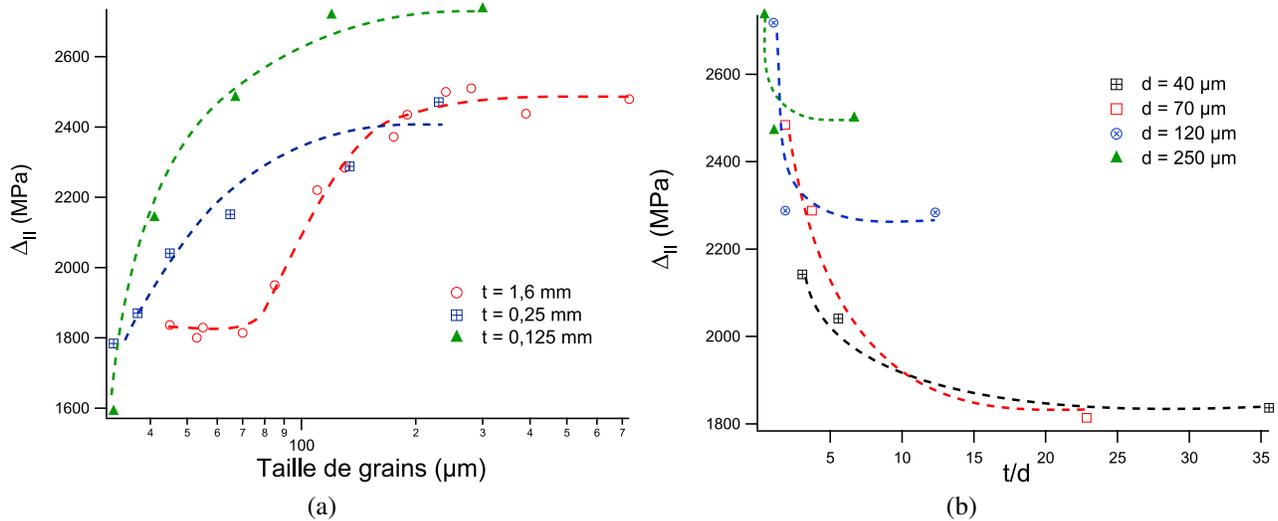


Figure 5.7: Evolution du paramètre Δ_{II} pour trois épaisseurs d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de la taille de grain b) en fonction de t/d

Δ_{II} évolue de façon similaire avec la taille de grain et ce indépendamment de l'épaisseur considérée. Il augmente tout d'abord de façon assez rapide jusqu'à ce que la taille de grain atteigne environ $120 \mu\text{m}$, valeur au delà de laquelle Δ_{II} sature à environ 2500 MPa pour les épaisseurs 1,6 mm et 0,25 mm, 2700 MPa pour l'épaisseur 0,125 mm.

La figure 5.7b présente l'influence de l'épaisseur au travers du rapport t/d . Lorsque l'épaisseur diminue, le taux d'érouissage latent semble augmenter et ce pour les quatre tailles de grains étudiées. L'effet de t sur Δ_{II} est donc semblable à celui de la taille de grain (cf figure 4.18b).

L'évolution du second paramètre contribuant à l'érouissage en stade II, $(\sigma\theta)_0$, en fonction du rapport t/d est présenté sur la figure 5.8a.

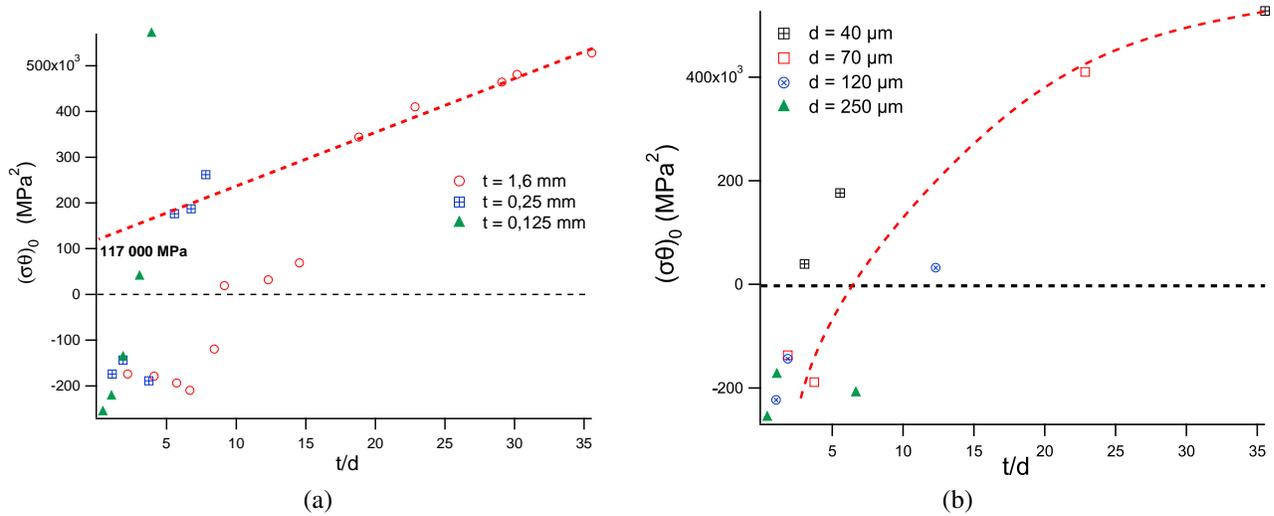


Figure 5.8: Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ pour trois épaisseurs d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour trois tailles de grain

Pour l'épaisseur 1,6 mm, $(\sigma\theta)_0$ chute fortement dès lors que t/d se situe aux alentours de 15, tout en restant positif. Puis lorsque t/d est inférieur ou égal à 8, $(\sigma\theta)_0$ est négatif. Pour les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm, $(\sigma\theta)_0$ chute également très rapidement et devient négatif dès que t/d se situe aux alentours de, respectivement, 5 et 4. Les rapports t/d initiaux s'approchant de ces valeurs critiques, $(\sigma\theta)_0$ est très proche de 0 et rapidement négatif pour l'ensemble des tailles de grains considérées. Seul le premier point pour l'épaisseur 0,125 mm fait exception. Cela conforterait l'hypothèse d'un écrouissage préalable de l'échantillon non résorbé par le recuit de détensionnement. Enfin, dès lors que $(\sigma\theta)_0$ est négatif, indépendamment de l'épaisseur considérée, la valeur de celui-ci semble ne plus dépendre, ou très peu, du rapport t/d .

De l'étude de la figure 5.8a, il ressort également que pour les échantillons d'épaisseur 0,25 mm possédant une faible taille de grains, l'évolution linéaire de $(\sigma\theta)_0$ en fonction de t/d , déterminée au chapitre précédent, est respectée. L'écart au comportement attendu, observé pour t/d inférieur à 4-5 sur les deux nouvelles épaisseurs, c'est-à-dire relativement proche de celui déterminé sur l'échantillon épais (8), suggère donc l'apparition d'effets de surface, conformément aux travaux de Mecking [Mecking 1977]. Cela est conforté par l'analyse de la figure 5.8b, qui est extraite de la figure 5.8a et met en valeur l'évolution de $(\sigma\theta)_0$ pour quatre tailles de grains semblables sur les trois épaisseurs. Il apparaît alors qu'une réduction de l'épaisseur entraîne un effet analogue à une augmentation de la taille de grain, à savoir que $(\sigma\theta)_0$ décroît très fortement, passant d'une valeur positive, caractéristique des polycristaux d'alliage Ni20wt.%Cr, à une valeur négative, caractéristique des monocristaux réels. Le rapport t/d de transition entre les valeurs positives et négatives de $(\sigma\theta)_0$ se situant autour de 8.

L'abaissement du rapport critique t/d de transition avec l'épaisseur peut en outre s'expliquer en rappelant que $(\sigma\theta)_0$ traduit la contribution au durcissement des joints de grains. Par conséquent,

à t/d identique, il est envisageable que le durcissement induit par les joints de grains compense plus fortement l'adoucissement dû aux effets de surfaces pour une faible épaisseur, le diamètre des grains étant plus petit. Ceci expliquerait notamment la valeur encore positive de $(\sigma\theta)_0$ observée pour un rapport t/d égal à 4 sur l'épaisseur 0,125 mm ($d = 41 \mu\text{m}$).

Enfin, il est possible d'étudier l'évolution du paramètre β en fonction de la taille de grain pour les trois épaisseurs, ainsi que du rapport t/d . Celui-ci peut en effet être déterminé pour chaque valeur de Δ_{II} , à l'aide de l'équation 4.16 et des valeurs de α , μ et M préalablement utilisées au chapitre 4. Les figures 5.9a et 5.9b présentent les résultats obtenus. Ainsi, β diminue lorsque la taille de grain augmente ou lorsque l'épaisseur diminue à taille de grain constante. D'un point de vue physique, cela signifie que soit le libre parcours moyen (Λ) augmente, soit la distance inter-dislocations (l) diminue ou une combinaison des deux phénomènes. Pour un niveau de déformation donné, à épaisseur constante et pour une taille de grain croissante, il est raisonnable de faire les hypothèses suivantes :

- Une croissance du libre parcours moyen, du fait notamment d'une distance entre joints de grains plus importante.
- Un accroissement de la distance inter-dislocation, un abaissement du niveau de contrainte entraînant un abaissement de la densité de dislocations totale.

Ces deux phénomènes ayant des conséquences antagonistes sur β , nos observations tendent à montrer que l croît plus vite que Λ ne diminue.

D'après la figure 5.9b, il semble qu'une réduction d'épaisseur à taille de grain constante ait des effets similaires sur β . Le niveau de contrainte observé pour un niveau de déformation donné étant moindre lorsque t diminue, l'effet sur la distance inter-dislocations est à priori le même. De plus, il est probable qu'une épaisseur dont l'ordre de grandeur est le même que celui de la taille de grain ait un effet sur le libre parcours moyen des dislocations, encore plus si celle-ci est inférieure au diamètre moyen des grains, les surfaces libres étant des barrières physiques.

5. Etude complémentaire : effet d'une variation d'épaisseur.

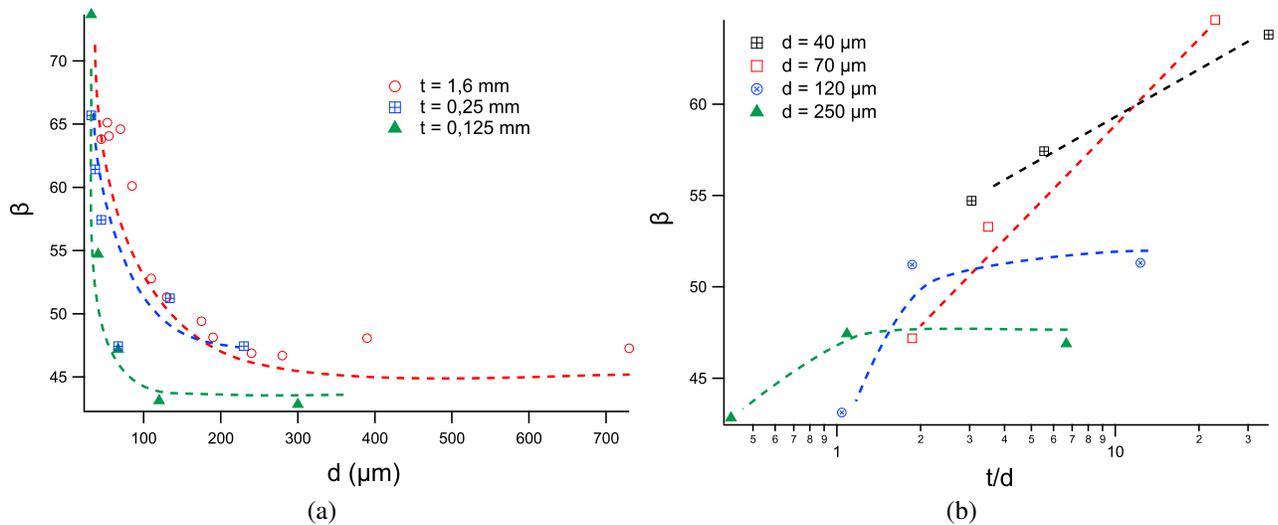


Figure 5.9: Evolution du paramètre β pour trois épaisseurs d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de la taille de grain b) en fonction de t/d

La contrainte $\sigma_{I/II}$, marquant l'entrée en stade II, est sensiblement égale à la limite d'élasticité, indépendamment de l'épaisseur et de la taille de grain considérées.

La modification de la contrainte de transition entre les stades II et III, $\sigma_{II/III}$, en fonction du rapport t/d pour trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr est présentée sur la figure 5.10a. La figure 5.10b présente l'évolution de $\sigma_{II/III}$ pour les quatre tailles de grains similaires sur les trois épaisseurs. 5.8a.

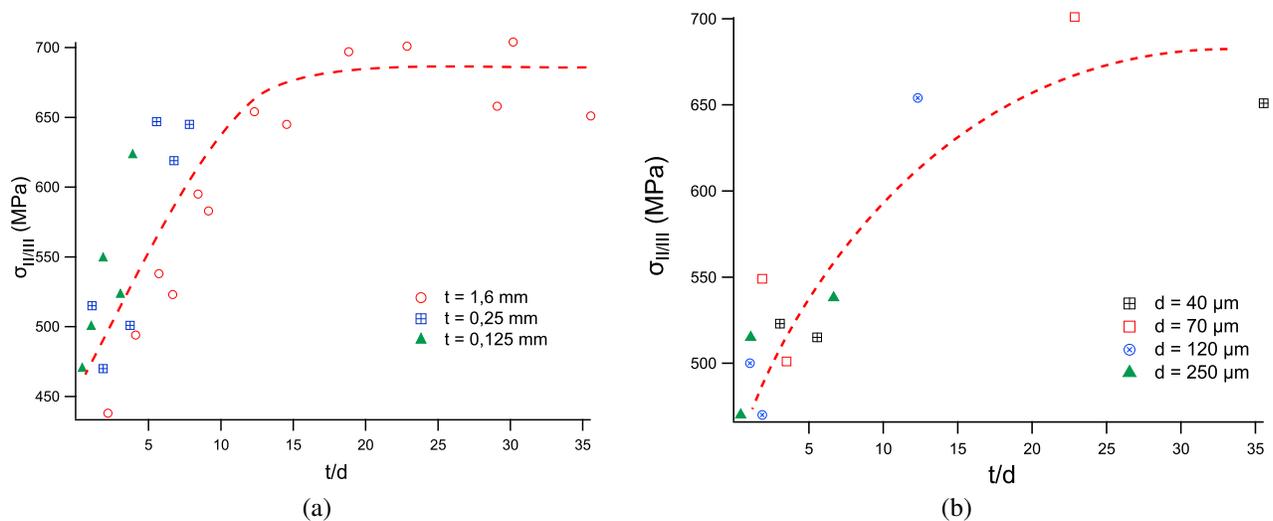


Figure 5.10: Evolution de la contrainte de transition entre les stades II et III, $\sigma_{II/III}$ pour trois épaisseur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour quatre tailles de grain

Il ressort que $\sigma_{II/III}$ est bien dépendante de t/d . Cette contrainte est stable pour les rapports les plus importants puis décroît fortement lorsque t/d atteint une valeur seuil que l'on peut estimer aux alentours de 8. De plus, les résultats obtenus sur les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm sont en bon accord avec ceux correspondant à l'épaisseur 1,6 mm. Enfin, la figure 5.10b met bien en évidence un phénomène physique similaire à une réduction de la taille de grain lorsque l'épaisseur diminue.

Enfin la figure 5.11a présente l'évolution de la longueur du stade II en fonction du rapport t/d pour trois épaisseurs distinctes. Les données obtenues sur les deux épaisseurs supplémentaires sont là aussi en bon accord avec celles étudiées au chapitre 4 (figure 4.22a). La longueur du stade II augmente régulièrement à mesure que t/d diminue. En deçà d'un rapport critique proche de 10, la croissance s'accélère pour atteindre des valeurs de 0,16, à comparer à la plage initiale qui est proche de 0,09 dans le cas de l'épaisseur 1,6 mm.

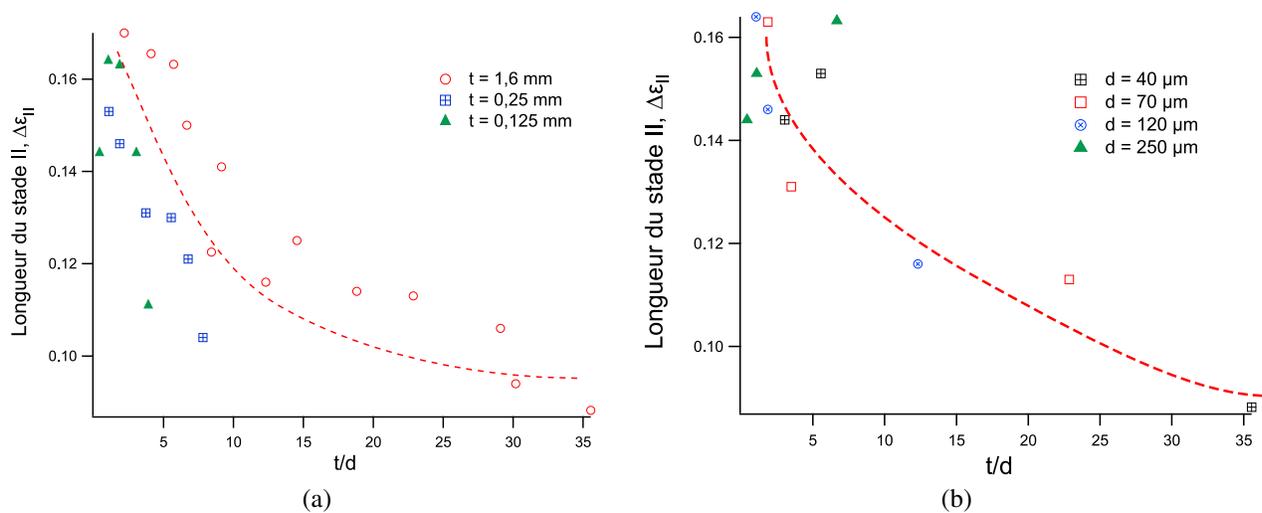


Figure 5.11: Evolution de la longueur du stade II, $\Delta\epsilon_{II}$, pour trois épaisseur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour quatre tailles de grain

5.1.3 Etude des partitions des contraintes

Les travaux déjà réalisés par Faugas et Haddou sur du nickel et de l'acier 316L [Feugas 1999, Haddou 2003] montrent que l'analyse des essais mécaniques, et plus particulièrement des évolutions des différentes partitions des contraintes peuvent être mis en rapport avec les mécanismes de glissements microstructuraux.

L'étude des partitions de la contrainte et plus précisément l'analyse de l'évolution de la contrainte interne, X et de la contrainte effective, σ_{eff} effectuée au chapitre 4 a permis de mettre en évidence que seule X semble être affectée par une modification du rapport t/d , σ_{eff} y étant apparemment insensible. Les figures 5.12a et 5.12b présentant l'évolution des composantes σ_{eff} et X pour une taille de grain constante ($d = 120 \mu\text{m}$) et deux rapports t/d semble confirmer ce résultat.

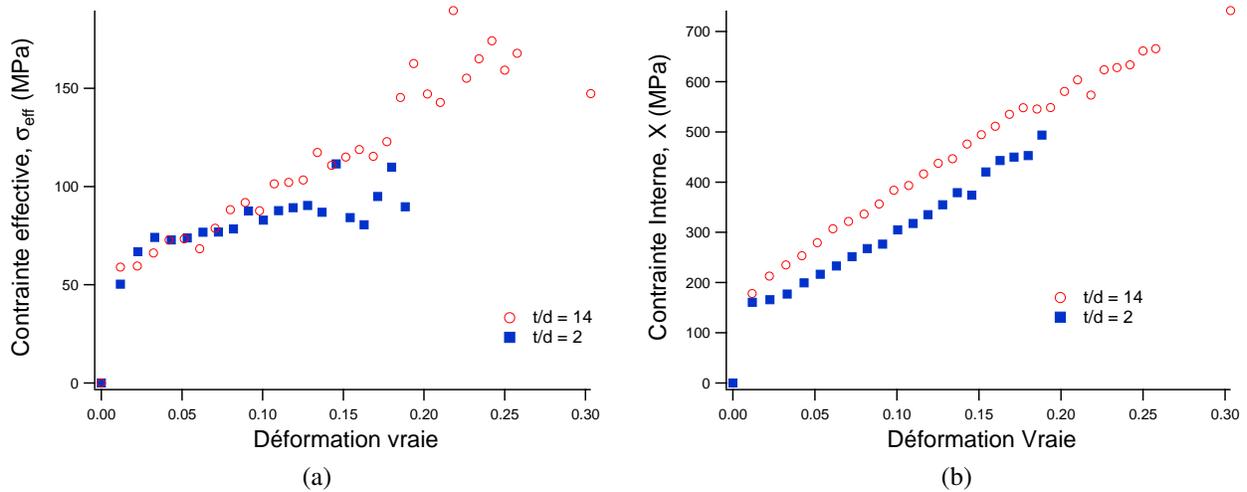


Figure 5.12: Evolution des composantes de la partition de la contrainte, X et σ_{eff} , en fonction du rapport t/d pour d constante et environ égal à $120 \mu\text{m}$.

La contrainte effective, σ_{eff} évolue peu ou pas avec une diminution du rapport t/d . A contrario, la contrainte interne, X , diminue à mesure que t/d diminue. Ces résultats semblent en accord avec ceux présentés au chapitre 4. Les modifications de la contrainte interne avec t/d pourraient notamment traduire une diminution des contraintes intragranulaire due à un adoucissement des structures denses de dislocations du réseaux de Taylor (paragraphe 4.1.3.3). Ce résultat est toutefois à nuancer compte tenu du faible nombre de courbes expérimentales disponibles. Cela est dû à la fois au nombre d'épaisseurs de tôle d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition mais également à l'impossibilité d'employer la méthodologie d'analyse par corrélation d'image en l'état actuel pour des essais de charge/décharge fiables, c'est-à-dire non entachés d'incertitudes importantes.

5.1.4 Analyse de l'effet statistique lié au rapport t/d ou w/d

Cet effet est conjoint à la baisse du nombre de grains dans l'épaisseur et n'est pas à proprement parler un effet de taille. Il explique notamment l'éventuelle dispersion observée sur les résultats d'essais mécaniques pour les échantillons présentant un faible nombre de grains dans l'épaisseur ou la largeur, comme Janssen l'a montré (figure 5.13)[Janssen et al. 2008].

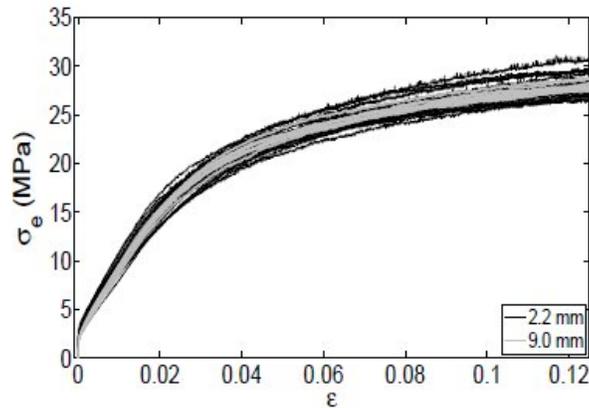


Figure 5.13: Courbes de tractions d'échantillons d'aluminium d'épaisseur 2 mm et 9 mm. [Janssen et al. 2008]

Premièrement, les essais réalisés sur des éprouvettes d'épaisseur 1,6 mm et 0,25 mm présentant des rapports t/d les plus proches de 1 ne mettent pas en évidence de dispersion significative pour ce matériau, comparativement à l'ensemble des essais réalisés pour cette étude, comme le montrent les figures 5.14a et 5.14b. Ce résultat diffère de celui de Janssen obtenu sur des échantillons d'aluminium de faibles rapports t/d . En effet, la dispersion des courbes de traction pour l'épaisseur 2,2 mm ($t/d = 4,4$) sur la figure 5.13 est bien plus importante que celle des échantillons d'épaisseur 9 mm ($t/d = 15,7$).

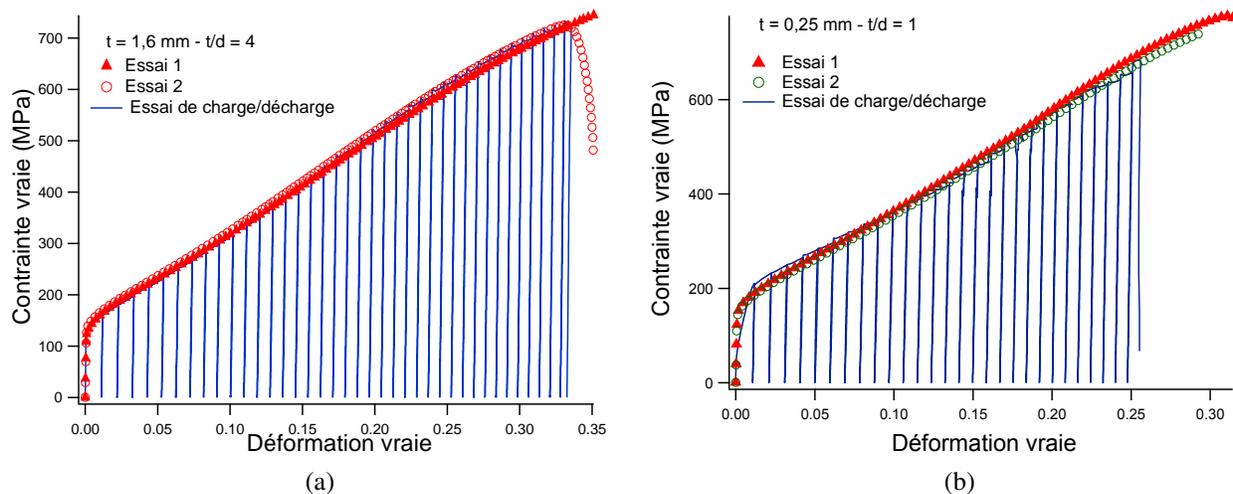


Figure 5.14: Mise en évidence de l'absence de dispersion significative pour les essais de tractions et de charge/décharge réalisés sur les échantillons présentant le rapport t/d le plus proche de 1

Deuxièmement, afin d'étudier plus finement cet effet statistique, le dispositif d'analyse des champs de déplacements par corrélation d'image présenté au chapitre 3 est utilisé. Il permet d'obtenir pour différents niveaux de déformation macroscopique globaux les champs de déformation locaux. Ces derniers sont normalisés par la déformation macroscopique totale afin de pouvoir les

comparer simplement.

Un échantillon d'épaisseur 1,6 mm, de largeur 5 mm et de taille de grain $370 \mu\text{m}$ ($w/d = 13,5$) déformé à 0,12 (figure 5.15a) ne présente aucune localisation de la déformation sur la totalité de la largeur de l'éprouvette tel que Janssen a pu le constater sur des échantillons d'aluminium de faibles épaisseurs (figure 1.21a). Néanmoins certaines zones aux abords des congés de l'éprouvette présentent une déformation au moins deux fois plus importante que le niveau de déformation moyen de l'éprouvette ($\epsilon = 0,12$). Toutefois la localisation de ces secteurs suggèrent plus un effet de concentration de contrainte dû à la forme de l'éprouvette plutôt qu'un effet de taille. Par ailleurs, les champs de déformations des éprouvettes plus larges (10 mm) utilisées pour les épaisseurs 0,25 mm et 0,125 mm ne mettent cette fois en évidence aucune zone de déformation localisée vaste comparativement à la largeur de l'éprouvette. A noter qu'une différence de déformation de l'ordre de 20 % (i.e. 1,2 sur l'échelle de couleur) peut être assimilée au bruit de la mesure.

Un dernier point qui peut être remarqué est que les éprouvettes de faible rapport t/d présentent des zones pour lesquelles la déformation est très importante au regard de la déformation globale et ce dans des zones loin des congés (5.15c) en particulier. Cela peut être dû au fait que la diminution du nombre de grains dans l'épaisseur autorise des déformations plus importantes d'un grain favorablement orienté.

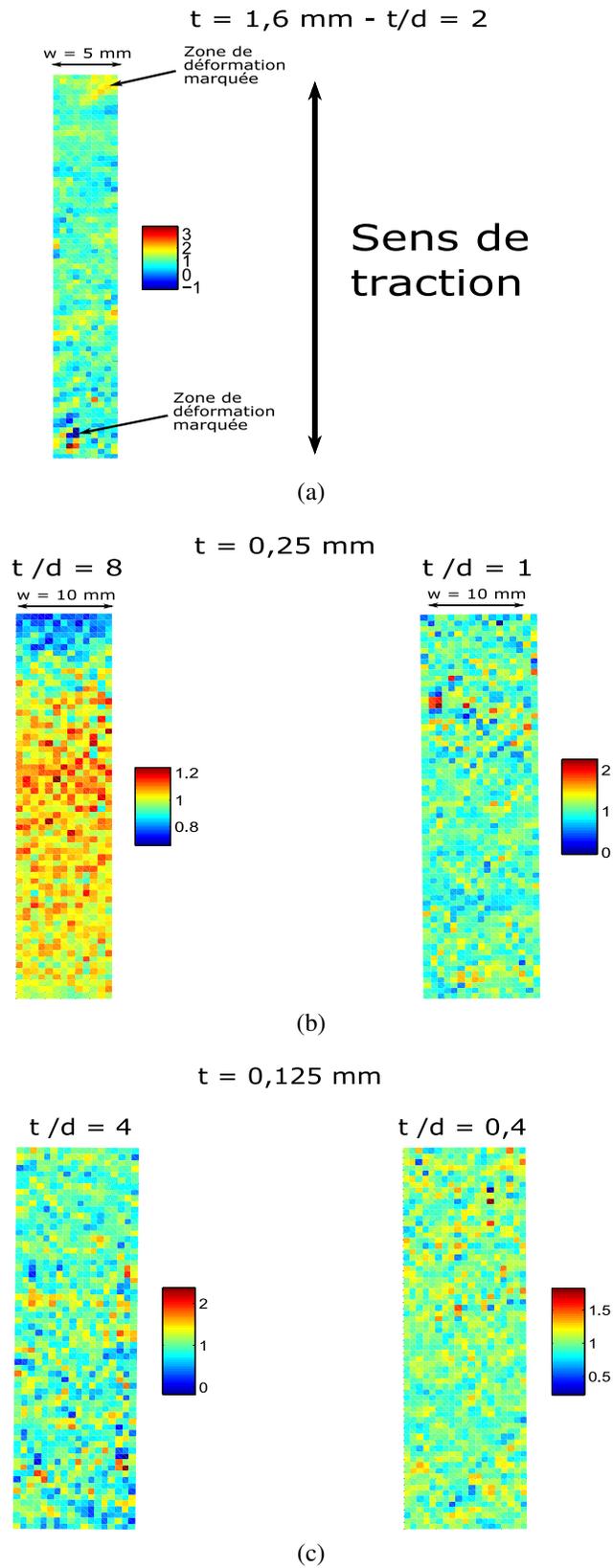


Figure 5.15: Champs de déformation locaux obtenus par corrélation d'images avec des échantillons d'épaisseur différentes et les rapport t/d extrémaux pour chacune d'entre elles. Le niveau de déformation globale est de 0,12.

5.1.5 Synthèse partielle des analyses complémentaires

Une comparaison systématique portant sur plusieurs paramètres décrivant le comportement mécanique et l'écroutissage en stade II a été effectuée. Il en ressort qu'indépendamment de l'épaisseur considérée, il est possible de retrouver des comportements mécaniques proches de ceux observés au chapitre précédent sur le matériau le plus épais. Les différentes transitions observées semblent donc bien dépendre du rapport t/d et non de la seule taille de grain. De plus, les résultats obtenus sur des tailles de grains identiques pour des épaisseurs différentes suggèrent un équivalence entre la diminution de l'épaisseur (t) ou l'augmentation de la taille de grain (d). Toutefois, le faible nombre d'épaisseur distinctes ne permet pas, statistiquement, de trancher définitivement cette question. Les principales modifications observées sur le comportement mécanique en modifiant l'épaisseur sont les suivantes :

- L'abaissement de la contrainte d'écoulement pour un niveau de déformation équivalent lorsque l'épaisseur diminue.
- Une variation de β correspondant vraisemblablement à une augmentation de la distance inter-dislocations, suggérant ainsi que les mécanismes de glissement sont modifiés.
- Une atténuation de la contribution des joints de grains à l'écroutissage $(\sigma\theta)_0$, ainsi qu'une augmentation de la contrainte de transition entre les stade II et III $(\sigma_{II/III})$ s'accompagnant dès lors d'un accroissement de la longueur du stade II.

L'ensemble de ces mécanismes apparaît dès lors que le rapport t/d , obtenu pour modification de la taille de grain ou de l'épaisseur, se trouve en deçà d'une valeur critique située aux alentours de 8. De plus, en dessous d'un nombre de grain dans l'épaisseur d'environ 2, les niveaux de contraintes observés, indépendamment de la déformation, semblent stables.

5.2 Analyse sommaire des modes de déformation

Des observations en microscopie électronique à transmission ont été réalisées sur des échantillons d'épaisseur 0,25 mm dont les principales caractéristiques sont présentées dans le tableau 5.3.

Epaisseur (mm)	d (μm)	t/d	ϵ_{macro}	Nombre de grains observés
0,25	32	8	0,12	10
0,25	230	1	0,12	6

Tableau 5.3: Caractéristiques principales des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm observés en microscopie électronique à transmission.

Les micrographies 5.16a à 5.16c présentent les structures de dislocations caractéristiques observées sur des grains à cœur pour des éprouvettes présentant un rapport t/d de 8, celles de 5.16d à 5.16f correspondent à des éprouvettes présentant un rapport de 1.

Il ressort clairement que si les structures observées (murs, réseaux de Taylor...) sont similaires à celles rencontrées pour l'épaisseur 1,6 mm et des diamètres de grains équivalents (micrographies 4.23a à 4.23f), celles-ci sont moins denses.

Par ailleurs, l'identification d'un second système de glissement activé, sécant avec le premier, est délicate pour le diamètre de grain de 32 μm mis à part sur la micrographie 5.16c. De plus, cela s'avère impossible sur les micrographies présentées pour le diamètre de 230 μm . Il semble donc qu'il y est un retard dans l'activation du glissement multiple et dévié, ce qui, compte tenu des observations effectuées sur des grains de diamètres équivalents pour une épaisseur de 1,6 mm, s'expliquerait là encore par l'effet du rapport t/d en accord avec les observations effectuées sur le comportement mécanique. Par ailleurs, cela confirme également que les échantillons de diamètre 32 μm se trouveraient bien à priori dans le domaine multicristallin.

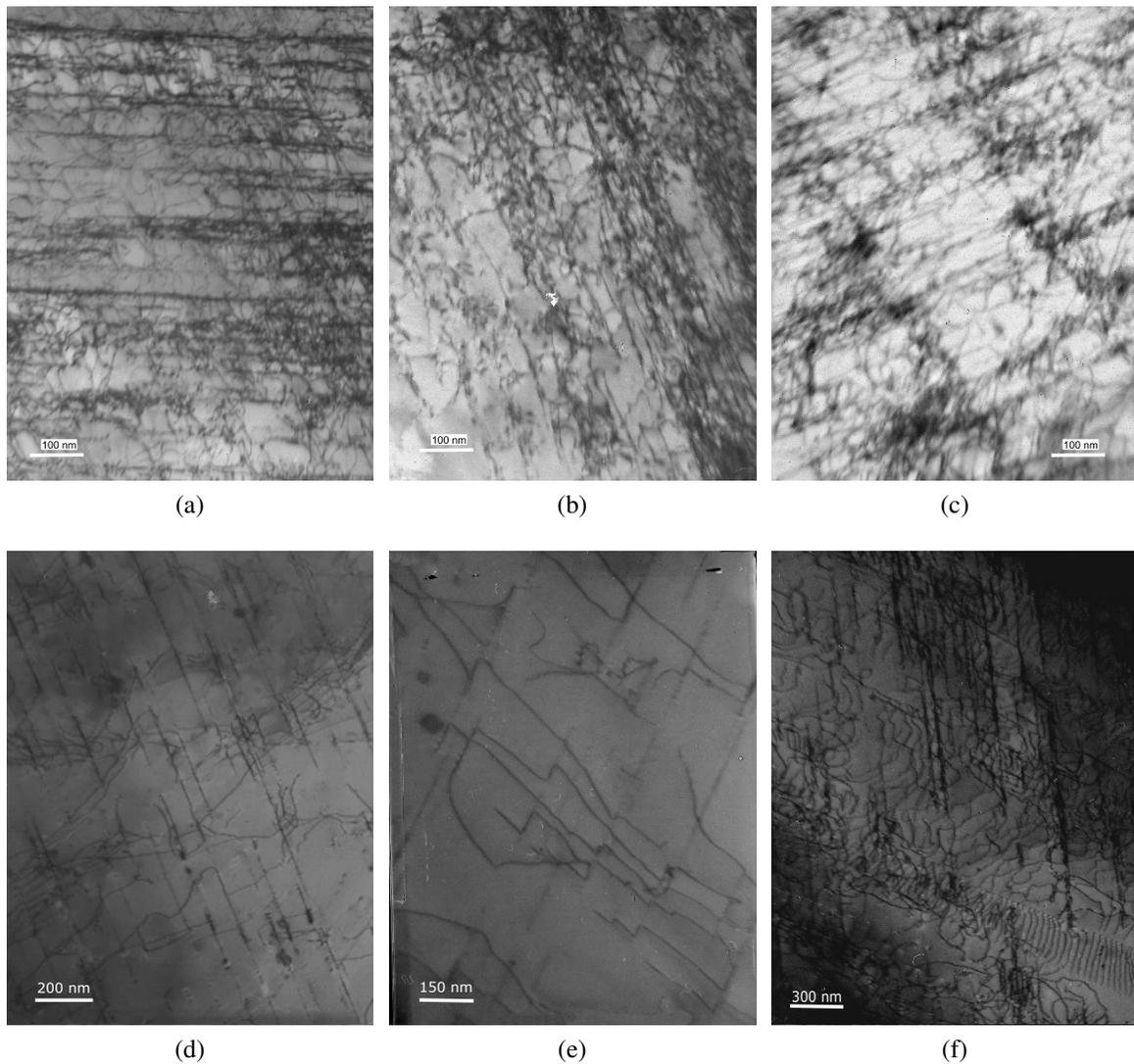


Figure 5.16: Structures de dislocations à cœur pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm et de rapports t/d (a) - (c) : 8 (d) - (f) : 1. Niveau de déformation globale ϵ égal à 0,12

La figure 5.17 présente l'évolution de la distance inter-mur du réseau de Taylor en fonction de la taille des grains

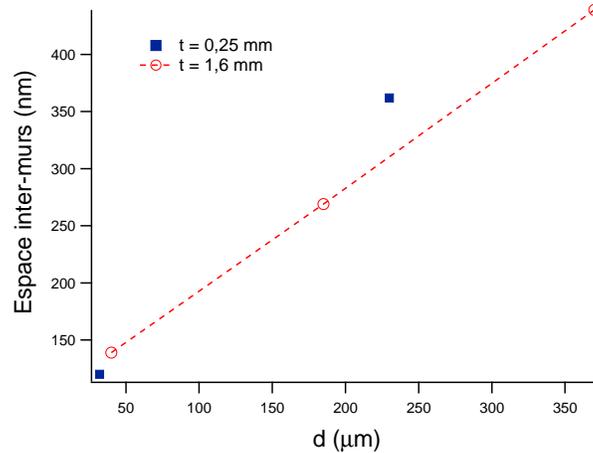


Figure 5.17: Distance inter-mur du réseau de Taylor en fonction de la taille des grains pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et 0,25 mm

A nouveau, le fait que la distance inter-mur pour un diamètre de grain de $230 \mu\text{m}$ et un rapport t/d de 1 soit supérieure à celle estimée par la loi linéaire présentée au chapitre 4 suggère une diminution de la contrainte interne supérieure à celle prévue par une augmentation de la taille de grain, en accord avec les résultats mécaniques obtenus [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Néanmoins, le faible nombre de grains observés ne permet pas d'étude statistique à ce stade de l'étude et donc empêche de donner un indice de confiance sur le résultat obtenu.

Enfin, la tableau 5.4 présente les résultats du calcul de la distance inter-dislocations mobiles moyenne à l'aide de l'équation 4.18, \bar{l}_{\min} . La valeur de σ^I_0 est celle obtenue sur les échantillons d'épaisseur 1,6 mm déformés à 12 %, σ^{II}_0 étant celle obtenue pour les échantillons d'épaisseur 0,25 mm considérés comme appartenant tous au régime II de la loi de Hall-Petch (domaine multicristallin).

Dénomination	d (µm)	$\sigma_{0,12}$ (MPa)	σ_0 (MPa) ($\sigma^I_0 / \sigma^{II}_0$)	l_{\min} (nm) ($\sigma^I_0 / \sigma^{II}_0$)	Γ_{exp} (nm)
B1	32	580	312 / 106	127 / 72	139
B2	230	408	312 / 106	395 / 112	439

Tableau 5.4: Estimation de la distance inter-dislocation moyenne pour trois tailles de grain différentes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm, comparaison avec les espaces inter-murs mesurés.

On constate que l_{\min} est du même ordre de grandeur que Γ_{exp} du moment que l'on utilise la valeur σ^I_0 obtenue en régime I. L'utilisation de la valeur σ^{II}_0 fournit des valeurs très éloignées, ce qui confirme l'idée qu'il ne représente plus la friction minimum des dislocations en l'absence

des joints de grains. De plus, cela met en évidence l'intérêt de connaître t/d afin de connaître au préalable le domaine dans lequel le matériau peut se trouver et par conséquent ne pas se tromper.

5.2.1 Hypothèse sur l'origine de la modification du comportement mécanique - Effets de surface

Les différents résultats à disposition mettent en évidence une influence du paramètre t/d et suggèrent également une influence de l'épaisseur. Toutefois, les origines des mécanismes à l'œuvre expliquant la modification du comportement mécanique avec une réduction d'épaisseur ne sont pas déterminées. Si les résultats à disposition ne permettent pas de trancher définitivement, l'hypothèse de l'influence grandissante d'un effet des surfaces libres à mesure que le nombre de grains dans la section diminue peut être avancée, en accord avec la littérature [Keller 2009]. Certaines observations en microscopie électronique à transmission vont en ce sens.

Les micrographies 5.18a à 5.18c ont été réalisées sur un échantillon d'épaisseur 1,6 mm, de taille de grains 185 μm , déformé à 12 % sur des grains à 80 μm de la surface libre.

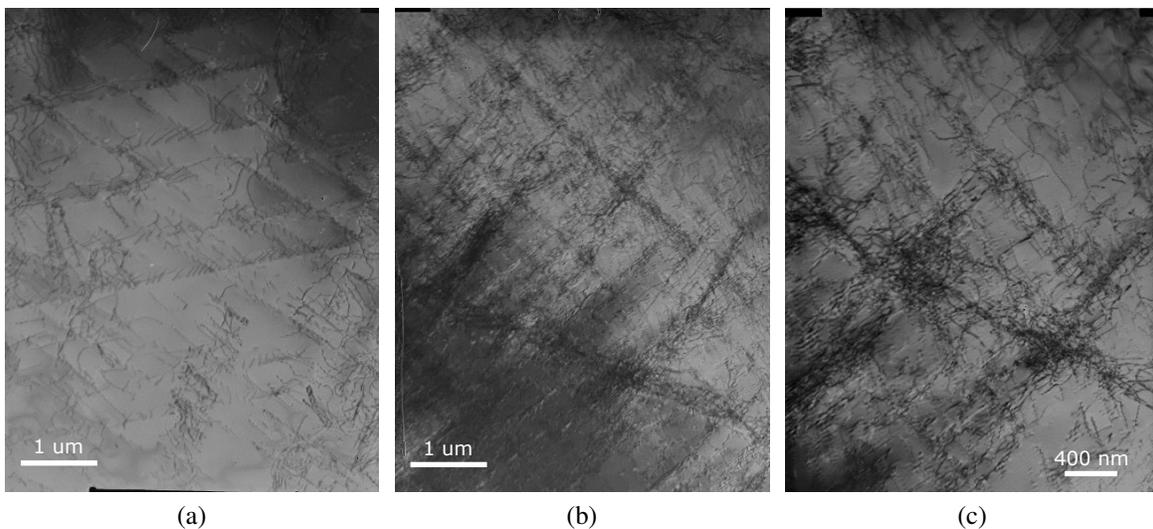


Figure 5.18: Micrographies de grains à 80 μm de la surface libre d'un échantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, de taille de grains 185 μm , déformé à 12 %.

Le nombre de grains totaux observés est de 5. Si les structures observées sont identiques à celles des grains à cœur, c'est-à-dire des réseaux de Taylor, on constate que l'espace inter-mur semble avoir augmenté comme le montre la micrographie 5.18a. En moyenne, celui-ci est de 560 nm, soit environ 30 % plus important que la valeur moyenne à cœur. Selon l'équation 4.18, cela revient à dire en première approximation que la contrainte interne est diminuée d'environ 30 % également [Kuhlmann-Wilsdorf 1989]. Ce résultat est dans l'ordre de grandeur des résultats numériques obtenus par Sauzay *et al.* présenté au chapitre 1 qui prévoit une diminution de 20 % du niveau de contrainte entre les grains à cœur et les grains en surface [Sauzay et Gilormini 2000]. Le modèle de plasticité cristalline de Barbe *et al.* prévoit quant à lui une différence de 8 %, quelque

peu éloigné du résultat expérimental [Barbe et al. 1999]. Cependant, compte tenu du rapport t/d de cet échantillon (4), la différence peut s'expliquer par une diminution de la contrainte interne due notamment à la disparition des joints parallèles à la surface libre et en conséquence à l'influence étendue des effets de surface. A ce titre, Keller *et al.* rapporte une diminution, statistiquement vérifiée, de la contrainte intragranulaire entre les grains à cœur et les grains de surface d'échantillons de nickel pur présentant un rapport t/d de 2,5 compris entre 20 % et 300 % selon le niveau de déformation considéré [Keller 2009]. Pour un niveau de déformation proche de 12 %, l'écart se situe aux alentours de 22 %, soit proche du niveau observé pour nos échantillons. Notons toutefois que les structures de dislocations observées dans le cas du nickel sont de types et cellules.

Conclusions et Perspectives

Au cours de cette thèse, les contributions sur le comportement mécanique de différents effets de taille pouvant apparaître au cours de la miniaturisation des objets ont été étudiés. A cette fin, des essais de traction quasi-statique et de charge/décharge ont été réalisés, accompagnés par des observations en microscope électronique à transmission. L'évolution du comportement mécanique d'éprouvettes de différentes épaisseurs (1,6 mm, 0,25 mm et 0,125 mm) et de différentes microstructures révèle de profonds changements dans les mécanismes de déformation liés à la transition volume/surface.

L'étude bibliographique effectuée a permis de préciser et d'axer les recherches sur deux effets de taille contingents à la modification des dimensions des échantillons : l'effet des dimensions, l'effet (propre et statistique) du nombre de grains dans l'épaisseur représenté par le rapport t/d . A ceux-ci il convient d'ajouter l'effet de la taille de grain. L'analyse systématique de la texture cristallographique, de la taille de grains des échantillons ainsi que la recherche d'une phase ordonnée permet en outre de s'assurer que l'étude porte bien sur les effets de tailles.

Les principales conclusions de cette étude sur les transitions volume/surface du comportement mécanique d'un alliage Ni20wt.%Cr sont les suivantes :

- Lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur (t/d) diminue en deçà d'une valeur critique, évaluée à 8 pour l'alliage Ni20wt.%Cr, une relation unique de Hall-Petch ne peut plus être maintenue bien qu'un effet de joint de grain soit toujours présent. Ce rapport critique définit ainsi la limite inférieure du domaine de comportement polycristallin avant l'entrée dans le domaine multicristallin. Ce dernier se caractérise notamment par une sensibilité accrue à la taille de grain, un retard du glissement multiple et une baisse de la contrainte interne à longue distance. Ce résultat suggère par ailleurs que l'identification et la comparaison des paramètres d'une loi de Hall et Petch sur des échantillons de faibles épaisseurs doit tenir compte du domaine auquel « appartient » l'échantillon.
- La transition polycristal/multicristal induit des modifications importantes sur certains paramètres du modèle d'écrouissage de Kocks et Mecking, tels que $(\sigma\theta)_0$.
- Pour les rapports t/d inférieurs à 2, le niveau de la contrainte d'écoulement macroscopique à un niveau de déformation donné évolue peu en fonction de la taille de grain. Ce second rapport critique marque l'entrée dans le domaine quasi-monocristallin. Toutefois il apparaît que la réduction d'épaisseur semble abaisser le niveau de contrainte atteint suggérant l'existence d'un effet de taille adoucissant lié à celle-ci.

Toutefois ces résultats nécessiteraient d'être complétés par l'étude plus exhaustive d'échantillons de taille de grains constante mais d'épaisseurs différentes afin de conforter et d'affiner les hypothèses avancées sur l'effet du rapport t/d ainsi que celui de l'épaisseur.

Les observations en microscopie électronique à transmission semblent s'accorder avec la baisse de la contrainte interne à longue distance ainsi que le retard d'activation du glissement multiple dès lors que les échantillons entrent dans le domaine multicristallin. En outre, l'observation des structures de dislocations proches de la surface sur un échantillon appartenant au domaine multicristallin (t/d environ égal à 4) tend à confirmer l'existence d'un effet de surface adoucissant. La baisse de la densité de joints de grains parallèles à la surface libre avec la diminution du rapport t/d étendrait alors la zone d'influence des effets de surface dans l'épaisseur. Toutefois, les mesures effectuées restent relativement simples et peu nombreuses. Une campagne plus poussée d'observations en microscopie électronique sur des grains en surface et à cœur de diverses épaisseurs et tailles de grains permettrait de valider ce point.

La comparaison avec les résultats obtenus sur le nickel de haute pureté offre également un axe de réflexion intéressant à plus d'un titre. Il en ressort en particulier l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur la valeur du rapport critique de t/d . Ce constat avait déjà été fait par Miyazaki *et al.*, ce qui leur a notamment permis de proposer un modèle expliquant ce phénomène [Miyazaki *et al.* 1978]. Toutefois, celui-ci ne tient pas compte de l'existence du domaine quasi-monocristallin que le présent travail met en évidence. Les résultats obtenus s'en trouvent faussés et le modèle proposé invalidé. Un effort de recherche en ce sens permettrait éventuellement d'expliquer le phénomène et par la même d'expliquer éventuellement, comme les auteurs l'ont fait, l'impact de la taille de grain sur le rapport t/d critique observé.

L'utilisation plus poussée d'outils tels que l'analyse des champs de déformation par corrélation d'image pourrait permettre de lever certaines barrières techniques et ainsi de répondre à certaines interrogations. En effet, l'état de l'art actuel de cette technique permet de piloter en vitesse de déformation des essais de traction. Il deviendrait alors possible de disposer de résultats sur des épaisseurs plus minces avec une précision importante. Cela permettrait de compléter l'étude de l'influence de l'épaisseur. Par ailleurs, si aucun effet statistique particulier lié à la baisse du nombre de grains dans l'épaisseur n'a pu être mis en évidence, l'utilisation de moyens optiques plus poussés devrait donner accès aux champs de déformation à l'échelle de quelques grains. La localisation de la déformation éventuellement mise en évidence et son amplitude pourraient s'avérer utiles dans l'optique de proposer un modèle mécanique ou numérique. En particulier, ce type de résultats expérimentaux autoriserait une comparaison directe avec la simulation numérique d'un agrégat polycristallin en éléments finis tenant compte des effets de taille, basée notamment sur les modèles de plasticité cristalline ou de gradient de déformation. Ce type de simulation permettrait en outre d'accéder à certaines informations délicates à obtenir expérimentalement comme le nombre de systèmes de glissement activés dans un grain aléatoirement orienté.

Les travaux effectués présentent également un intérêt pour la mise en forme de matériaux minces. Ils montrent principalement l'importance du paramètre t/d au niveau industriel. L'ajus-

tement de celui-ci grâce à la taille de grain permet en effet à un fournisseur de proposer un produit dont les caractéristiques mécaniques sont indépendantes de l'épaisseur considérée. Toutefois, celle-ci doit rester dans le domaine micrométrique. En effet, la compréhension encore pauvre de l'influence de l'épaisseur ne permet de garantir la validité de ce phénomène pour des épaisseurs proches ou inférieures au micron. De plus, la taille de grains ne doit pas entrer dans le domaine submicronique comme l'a montrée l'étude bibliographique proposée.

Par ailleurs, les techniques de mise en forme s'appuient souvent sur une mise en température du matériau ou sur l'utilisation de vitesses de déformation élevées. De telles conditions de sollicitation peuvent modifier grandement l'influence du paramètre t/d sur le comportement mécanique d'un alliage. Néanmoins, dès lors que la température n'excède pas 600 °C, nos essais mécaniques effectués en température montrent que la modification du comportement mécanique observée à température ambiante n'impacte pas la modélisation simple du comportement en température à l'aide de courbes maîtresses proposée par Kocks et Mecking [Kocks et Mecking 2003]. Il conviendrait toutefois d'étendre la gamme de rapports t/d étudiés afin de conforter cette idée. En outre, des essais menés à différentes température et à différentes vitesses de déformation permettraient d'évaluer l'impact de la transition polycristal-multicristal sur les changements de mécanismes de déformation observés par Dudova *et al.* [Dudova *et al.* 2009]. Ces diverses études permettraient certainement d'améliorer la qualité des produits finis de faibles dimensions. Par ailleurs, l'analyse des structures de dislocations en microscopie à transmission de ces différents essais pourrait éventuellement fournir une explication sur l'influence avérée de la taille de grain (ou du rapport t/d) sur le trou de ductilité de l'alliage Ni20wt.%Cr. Enfin, la compréhension fine des mécanismes à son origine offrirait éventuellement la capacité de disposer d'un produit final sans gamme de température interdite.

Liste des Symboles et Abréviations

α	paramètre d'écrouissage
β	rapport entre le libre parcours moyen et la distance inter-dislocations mobiles
Δ_{II}	taux d'écrouissage latent en stade II
$\Delta\varepsilon_{II}$	longueur du stade II
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement
ε	déformation
$\varepsilon_{I/II}$	déformation pour laquelle le stade II est activé
$\varepsilon_{II/III}$	déformation pour laquelle le stade III est activé
γ	cisaillement
γ_{efe}	énergie de faute d'empilement
\bar{d}	taille de grain moyenne
ρ	densité de dislocation totale
ρ_{GNB}	densités de dislocations géométriquement nécessaires
ρ_{SSD}	densité de dislocations statistiquement stockées
σ	contrainte d'écoulement
σ_0	constante de la loi de Hall-Petch
σ_{eff}	contrainte effective
$\sigma_{I/II}$	contrainte pour laquelle le stade II est activée
$\sigma_{II/III}$	contrainte pour laquelle le stade III est activée
σ_{eff}^0	constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective
τ	cission
θ	taux d'écrouissage
θ_{II}	taux d'écrouissage en stade II

$(\sigma\theta)_0$ contribution des joints de grains à l'écrouissage

b vecteur de Burgers

c.c. cubique centré

c.f.c. cubique à faces centrées

d taille de grain

E Module d'Young

E.B.S.D. Electron BackScattered Diffraction

k constante de Boltzman

k_{eff} constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective

k_{HP} constante de la loi de Hall-Petch

k_X constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne

M.E.B. Microscopie Electronique à Balayage

M.E.T. Microscopie Electronique en Transmission

P probabilité d'annihilation de deux dislocations

s_i paramètre permettant de décrire une structure de dislocation particulière

T température

t épaisseur

t/d nombre de grains dans l'épaisseur

w largeur

X contrainte interne

X_0 constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne

X_{inter} contrainte interne intergranulaire

X_{intra} contrainte interne intragranulaire

y distance critique d'annihilation de deux dislocations

Bibliographie

- E. Aernoudt, P. Van Houtte, et T. Leffers (1993). Deformation and texture of metals at large strain. In *Material Science and Technology*, volume 6, pages 90 – 133. VCH Publisher Inc.
- A. Akhtar et E. Teghtsoonian (1971). Plastic deformation of ni-cr single crystals. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2(10) :2757–2763.
- J. Aldazabal et J. Gil Sevillano (2004). Hall-petch behaviour induced by plastic strain gradients. *Materials Science and Engineering A*, 365(1-2) :186–190.
- R. W. Armstrong (1961). On size effects in polycrystal plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 9(3) :196–199.
- R. W. Armstrong, I. Codd, R.M. Douthwaite, et N.J. Petch (1962). *Philosophical Magazine*, 7.
- E. Arzt (1998). Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints : a comparative review. *Acta Materialia*, 46(16) :5611–5626.
- M.F. Ashby (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine*, 21 :399–424.
- M.F. Ashby, C. Gandhi, et D. M. R. Taplin (1979). Fracture mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys. *Acta Metallurgica*, 27 :669–729.
- A. Bagariatskii et D. Tiapkin (1958). The atomic structure of solid solutions of chromium in nickel. *Sov. Phys. Doklady*, 3 :1025.
- T.N. Baker (1983). *Yield, Flow and Fracture of Polycrystals*. London.
- A. Baldan (1997). Combined effects of thin-section size, grain size and cavities on the high temperature creep fracture properties of a nickel-base superalloy. *Journal of Materials Science*, 32(1) :35–45.
- F. Barbe, G. Cailletaud, et S. Forest (1999). F.e. study of the surface effect in polycrystalline aggregates. Sung Pil Chang.
- Fabrice Barbe, Samuel Forest, et Georges Cailletaud (2001). Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates.part 2 : Results. *International Journal of Plasticity*, 17(4) :537–563.
- C.R. Barrett, J.L. Lytton, et O.D. Sherby (1967). *Trans. Met. Soc.*
- Charles S. Barrett et T.B. Massalski (1966). *Structure of Metals*.
- David J. Benson, Hsueh-Hung Fu, et Marc Andre Meyers (2001). On the effect of grain size on yield stress : extension into nanocrystalline domain. *Materials Science and Engineering A*, 319-321 :854–861.

- S. Berbenni, V. Favier, et M. Berveiller (2006). Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity*, In Press, Corrected Proof.
- W. Blum (1993). High-temperature deformation and creep of crystalline solids. In *Material Science and Technology*, volume 6, pages 359–405. VCH Publisher Inc.
- J. Bouchaud (2007). taking the pulse of the mems industry. Technical report, WTC.
- R. Brownsword et M. R. Hoar (1973). The influence of grain size on secondary creep rate in nimonic 80a tested at 600 °c. *Scripta Metallurgica*, 7(6) :643–645.
- M. Z. Butt et U. Sattar (2001). Deformation behavior of nickel-chromium alloys with special reference to the nature of solute distribution. *Journal of Materials Science Letters*, 20(8) :759–761.
- G. Calvarin-Amiri (1998). *Correlations entre cinétique d'oxydation, microstructure et comportement mécanique. Application à du feuillard Ni-20Cr*. Thèse de doctorat, Paris XI, Paris.
- G. Calvarin-Amiri, A. F. Gourgues, A. M. Huntz, et R. Molins (2001). Effect of environment on the mechanical behavior of ni-20cr thin strip. *Materials Science and Engineering A*, 298(1-2) :200–208.
- I.W. Chen et A.S. Argon (1979). Steady state power-law creep in heterogeneous alloys with coarse microstructures. *Acta Metall.*, 27(5) :785–791.
- R. L. Coble (1963). A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. *Journal of Applied Physics*, 34(6) :1679–1682.
- Hans Conrad (2003). Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in cu. *Materials Science and Engineering A*, 341(1-2) :216–228.
- Hans Conrad et Kang Jung (2005). Effect of grain size from millimeters to nanometers on the flow stress and deformation kinetics of ag. *Materials Science and Engineering A*, 391(1-2) :272–284.
- A.H Cottrell (1953). Dislocations and plastic flow in crystals. In Oxford University Press, editor, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, volume 2, page 111. London. 0022-5096 doi : DOI : 10.1016/0022-5096(53)90029-5.
- F.W. Crossman et M.F. Ashby (1975). Non-uniform flow of polycrystals by grain-boundary sliding accommodated by power-law creep. *Acta Metall.*, 23(4) :425–440.
- J. I. Dickson, J. Boutin, et L. Handfield (1984). A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Materials Science and Engineering*, 64(1) :L7–L11.
- J. I. Dickson, L. Handfield, et G. L'Esperance (1983). Cyclic softening and thermally activated deformation of titanium and zirconium. *Materials Science and Engineering*, 60(2) :L3–L7.
- G E Dieter (1986). Ductility. In McGraw-Hill Book Co, editor, *Mechanical Metallurgy*.
- R. Dixon et J. Bouchaud (2007). Prospects for mems in the automotive industry. Technical report, WTC.
- R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, et A. D. Rollett (1997). Current issues in recrystallization : a review. *Materials Science and Engineering A*, 238(2) :219–274.

- N. Dudova, R. Kaibyshev, et V. Valitov (2009). Deformation mechanisms in cr20ni80 alloy at elevated temperatures. *The Physics of Metals and Metallography*, 107(4) :409–418.
- U. Engel et R. Eckstein (2002). Microforming—from basic research to its realization. *Journal of Materials Processing Technology*, 125-126 :35–44.
- H. D. Espinosa, M. Panico, S. Berbenni, et K. W. Schwarz (2006). Discrete dislocation dynamics simulations to interpret plasticity size and surface effects in freestanding fcc thin films. *International Journal of Plasticity*, 22(11) :2091–2117.
- H. D. Espinosa, B. C. Prorok, et B. Peng (2004). Plasticity size effects in free-standing submicron polycrystalline fcc films subjected to pure tension. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(3) :667–689.
- T.T. Fang et K. L. Murty (1983). Grain-size-dependent creep of stainless steel. *1983*, 61(3).
- X. Feaugas (1999). On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel aisi 316l at 300 k : back stress and effective stress. *Acta Materialia*, 47(13) :3617–3632.
- X. Feaugas et H. Haddou (2003). Grain-size effects on tensile behavior of nickel and aisi 316l stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 34A(10) :2329–2340.
- N. A. Fleck et J. W. Hutchinson (1993). A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(12) :1825–1857.
- J. T. Fourie (1968). The flow stress gradient between the surface and centre of deformed copper single crystals. *Philosophical Magazine*, 17(148) :735–756.
- J.T. Fourie (1970). Sub-surface dislocation structure of deformed copper. *Philosophical Magazine*, 21(173) :977 – 985.
- E. Frely (1997). *Etude des interactions entre effets d'irradiation et effets d'ordre chimique dans les alliages ternaires Ni-Cr-Fe*. Thèse de doctorat, Université de Paris Sud/U.F.R. Scientifique d'Orsay, Paris.
- H.J. Frost et M.F. Ashby (1982). *Deformation Mechanism Maps*. Pergamon Press.
- H. H. Fu, D. J. Benson, et M. A. Meyers (2001). Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals. *Acta Materialia*, 49(13) :2567–2582.
- H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, et J. W. Hutchinson (1999). Mechanism-based strain gradient plasticity— i. theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(6) :1239–1263.
- F. Garofalo, W.F. Domis, et F. Von Gemmingen (1964). Effect of grain size on the creep behavior of an austenitic iron-base alloy. *Trans. Met. Soc.*
- M. G. D. Geers, W. A. M. Brekelmans, et P. J. M. Janssen (2006). Size effects in miniaturized polycrystalline fcc samples : Strengthening versus weakening. *International Journal of Solids and Structures*, 43(24) :7304–7321.
- M. Geiger, M. Kleiner, R. Eckstein, N. Tiesler, et U. Engel (2001). Microforming. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 50(2) :445–462.

- V. Y. Gertsman, M. Hoffmann, H. Gleiter, et R. Birringer (1994). The study of grain size dependence of yield stress of copper for a wide grain size range. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(10) :3539–3544.
- Patric A. Gruber, Jochen Böhm, Felix Onuseit, Alexander Wanner, Ralph Spolenak, et Eduard Arzt (2008). Size effects on yield strength and strain hardening for ultra-thin cu films with and without passivation : A study by synchrotron and bulge test techniques. *Acta Materialia*, 56(10) :2318–2335.
- Haddou (2003). *Influence de la taille de grain et de l'énergie de défaut d'empilement sur l'état de contraintes internes développé au cours de la déformation plastique en traction simple et en fatigue oligocyclique (alliages C.F.C.)*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne.
- E.O. Hall (1951). *Proc. Roy. Soc.*, B64 :474.
- N. Hansen (1977). The effect of grain size and strain on the tensile flow stress of aluminium at room temperature. *Acta Metallurgica*, 25(8) :863–869.
- Niels Hansen (1985). *Metallurgical and Materials Transactions A*, 16A :2167–2190.
- M. A. Haque et M. T. A. Saif (2003). Strain gradient effect in nanoscale thin films. *Acta Materialia*, 51(11) :3053–3061.
- Conyers Herring (1950). Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. *Journal of Applied Physics*, 21(5) :437–445.
- J. Hirth et J. Lothe (1992). *Theory of Dislocations*. Krieger Publishing Company.
- J.P.M. Hoefnagels, P. J. M. Janssen, Th H. de Keijser, et M. G. D. Geers (2008). First-order size effects in the mechanics of miniaturized components. *Applied Mechanics and Materials*, 13-14 :183–192.
- D. A. Hughes et A. Godfrey (1998). *Dislocation structures formed during hot and cold working*.
- R. A. Jago et N. Hansen (1986). Grain size effects in the deformation of polycrystalline iron. *Acta Metallurgica*, 34(9) :1711–1720.
- P. J. M. Janssen (2008). *First-order size effects in the mechanics of miniaturised components*. Thèse de doctorat, Eindhoven University, Eindhoven.
- P. J. M. Janssen, Th H. de Keijser, et M. G. D. Geers (2006). An experimental assessment of grain size effects in the uniaxial straining of thin al sheet with a few grains across the thickness. *Materials Science and Engineering : A*, 419(1-2) :238–248.
- P. J. M. Janssen, J. P. M. Hoefnagels, Th H. de Keijser, et M. G. D. Geers (2008). Processing induced size effects in plastic yielding upon miniaturisation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(8) :2687–2706.
- Dorte Jensen, Anthony Thompson, et Niels Hansen (1989). The role of grain size and strain in work hardening and texture development. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 20(12) :2803–2810.
- T. Jimma et F. Sekine (1990). On high-speed precision blanking of ic lead-frames using a progressive die. *Journal of Materials Processing Technology*, 22(3) :291–305.

- R. Jones et H. Conrad (1969). *Trans. Met. Soc.*, (245) :779–789.
- T. A. Kals et Ralf Eckstein (2000). Miniaturization in sheet metal working. *Journal of Materials Processing Technology*, 103(1) :95–101.
- Imam H. Kazi, P. M. Wild, T. N. Moore, et M. Sayer (2003). The electromechanical behavior of nichrome (80/20 wt. *Thin Solid Films*, 433(1-2) :337–343.
- Clement Keller (2009). *Etude expérimentale des transitions volume/surface des propriétés mécaniques du nickel polycristallin de haute pureté*. Thèse de doctorat, Université de Caen/Basse-Normandie, Caen.
- Clement Keller et Eric Hug (2008). Hall-petch behaviour of ni polycrystals with a few grains per thickness. *Materials Letters*, 62(10-11) :1718–1720.
- C. Keller, E. Hug, et D. Chateigner (2009a). On the origin of the stress decrease for nickel polycrystals with few grains across the thickness. *Materials Science and Engineering : A*, 500(1-2) :207–215.
- C. Keller, E. Hug, R. Retoux, et X. Feugas (2009b). Tem study of dislocation patterns in near-surface and core regions of deformed nickel polycrystals with few grains across the cross section. *Mechanics of Materials*, 42(1) :44–54.
- SungSoo Kim, Il Hyun Kuk, et Joung Soo Kim (2000). Order-disorder reaction in alloy 600. *Materials Science and Engineering A*, 279(1-2) :142–148.
- M. Klein, A. Hadrboletz, B. Weiss, et G. Khatibi (2001). The ‘size effect’ on the stress-strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils. *Materials Science and Engineering A*, 319-321 :924–928.
- U. F. Kocks et H. Mecking (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the fcc case. *Progress in Materials Science*, 48(3) :171–273.
- O. Kraft, M. Hommel, et E. Arzt (2000). X-ray diffraction as a tool to study the mechanical behaviour of thin films. *Materials Science and Engineering A*, 288(2) :209–216.
- D. Kuhlmann-Wilsdorf (1989). Theory of plastic deformation : - properties of low energy dislocation structures. *Materials Science and Engineering : A*, 113 :1–41.
- P. Landau, R. Z. Shneck, G. Makov, et A. Venkert (2009). Evolution of dislocation patterns in fcc metals.
- A. Lasserre (1984). La methode de bragg et williams appliquée à la structure ni₂cr. In *L’Ordre et le Désordre dans les Matériaux*.
- R. Latanision et A. Ruff (1971). The temperature dependence of stacking fault energy in fe-cr-ni alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2(2) :505–509.
- Y Maehara et Y Ohmori (1984). The precipitation of aln and nbc and the hot ductility of low carbon steels. *Mater. Sci. Eng.*, 62(1) :109–119.
- W. L. Mankins et S. Lamb (1992). Nickel and nickel alloys. *ASM Handbook, Tenth Edition, Properties and Selection : Non Ferrous Alloy and Special Purpose Materials*, 2 :438–445.

- A. Maras et E. Hug (2004). *Caractérisation mécanique et microstructurale des alliages Ni-20Cr utilisés dans la conception de dispositifs de déclenchement d'airbags*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne. Rapport de DEA.
- A. Marucco (1990). Effects of composition on the order-disorder transformation in ni-cr based alloys.
- A. Marucco (1994). Atomic ordering in the ni-cr-fe system. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 189(1-2) :267–276.
- A. Marucco et B. Nath (1988). Effects of ordering on the properties of ni-cr alloys. *Journal of Materials Science*, 23(6) :2107–2114.
- J. D. Meakin et N. J. Petch (1974). *Strain-hardening of polycrystals : The α -brasses*. Taylor & Francis.
- H. Mecking (1977). Description of hardening curves of f.c.c. single- and polycrystals. In *Work hardening in tension and fatigue*, pages 67–89. TMS-AIME, United States. System Entry Date : 05/13/2001.
- R. Meyer et L.J. Lewis (2002). Stacking fault energy for ag, cu, and ni from empirical tight-binding potentials.
- K. P. Mingard, B. Roebuck, E. G. Bennett, M. G. Gee, H. Nordenstrom, G. Sweetman, et P. Chan (2009). Comparison of ebsd and conventional methods of grain size measurement of hardmetals. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27(2) :213–223.
- Shuichi Miyazaki, Shibata Kenji, et Hiroshi Fujita (1978). Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes. *Acta Metallurgica*, 27 :855–862.
- H. Mughrabi (1987). A two-parameter description of heterogeneous dislocation distributions in deformed metal crystals. *Materials Science and Engineering*, 85 :15–31.
- S. Nagarjuna, M. Srinivas, K. Balasubramanian, et D. S. Sarma (1996). The alloy content and grain size dependence of flow stress in cu—ti alloys. *Acta Materialia*, 44(6) :2285–2293.
- E. Nakamachi, K. Hiraiwa, H. Morimoto, et M. Harimoto (2000). Elastic/crystalline viscoplastic finite element analyses of single- and poly-crystal sheet deformations and their experimental verification. *International Journal of Plasticity*, 16(12) :1419–1441.
- P. Nash (1991). Phase diagrams of binary nickel alloys. In *ASM Handbook*, volume 3, page 691. ASM International.
- William D. Nix (1998). Yielding and strain hardening of thin metal films on substrates. *Scripta Materialia*, 39(4-5) :545–554.
- M.T. Perrot-Simonetta et A. Kobylanski (1995). Influence of trace elements on hot ductility of an ultra high purity invar alloy. *Journal de Physique IV - Supplément au journal de Physique III*, 5.
- N.J. Petch (1953). *J. Iron Steel Inst.*, 174 :25.
- David A. Porter et K.E. Easterling (1992). Phase transformations in metals and alloys. In CRC Press, editor, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, page 358.

- D. D. Pruthi, M. S. Anand, et R. P. Agarwala (1977). Diffusion of chromium in inconel-600. *Journal of Nuclear Materials*, 64(1-2) :206–210.
- S. Quilici, S. Forest, et G. Cailletaud (1998). On size effects in torsion of multi- and polycrystalline specimens. *Journal De Physique Iv*, 8(P8) :325–332.
- W.A. Raschinger (1952). Relative grain translations in the plastic flow of aluminium. *Journal Institute of Metals*, 81 :33–41.
- L. V. Raulea, A. M. Goijaerts, L. E. Govaert, et F. P. T. Baaijens (2001). Size effects in the processing of thin metal sheets. *Journal of Materials Processing Technology*, 115(1) :44–48.
- Marion Risbet, Eric Hug, et Nicolas Buiron (2005). Interactions entre propriétés thermomécaniques et propriétés électriques d’alliages ni-20cr de faibles épaisseurs.
- A. D. Rollett et S.I. Wright (1998). Typical textures in metals. In *Texture and Anisotropy*, page 179. Cambridge University Press.
- O. A. Ruano et O. D. Sherby (1988). On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms. *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, 23(4) :625–637.
- Y. Saotome, A. Itoh, et S. Amada (1993). Superplastic micro forming of double gear for millimachines. In *4th Int. Conf. on Technology of Plasticity*, pages 2000–2005.
- Y. Saotome et H. Iwazaki (2000). Superplastic extrusion of microgear shaft of 10 um in module. *J. Microsystem Technologies*, 4(6) :126–129.
- Maxime Sauzay et Pierre Gilormini (2000). Inclusion élastoplastique en surface. *Comptes Rendus de l’Académie des Sciences - Series IIB - Mechanics-Physics-Astronomy*, 328(2) :117–122.
- A. Schubert, T. Burkhardt, J. Kadner, et R. Neugebauer (1999). High precision embossing of metallic parts with microstructure. In *1st International Euspen Conference*, pages 530 – 533.
- J. Gil Sevillano (1993). Flow stress and work hardening. In *Material Science and Technology*, volume 6, pages 18–88. VCH Publisher Inc.
- G. Simons, Ch Weippert, J. Dual, et J. Villain (2006). Size effects in tensile testing of thin cold rolled and annealed cu foils. *Materials Science and Engineering : A*, 416(1-2) :290–299.
- J. S. Stoelken et A. G. Evans (1998). A microbend test method for measuring the plasticity length scale. *Acta Materialia*, 46(14) :5109–5115.
- K Sumino, Y Kawasaki, M Yamamoto, et M.P Sumino (1963a). Plastic deformation of foil copper crystal - i study of work hardening behavior. *Acta Metallurgica*, 11 :1223–1233.
- K. Sumino, Y. Kawasaki, M. Yamamoto, et M. P. Sumino (1963b). Plastic deformation of foil copper crystals–ii electron microscopical study. *Acta Metallurgica*, 11(11) :1235–1243.
- T. Tabata, K. Takagi, et H. Fujita (1975). Effect of grain size and deformation substructure on mechanical properties of polycrystalline cu-al alloys. *Trans. Jpn. Inst. Met.*, 16(9) :569–579.
- D.M.R. Taplin, A.K. Mukherjee, et M.C. Pandey (1984). Tensile behavior of inconel alloy x-750 in air and vacuum at elevated temperatures. *Metallurgical Transactions A*, 15A :1763–1767.
- T. Tawara, Y. Matsukawa, et M. Kiritani (2003). Defect structure of gold introduced by high-speed deformation. *Materials Science and Engineering A*, 350(1-2) :70–75.

- A. Taylor et KG Hinton (1952). A study of order-disorder and precipitation phenomena in nickel-chromium alloys. *J. Inst. Metals*, 81 :169.
- Anthony W. Thompson (1974). Use of non-polycrystal specimens in mechanical behavior tests. *Scripta Metallurgica*, 8(2) :145–147.
- A.W. Thompson (1977). Work hardening in tension and fatigue. In *Work Hardening in Tension and Fatigue*, pages 89–126. TMS-AISME.
- Ramnath Venkatraman et John Bravman (1992). Separation of film thickness and grain boundary strengthening effects in al thin films on si. *Journal of Materials Research*, 7(8) :2040–2048.
- B. Weiss, V. Gröger, G. Khatibi, A. Kotas, P. Zimprich, R. Stickler, et B. Zagar (2002). Characterization of mechanical and thermal properties of thin cu foils and wires. *Sensors and actuators A*, 99 :172–182.
- B. A. Wilcox et A. H. Clauer (1972). The role of grain size and shape in strengthening of dispersion hardened nickel alloys. *Acta Metallurgica*, 20(5) :743–757.
- Kee-Do Woo, Sug-Won Kim, Chang-Ho Yang, Tai Ping Lou, et Yasuhiro Miura (2003). Effects of grain size on high temperature deformation behavior of al-4mg-0.4sc alloy. *Materials Letters*, 57(13-14) :1903–1909.
- Y. Xiang et J. J. Vlassak (2006). Bauschinger and size effects in thin-film plasticity. *Acta Materialia*, 54(20) :5449–5460.
- D. Y. W. Yu et F. Spaepen (2004). The yield strength of thin copper films on kapton. *Journal of Applied Physics*, 95(6) :2991–2997.
- G. Yun, K. C. Hwang, Y. Huang, et P. D. Wu (2005). A reformulation of mechanism-based strain gradient plasticity. Taylor & Francis.
- Yuntian T. Zhu et Terence G. Langdon (2005). Influence of grain size on deformation mechanisms : An extension to nanocrystalline materials. *Materials Science and Engineering : A*, 409(1-2) :234–242.

Comportement mécanique en fluage

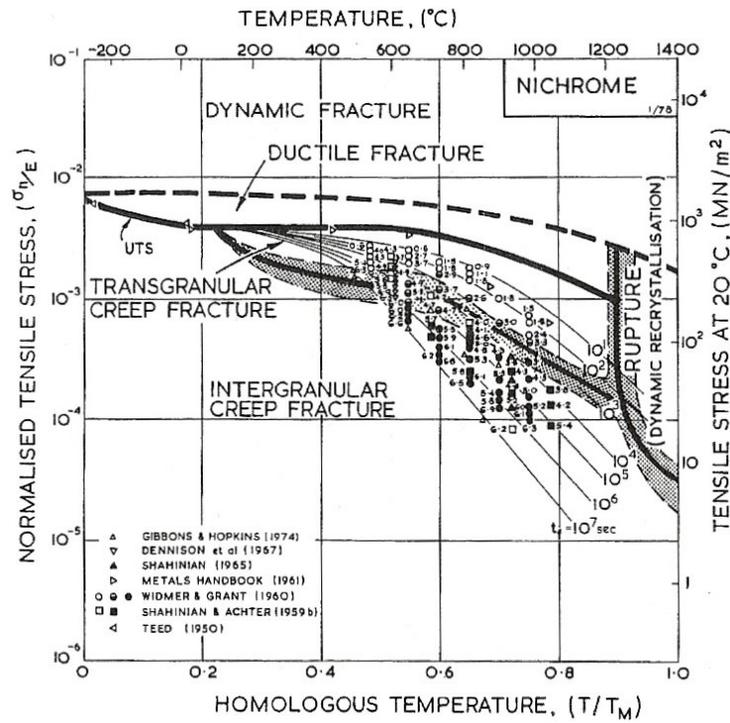
A.1 Données sur le fluage des alliages nickel-chrome

Le mécanisme de rupture de même que le temps avant celle-ci dépendent étroitement de la contrainte et de la température de l'essai de fluage. Depuis les travaux d'Ashby *et al* la carte des modes de rupture **A.1a** de l'alliage Ni20wt.%Cr est connue [Ashby *et al.* 1979]. En outre, Frost et Ashby ont établi la carte des modes de déformation **A.1b** pour un alliage Ni20wt.%Cr avec un diamètre moyen de grain de 100 μm [Frost et Ashby 1982]. Pour les faibles températures, en deçà de 200 °C, et les fortes contraintes, on retrouve donc la plasticité. A l'autre extrême, pour les températures élevées et de faibles contraintes apparaissent les deux domaines du fluage diffusion : le fluage de Coble (diffusion intergranulaire) pour les températures en deçà de 1200 °C (c'est-à-dire $T/T_M < 0,8$) et le fluage de Nabarro-Herring pour les température au delà (soit $T/T_M > 0,8$). Le reste du domaine correspond au fluage dislocations. En sus des domaines de prédominance de chaque mécanisme, Frost et Ashby ont fait apparaître des lignes correspondant à des vitesse de déformation constante en cisaillement ($\dot{\gamma}$). Il est alors possible de relier γ_s et $\dot{\gamma}$ à σ_1 et $\dot{\epsilon}_1$ par les relations suivantes :

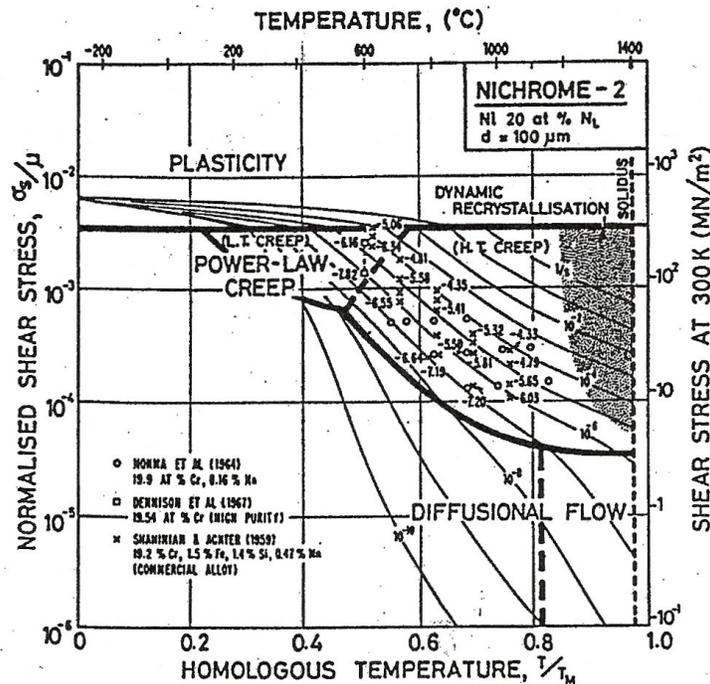
$$\begin{cases} \gamma_s = \frac{\gamma_1}{\sqrt{3}} \\ \dot{\gamma} = \sqrt{3}\dot{\epsilon} \end{cases} \quad (\text{A.1})$$

On constate dès à présent que pour la température de nos essais de fluage, c'est-à-dire 900 °C, et aux niveaux de contraintes appliqués, de 20 MPa à 40 MPa, le mode de rupture est à priori de type intergranulaire.

Par ailleurs, comme la température n'excède pas 0,53 T_M ($T_M = 1\ 673\ \text{K}$), l'alliage est sollicité dans le domaine marqué « diffusional flow » sur la carte d'Ashby (plus précisément, le fluage est à priori de type Coble).



(a) Modes de ruptures



(b) Modes de déformation

Figure A.1: a) Carte des modes de rupture pour le nichrome. B) Carte des modes de déformation pour le nichrome, $d = 100 \mu\text{m}$ [Ashby et al. 1979, Frost et Ashby 1982]

A.1.1 Influence de la taille de grain

La taille de grain est également un paramètre de premier ordre dans le comportement en fluage d'un alliage polycristallin. Néanmoins, son influence dépend également du mécanisme de fluage à l'oeuvre. En outre, rien n'assure à priori que le mode de fluage ne varie pas en fonction de la taille de grain.

Il existe principalement trois stades de fluage, caractérisés entre autre par leur vitesse de déformation comme le montre la figure A.4. Le stade II, de part son ampleur, a été fortement étudié. En effet, du comportement d'un matériau dans ce stade dépend en général la durée de vie d'une pièce sollicitée en fluage.

Influence de la taille de grain sur le comportement en régime stationnaire, ou stade II

L'équation générale régissant le stade II est dite « loi puissance » :

$$\dot{\epsilon} = A_c (D_v G b / kT) (\sigma / G)^n \quad (\text{A.2})$$

où A_c est une constante adimensionnelle et n l'exposant de la contrainte. On voit que la taille de grain contrairement à certains modèles proposés en stade I par exemple (théorie de Nabarro-Herring ou Coble [Coble 1963, Herring 1950]) n'entre pas en ligne de compte dans le modèle théorique proposé. Cependant, les observations expérimentales, bien que parfois contradictoires, ne vont pas dans ce sens [Brownsword et Hoar 1973, Garofalo et al. 1964]. Une caractéristique cependant commune à ces études est que le taux de déformation diminue lorsque la taille de grain augmente, jusqu'à une valeur critique d'environ égale à $100 \mu\text{m}$ (voir figure A.2). C'est le comportement au delà de cette taille de grain qui diffère selon les auteurs, certains rapportant une valeur constante de $\dot{\epsilon}$ (et donc indépendante de la taille de grain) [Brownsword et Hoar 1973] et d'autres une valeur $\dot{\epsilon}$ qui croît avec la taille de grain [Garofalo et al. 1964].

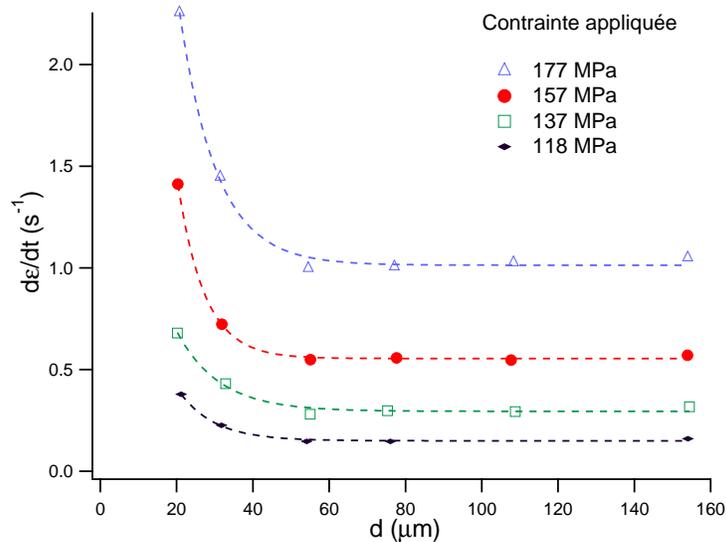


Figure A.2: Taux de déformation en fluage en fonction de la taille de grain

Barret *et al* [Barrett *et al.* 1967] explique l'augmentation du taux de déformation en fluage avec la diminution de la taille de grain comme étant du fait de l'importance croissante que prendrait le glissement intergranulaire. Dans les modèles de Crossman et Ashby [Crossman et Ashby 1975] ou de Chen et Argon [Chen et Argon 1979], le glissement intergranulaire peut augmenter la contrainte appliquée d'un facteur constant en dessous d'un certain taux de déformation, c'est-à-dire de façon équivalente, en dessous d'une certaine taille de grain. Fang et Murty ont d'ailleurs utilisé le mécanisme glissement intergranulaire, en s'appuyant sur la formation des plis de points triples contrôlés par la montée, et ont trouvé une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux existants [Fang et Murty 1983]. L'augmentation du taux de déformation en fluage avec la taille de grain a quant à elle été attribuée au rôle de barrières que jouent les joints de grains pour les dislocations [Barrett *et al.* 1967]. Dans le cas où le taux de déformation reste constant, l'explication serait que les « joints » des sous-grain constituent les barrières au mouvement des dislocations, en sus des joints de grains. Or leur dimension est indépendante de la taille de grain. Ainsi, au dessus de $100 \mu\text{m}$, la majorité des joints appartiendrait au sous grain, ce qui justifierait l'indépendance du taux de fluage à la taille de grain.

A.1.2 Effet du rapport t/d sur le comportement en fluage des alliages c.f.c.

A notre connaissance, il n'existe qu'une étude portant sur l'effet du nombre de grains dans la section dans le comportement en fluage des alliages. Il a été montré expérimentalement sur un alliage nickel chrome que la tenue en fluage diminue lorsque le rapport t/d diminue [Baldan 1997]. Ce nombre réduit de grains favoriserait en outre le glissement intergranulaire ce qui augmenterait la contrainte sur quelques grains d'orientation aléatoire. Les essais de fluage ont été effectués à $900 \text{ }^\circ\text{C}$ et à une contrainte de 300 MPa . Il apparaît que :

$$\varepsilon \propto \frac{l}{d} \quad (\text{A.3})$$

où ε_r est l'allongement à rupture en fluage et $2l=L$ avec L l'espace entre deux cavités observé lors d'une rupture en fluage. Il ressort alors que l'allongement à rupture normalisé par le diamètre de l'éprouvette est également une fonction linéaire de l/d . On peut alors en déduire la relation suivante [Baldan 1997] :

$$\varepsilon \propto \frac{D^2}{n_G l} \quad (\text{A.4})$$

où $n_G = \frac{D}{d}$ est le nombre de grains par section d'éprouvette. La figure A.3 montre la relation entre n_G et l'allongement à rupture ε_R

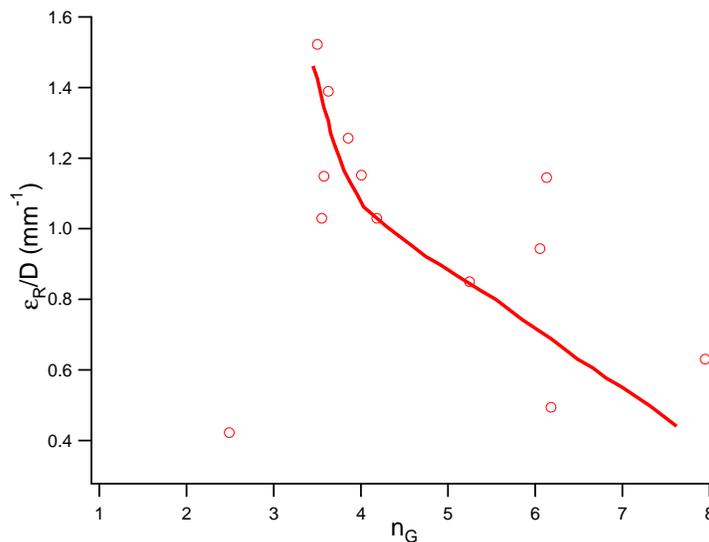


Figure A.3: Effet du nombre de grains dans la section, n_G , sur l'allongement à rupture normalisé, ε/D

Ainsi l'allongement à rupture augmente lorsque le nombre de grains dans la section diminue jusqu'à une valeur seuil que l'on peut situer aux alentours de 4. Baldan suggère que cette accroissement linéaire se poursuit lorsqu'on s'approche du monocristal, c'est-à-dire $n_G = 1$. L'auteur suppose que cela met en évidence que n_G n'est pas le seul paramètre pilotant l'allongement à rupture en fluage [Baldan 1997]. Toutefois, il convient de rappeler qu'un effet statistique peut apparaître et qu'une orientation cristalline privilégiée d'un ou quelques grains peut diminuer considérablement la tenue en fluage, à l'instar des résultats obtenus en traction à température ambiante [Janssen et al. 2008].

A.2 Essais de fluage et analyse

A.2.1 Essais de fluage

Les essais de fluage ont été réalisés à l'aide d'une machine Mayes TS30 à poids mort. Un montage spécifique a été conçu afin de pouvoir utiliser des éprouvettes de sections planes.

Ces essais n'ont pu être réalisés que sur les éprouvettes d'épaisseurs 1,6 mm, le montage n'assurant pas une prise suffisante dans les mors pour les éprouvettes de sections plus minces. Les principaux paramètres relevés sur les essais de fluage sont l'allongement à rupture, la durée de vie, le taux de déformation en stade II de fluage qui sont présentés sur le schéma ci-dessous.

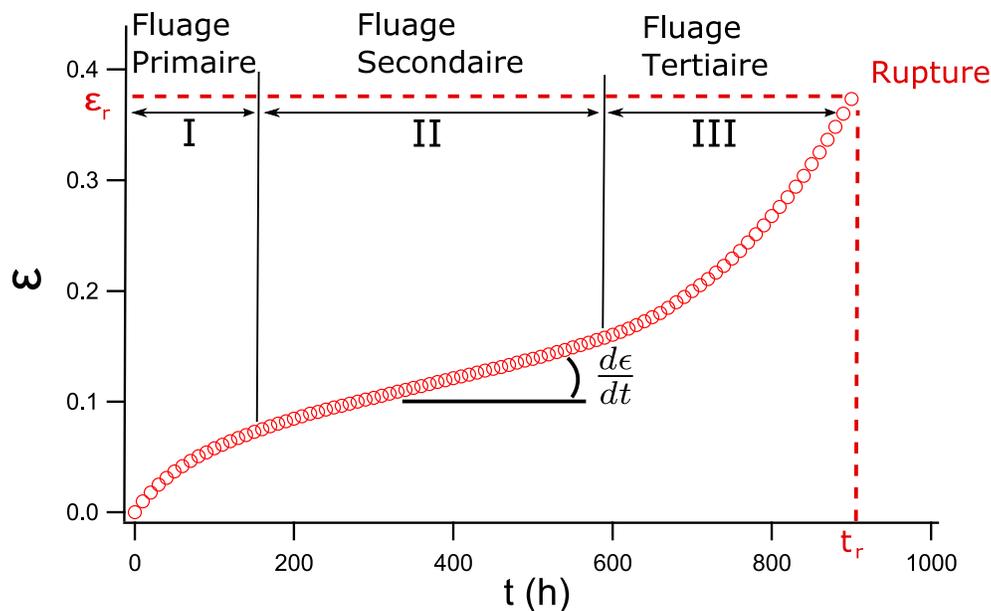


Figure A.4: Courbe de fluage caractéristique et principaux paramètres relevés.

A.2.2 Résultats

L'ensemble des essais en fluage isotherme a été mené jusqu'à rupture. Ils débutent en outre dès que la température de consigne est stable.

La campagne d'essais réalisée a pour principale fonction une analyse prospective des effets du rapport t/d sur le comportement en fluage sous air d'un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm. L'évolution de la vitesse de déformation stationnaire est étudiée en fonction de la contrainte appliquée à une température fixe de 900 °C. Cette température a été choisie puisque les essais de traction correspondants semblent également correspondre à du fluage.

Les caractéristiques dimensionnelles des échantillons sont présentées dans le tableau 4.6. Le

tableau A.1 récapitule les conditions d'essai et les relevés des principales caractéristiques des essais de fluage pour les deux tailles de grains.

Dénomination	Température de l'essai (°C)	Contrainte (MPa)	Durée (heures)	Allongement à rupture (%)
A10 d = 40 μm	900	20	146	32
	-	25	78	20
	-	30	55	29
	-	35	32	23,8
	-	40	27,8	27,9
A5 d = 37 μm	900	20	1017,3	64
	-	25	426,3	30,5
	-	30	170,2	25,6
	-	35	52,5	27,2
	-	40	10,8	17,5

Tableau A.1: Conditions d'essais et relevés des principales caractéristiques pour les essais de fluage sous air d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.

Tenue en fluage

D'après le tableau A.1, augmenter la taille de grain améliore la tenue en fluage de l'alliage Ni20wt.%Cr, ce qui est en accord avec de nombreux travaux effectués dont ceux de Baldan portant sur un superalliage à base nickel [Baldan 1997]. En outre, ce dernier montre par ailleurs que le nombre de grains dans l'épaisseur ne détériore pas la tenue en fluage comme la diminution de la densité de joints de grains peut éventuellement le laisser supposer. Toutefois, le peu de rapports t/d pour cette étude ne permet pas de conclure.

Régimes de fluage

Les vitesses de fluage sont des vitesses stationnaires déterminées au cours du stade de fluage secondaire. La figure A.5 présente l'évolution des vitesses stationnaires en fonction de la contrainte.

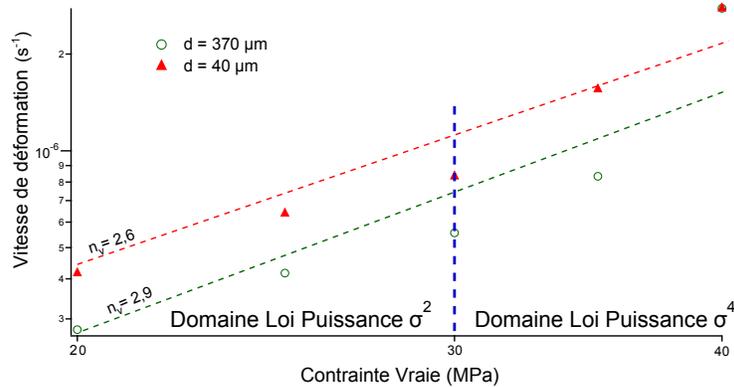


Figure A.5: Vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}$ en fonction de la contrainte vraie

Le rapport T/T_M vaut 0,7 pour une température de 900 °C (1 173 K). Le coefficient de Norton, n_v , coefficient directeur des droites tracées, est compris entre 2,6 et 2,9. Cela correspond aux domaines des mécanismes de diffusion des joints de grains avec des lois de fluage de type « loi puissance » (figures A.6a et A.6b). Le rapport σ/E est compris entre environ $5 \cdot 10^{-4}$ et $1 \cdot 10^{-3}$, ce qui correspond d'après la carte A.6a à la transition entre une loi puissance 2 à puissance 4. Le module d'Young à $T = 900$ °C se situant aux alentours de 30 000 MPa, le changement de décade pour le rapport σ/E a été marqué sur le graphique à 30 MPa. Une étude plus fine des résultats laisse alors présager l'existence de deux régimes, dont les coefficients de Norton sont sensiblement égaux pour les deux tailles de grains, c'est-à-dire 1,7 pour le domaine nommé « loi puissance σ^2 » et 4,1 pour celui nommé « loi puissance σ^4 », en accord avec la figure A.6a. Ainsi, pour une température de 900 °C, il n'existerait pas de différences de comportement en fluage pour les deux tailles de grains. Toutefois, le faible nombre de points disponibles de part et d'autre de la ligne de démarcation ne nous permet pas de trancher de façon définitive cette question.

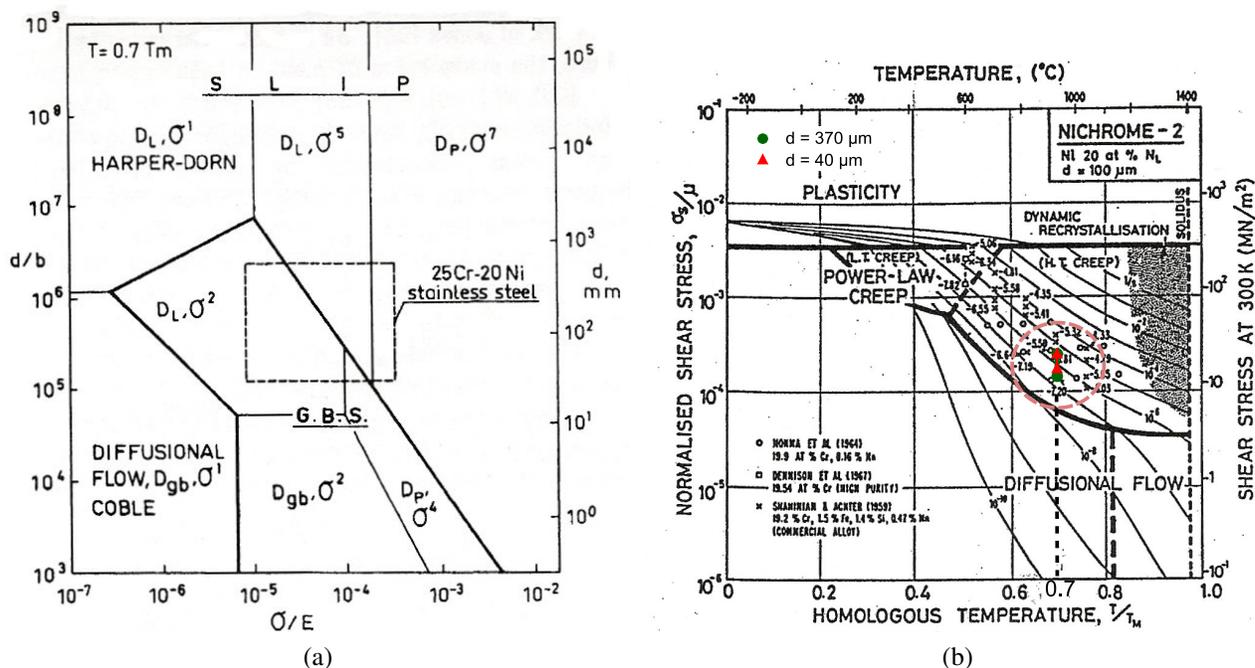


Figure A.6: a) Cartographie des mécanismes de déformations en fonction du rapport σ/E , de la taille de grain pour un rapport T/T_M de 0,7 [Ruano et Sherby 1988] b) cartographie des domaines des fluages selon Frost et Ashby [Frost et Ashby 1982].

Modèle de vitesse de fluage

Rappelons que la relation qui lie $\dot{\gamma}$, vitesse de cisson, et $\dot{\epsilon}$, vitesse de déformation, dans le cas d'un polycristal est la suivante :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{3}\dot{\epsilon} \quad (A.5)$$

Les vitesses de déformation constante en cisaillement ($\dot{\gamma}$) sont alors comprises entre 10^{-7} et 10^{-6} , ce qui correspond également bien au domaine « Power Law Creep » de la figure A.6b.

Il est par la suite possible de déduire la vitesse de déformation stationnaire pour un alliage Ni20wt.%Cr à partir de l'équation suivante, fournie par Ashby [Frost et Ashby 1982] :

$$\dot{\gamma} = \frac{A_2 D_{eff} \mu b}{kT} \cdot \left(\frac{\sigma_s}{\mu}\right)^n \quad (A.6)$$

où $\dot{\gamma}$ est la vitesse de déformation constante en cisaillement, μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, k la constante de Boltzman, T la température absolue et σ_s la contrainte de cisaillement (notation utilisée sur la figure A.6b). A_2 est relié à A , constante de Dorn par la relation :

$$A_2 = \sqrt{3}^{n+1} \cdot A$$

D_{eff} est le coefficient de diffusion effectif de l'alliage, défini par :

$$D_{eff} = \overline{D}_v f_v + D_c f_c$$

où \overline{D}_v est le coefficient de diffusion en volume de l'alliage binaire A-B, déterminé à l'aide des coefficients de diffusion en volume des éléments A et B, D_v^A et D_v^B , et de l'équation suivante :

$$\overline{D}_v = \frac{D_v^A \cdot D_v^B}{D_v^A \cdot x_B + D_v^B \cdot x_A}$$

avec x_A et x_B les fractions atomiques respectives.

D_v et $a_c D_c$ sont déterminés grâce aux équations suivantes :

$$D_v = D_{0v} \exp \frac{-Q_v}{RT} \text{ et } a_c D_c = a_c D_{0c} \exp \frac{-Q_c}{RT}$$

D_c désigne le coefficient de diffusion au coeur des dislocations et f_v et f_c les fractions de sites d'atomes associés à chaque type de diffusion. La valeur de f_v prise est généralement égale à l'unité. La valeur de f_c est déterminée à l'aide de la relation $f_c = a_c \cdot \rho$ où ρ est la densité de dislocations totale et a_c la surface de la section au coeur des dislocations. En général, D_c est pris égal à D_b , coefficient de diffusion aux joints de grains, si a_c est pris égal à $2\delta^2$, avec δ l'épaisseur effective du joint (arbitrairement 10^{-7} cm). En utilisant l'expression $\rho \approx \frac{10\sigma_s^2}{b\mu}$, le coefficient effectif de diffusion de l'alliage devient :

$$D_{eff} = \overline{D}_v + \frac{10a_c D_c}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma_s}{\mu}\right)^2 \quad (\text{A.7})$$

Enfin, le calcul de μ en fonction de la température sera effectué à l'aide de la relation 4.19. Les valeurs des différents coefficients utilisés sont données dans le tableau A.2 [Frost et Ashby 1982].

Dénomination	Valeur	Unité
Vecteur de Burger	$2,47, 10^{-10}$	m
Température de fusion T_M	1673	K
Module de cisaillement à 300 K μ_0	$8,31 10^4$	MPa
$\frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$	-0,5	-
Constante de Dorn A	$1,22.10^5$	-
$D_{0v}(\text{Ni})$	$1,6.10^{-4}$	$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$
$Q_v(\text{Ni})$	285	KJ.mol^{-1}
$D_{0v}(\text{Cr})$	$1,9.10^{-4}$	$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$
$Q_v(\text{Cr})$	283	KJ.mol^{-1}
$a_c D_{0c}$	$1,10^{-25}$	$\text{m}^4.\text{s}^{-1}$
Q_c	170	KJ.mol^{-1}

Tableau A.2: Paramètres caractéristiques de l'alliage Ni20wt.%Cr d'après Frost [Frost et Ashby 1982]

En utilisant ces diverses relations, les valeurs de $\dot{\gamma}$ obtenues sont comprises entre $6,5.10^{-6}$ et 4.10^{-5} pour le coefficient de Norton de 2,6, correspondant à la taille de grain de $40 \mu\text{m}$ et $5,9.10^{-7}$ et $4,4.10^{-6}$ avec le coefficient de 2,9 associé à la taille de grain la plus importante ($370 \mu\text{m}$). Ces valeurs sont en bon accord avec les valeurs expérimentales des vitesses de fluage stationnaires qui se situent dans un intervalle é compris entre 2.10^{-6} et 2.10^{-5} soit $\dot{\gamma}$ compris entre $2\sqrt{3}.10^{-6}$ ($\approx 3.46.10^{-6}$) et $2\sqrt{3}.10^{-5}$ ($\approx 3.46.10^{-5}$).

Relation essai de traction / essais de fluage

A $900 \text{ }^\circ\text{C}$, Calvarin-Amiri [Calvarin-Amiri 1998] rapporte une vitesse de déformation stationnaire de $1,25.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour ses essais de fluage effectués sur des feuillards minces ($200 \mu\text{m}$) d'alliage Ni20wt.%Cr à une contrainte de 100 MPa. Cette valeur est proche de la vitesse de déformation imposée au cours de nos essais de traction (1.10^{-4}). Or, à $900 \text{ }^\circ\text{C}$, la valeur du plateau de contrainte pour les deux courbes de traction correspondant aux deux tailles de grains est d'environ 100 MPa. Ainsi les mécanismes de fluage sont suffisamment activés pour assurer la déformation du matériau à charge constante.

Mecking a montré qu'il est possible d'établir une corrélation entre le comportement en fluage et en traction en température lorsque les vitesses des essais sont concordantes, ce résultat semble en accord avec la cartographie des mécanismes de fluage présentée sur la figure A.6a [Mecking 1977]. Le tableau donne les valeurs de $\sigma_{0,002}$, σ_{max} ainsi que d'éventuelles remarques sur le comportement mécanique observé.

Dénomination	T (°C)	$\sigma_{0,002}/E$ ($\times 10^{-3}$)	σ_{max}/E ($\times 10^{-3}$)	Remarque sur le comportement observé
A10	500	20	90	-
A10	650	3	10	-
A10	700	2	7	Comportement de traction altéré
A10	900	2	3	Comportement type fluage
A5	500	0,8	7	-
A5	700	0,7	3	-
A5	800	1	3	Comportement de traction altéré
A5	900	2	1	Comportement type fluage

Tableau A.3: Valeurs de $\sigma_{0,002}$, σ_{max} , du rapport σ/E pour les deux types d'échantillons pour les températures significatives.

Il apparaît que les valeurs déterminées sont en bon accord avec les figures A.7 et A.6a. Ainsi, la carte pour $T/T_M \approx 0,5$ (figure A.6a, soit $T \approx 600$ °C), prévoit pour une taille de grain égale à $370 \mu m$ et un rapport σ/E de 10^{-3} une prédominance des mécanismes de déformation observés généralement à température ambiante. Pour une taille de grain de l'ordre de $40 \mu m$, le même comportement est attendu bien que la frontière avec un comportement de type glissement intergranulaire et diffusion des joints de grains soit plus proche. Pour $T/T_M \approx 0,7$ ($T \approx 900$ °C) (figure A.6a), les deux tailles de grains sont dans ou très proches du domaine correspondant au glissement intergranulaire ou à la diffusion des dislocations en tunnel.

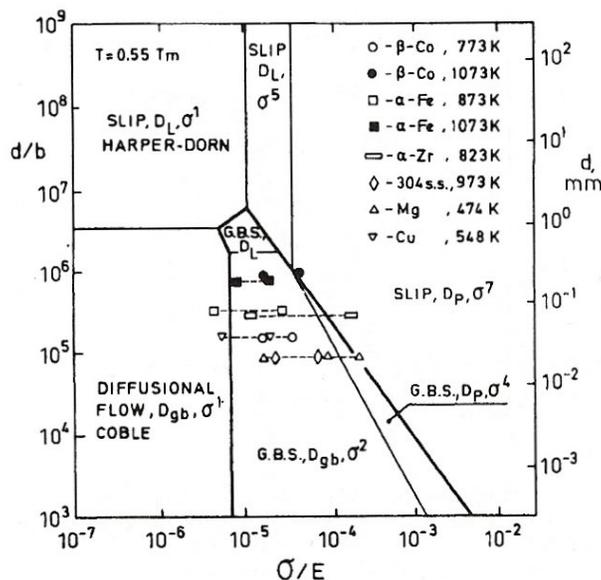


Figure A.7: a) Cartographie des mécanismes de déformations en fonction du rapport σ/E , de la taille de grain pour un rapport T/T_M de 0,5. [Ruano et Sherby 1988]

La température à laquelle apparaît la transition entre un comportement « classique » et un com-

portement en fluage est également en accord avec les travaux de Blum qui prévoit des modifications significatives pour une température supérieures à $0,5 T_M$ [Blum 1993]. Un phénomène de fluage apparaît en traction lorsque le taux d'annihilation des dislocations est sensiblement équivalent à celui de leur création, auquel s'ajoute la déformation/le mouvement des joints de grains [Blum 1993].

Enfin, ces divers résultats confortent l'hypothèse effectuée par Mecking [Mecking 1977] concernant l'opportunité d'utiliser les courbes de traction quasi-statistique à chaud dans le but d'étudier le comportement en fluage de l'alliage à faible vitesse de déformation (c'est-à-dire à faible contrainte).

A.3 Synthèse

L'étude du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm en fluage pour deux tailles de grains appartenant aux deux régimes de la loi de Hall et Petch observés à température ambiante met en évidence les points suivants :

- L'étude en fluage pour des faibles niveaux de contraintes ne permet pas de distinguer d'effet autre que celui attendu pour une modification de la taille de grain. Aucune transition particulière n'est observée dans la gamme de diamètre considérée.
- Indépendamment du rapport t/d , il est possible de prévoir à priori le comportement en fluage à 900 °C à l'aide du modèle d'Ashby et des paramètres identifiés préalablement.
- L'hypothèse émise par Mecking [Mecking 1977] concernant l'analogie entre un essai de traction à faible vitesse et un essai de fluage à faible niveau de contrainte semble vérifiée pour les deux rapports t/d .

Préparations des échantillons pour observation

B.1 Echantillons pour analyses optique et MEB

Découpe

Les échantillons ont été coupé à l'aide de deux outils différents :

- tronçonneuse de type Dremel ;
- tronçonneuse Accutom Struers™ ;

Ces méthodes de découpe ont été utilisés afin de réduire autant que possible les modifications de microstructure.

Polissage et attaque

Les échantillons ont tous été polis préalablement aux diverses observations. Ce polissage est effectué dans un premier temps mécaniquement à l'aide de papier SiC de grain 800, 1 200, 2 400 et 4 000. Ce pré-polissage n'étant pas suffisant pour observer la microstructure, un polissage ou une attaque chimique a ensuite été réalisé.

Pour les observations en microscopie optique, l'échantillon a été plongé dans une solution chimique dite « réactif de Marble » afin de révéler les joints de grains. Sa composition est la suivante :

- 20 mL d'acide chlorydrique (HCl)
- 20 mL d'eau H₂O
- 4 g de sulfate de cuivre anhydre (CuSO₄)

Le temps d'attaque varie entre 10 et 90 secondes en fonction de la taille de grains, à savoir que plus celle-ci est importante plus le temps d'attaque est court.

Pour les observations en microscopie électronique, l'échantillon a été électropoli afin d'obtenir

un poli miroir parfait. Le matériel utilisé est une électropolisseuse Lectropol fournie par la société Struer. Les caractéristiques de l'électropolissage sont les suivantes :

- **électrolyte** : A2 de la marque Struers™, solution d'acide perchlorique et d'éthanol ;
- **tension** : 24 V ;
- **intensité du courant** : 0,8 A ;

B.2 Echantillons pour analyses MET

La préparation des lames pour l'analyse en microscopie électronique à transmission est délicate, la préparation des échantillons pouvant faire apparaître des dislocations en cas de déformation involontaire.

Les lames minces préparées ont été prélevés à partir d'éprouvettes de traction préalablement déformées au niveau de déformation souhaité. Les prélèvement consistent en des bandes d'environ 4-5 mm, découpés perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Si la largeur de l'éprouvette le permet, une découpe supplémentaire est effectuée afin d'obtenir des carrés de matériau.

Pour l'observation des grains à cœur, les échantillons sont ensuite amincis de façon symétrique à l'aide du papier SiC de grains 400, 800, 1 200 de sorte qu'ils atteignent une épaisseur d'environ 500 μm . Pour l'observation des grains de surfaces, l'échantillon est poli mécaniquement à l'aide des papier SiC de grains 400, 800, 1 200 sur une face jusqu'à obtenir une épaisseur de matière de 500 μm . Les échantillons sont ensuite arrondis au papier SiC de grains 1 200 pour obtenir des disques de 3 mm de diamètre. Les disques de matière sont enfin amincis jusqu'à une épaisseur d'environ 100-120 μm à l'aide des papiers SiC de grains 1 200, 2 400 et 4 000, en procédant de façon symétrique pour les lames d'observation des grains à cœur, sur une seule face pour lames d'observation des grains en surface.

Les lames minces ont enfin été amincies et percées à l'aide d'une électropolisseuse double jet (TenuPol) de la marque Struers™. Au bord du trou ainsi créé, la zone de matière est en général suffisamment fine pour être observée en MET. L'électrolyte utilisé est une solution constituée à 25 % d'acide nitrique (HNO_3) et à 75 % de méthanol (CH_4O). La différence de potentielle employée est comprise entre 9 et 12 V pour une intensité recherchée d'environ 100 mA.

Plans des éprouvettes

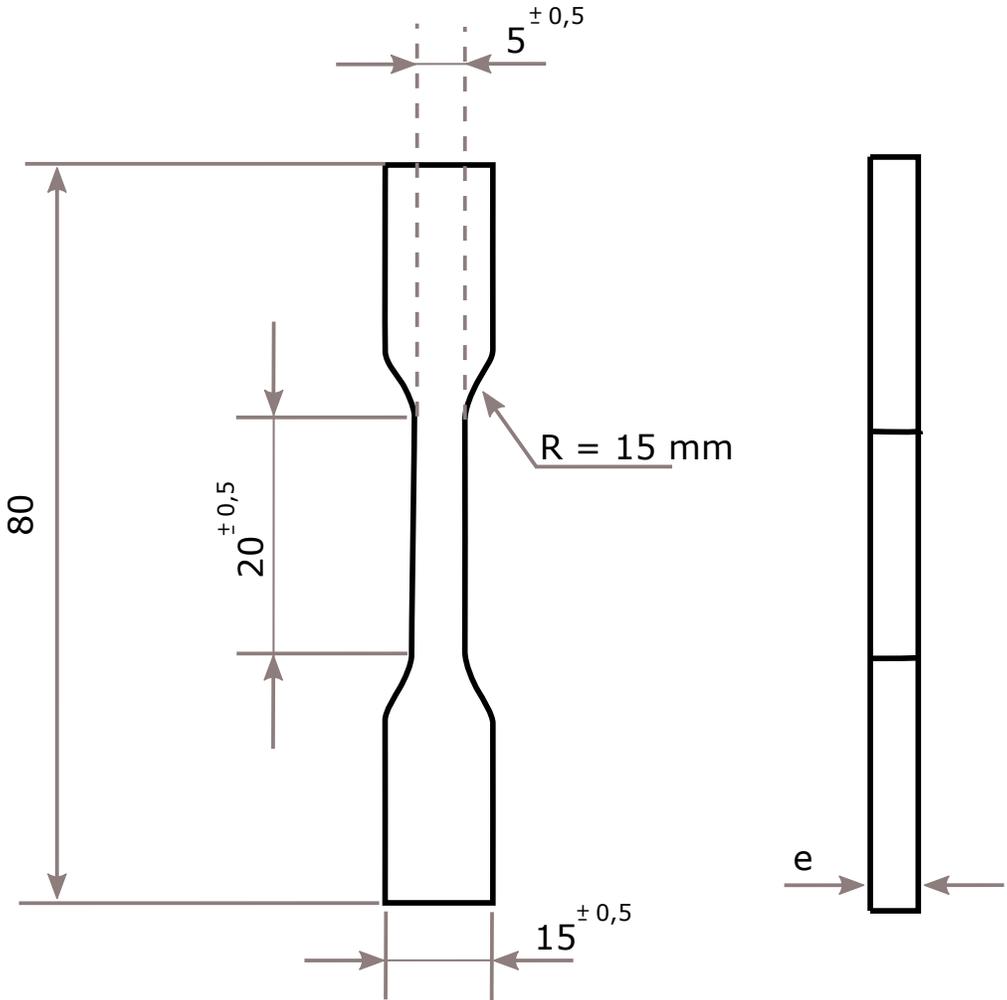


Figure C.1: Epaisseur : 1,6 mm

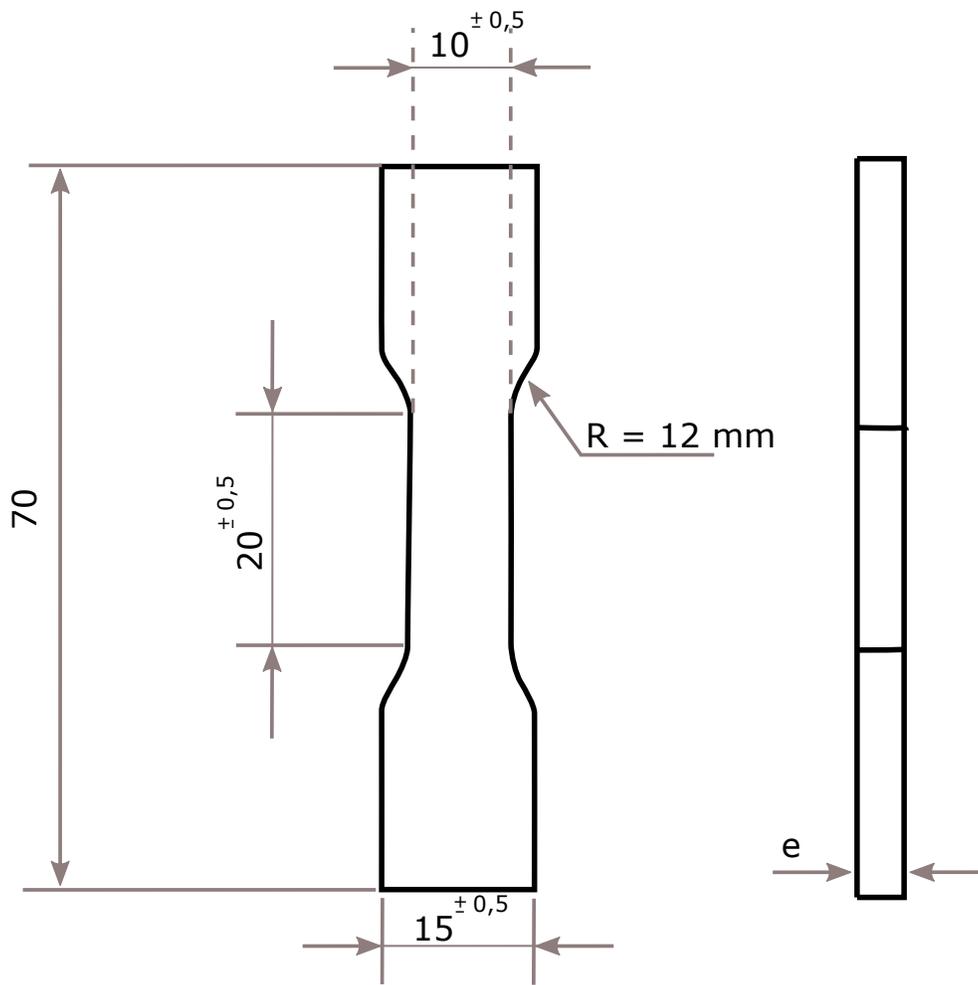


Figure C.2: Epaisseur : 0,25 mm et 0,125 mm

Table des figures

1.1	a) Disque dur Hitachi Microdrive® d'une capacité de 8 Go. b) Vue éclatée du disque dur. Source : hitachigst.com	2
1.2	Systèmes microtechniques embarqués dans une voiture, actuels et à venir, d'après [Dixon et Bouchaud 2007].	3
1.3	Grille de connexion servant dans la fabrication de microprocesseurs. Source : wikipedia.de	4
1.4	Dispositif déclencheur d'airbag	5
1.5	Effet de la miniaturisation sur la proportion de surfaces de poches ouvertes et fermées de lubrifiant. [Geiger et al. 2001]	5
1.6	Influence de la taille de grain sur la contrainte d'écoulement pour plusieurs niveaux de déformation dans des polycristaux a) de cuivre b) de laiton. [Thompson 1977]	7
1.7	Evolution de k_{HP} en fonction de la déformation pour a) de l'aluminium et du cuivre de haute pureté [Hansen 1977, Tabata et al. 1975] b) différentes compositions et donc différentes énergie de faute d'empilement d'un alliage cubique à faces centrées cuivre - titane [Nagarjuna et al. 1996]	8
1.8	Evolution du paramètre σ_0 de la loi de Hall et Petch en fonction de la déformation pour le nickel et l'acier 316L. Données tirées de [Haddou 2003]	9
1.9	$\sigma_{0,2}$ en fonction de $d^{-1/2}$ pour des tailles de grains nanométriques a) cuivre pur b) nickel pur. [Benson et al. 2001]	9
1.10	Inversion de la loi de Hall et Petch pour la dureté du cuivre. [Arzt 1998]	10
1.11	Empilement de dislocations émanant d'une source de Frank-Read S au niveau du joint de grain. D'après [Hirth et Lothe 1992]	11
1.12	Causes possibles d'accroissement de la densité totale de dislocations dues à la présence de joints de grains a) diminution des distances moyennes parcourues par les dislocations pour un niveau de déformation donné b) sources de dislocations c) accommodation des hétérogénéités de déformation inter-granulaires. [Conrad et Jung 2005]	11
1.13	a) Schéma illustrant un agrégat de grains « composites » b) Grain sphérique idéal mettant en évidence les différentes proportions entre A_{cg} et A_{jdg} selon cinq plans de coupe distincts. [Fu et al. 2001]	12
1.14	Relation de Hall et Petch appliquée au nickel polycristallin de haute pureté pour différents niveaux de déformation a) $\epsilon=0,002$ b) $\epsilon=0,14$. D'après [Keller et Hug 2008]	13
1.15	Schéma présentant la constriction d'une dislocation au sein d'une épaisseur réduite h [Nix 1998]	14

1.16	Influence de l'épaisseur sur le comportement en traction simple de film électrodéposés de a) cuivre [Gruber et al. 2008, Kraft et al. 2000, Xiang et Vlassak 2006, Yu et Spaepen 2004] b) aluminium [Haque et Saif 2003].	15
1.17	Comportement en traction simple pour des échantillons de cuivre (Cu-R) et d'aluminium de différentes épaisseurs obtenus par laminage. [Weiss et al. 2002].	16
1.18	Influence de l'épaisseur sur le comportement à rupture du cuivre laminé [Weiss et al. 2002] a) Faciès en lame de couteau b) Faciès de rupture ductile.	16
1.19	Effet du rapport t/d sur la contrainte d'écoulement pour un allongement ϵ de 20 % pour a) de l'aluminium b) du cuivre c) un alliage cuivre aluminium, et sur la limite d'élasticité du fer (d). [Miyazaki et al. 1978]	20
1.20	a) Influence de la réduction d'épaisseur t sur l'anisotropie moyenne \bar{r} b) Schéma présentant les différents paramètres permettant la détermination de \bar{r} . [Kals et Eckstein 2000]	21
1.21	Mise en évidence de l'effet de taille statistique a) localisation de la déformation pour un niveau de déformation moyen global $\epsilon = 4 \%$. b) Rapport des contraintes d'écoulement pour un niveau de déformation donné pour des éprouvettes d'épaisseur 2 mm et 9 mm [Janssen et al. 2008]	22
1.22	a) Influence de la direction de traction b) de l'épaisseur et du nombre de grains dans l'épaisseur sur le comportement en traction d'échantillons de cuivre [Sumino et al. 1963b]	23
1.23	Effet du nombre de grain dans l'épaisseur (λ) sur la contrainte d'écoulement [Janssen et al. 2008]	24
1.24	Influence du rapport t/d sur le comportement à rupture d'éprouvettes d'alliage Al-2,5%Mg polycristallin d'épaisseur 250 μm et présentant un rapport t/d de a) 25, b) 0,083. [Nakamachi et al. 2000]	25
1.25	Méthodologie de découpe des échantillons polycristallins. [Fourie 1968]	26
1.26	Structure de dislocations a) dans un grain à cœur b) dans un grain de surface pour un polycristal de cuivre pur déformé à 1 %. [Miyazaki et al. 1978]	26
1.27	Structure de dislocations observées pour un échantillon de rapport t/d = 2,5, déformé à 0,025 ($\vec{g} = [\bar{1}11]$) a) à 250 μm sous la surface libre b) à 50 μm de la surface libre. D'après [Keller 2009]	27
1.28	a) Contrainte équivalente b) déformation équivalente moyenne dans un plan parallèle à la surface libre situé à une distance y en microns de celle-ci. D'après [Barbe et al. 2001]	28
1.29	Caractéristiques du glissement simulé par éléments finis selon la distance à la surface libre. D'après [Barbe et al. 2001]	29
2.1	Illustration de deux méthodes distinctes pour obtenir le même rapport t/d a) par croissance des grains à épaisseur constante b) par réduction de l'épaisseur à taille de grain constante	34
2.2	$d^2 - d_0^2$ en fonction de t pour les trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr utilisées a) 1,6 mm b) 0,25 mm et 0,125 mm. La pente k et le coefficient de corrélation R^2 sont indiqués à côté de chaque droite de régression	35

2.3	Micrographies optiques d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et de tailles de grains 40 μm (a) et 280 μm (b).	36
2.4	Influence de la méthode de calcul du diamètre moyen sur la répartition des tailles de grains pour les échantillons a) et b) A5 c) et d) A10.	38
2.5	Cartographies EBSD des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr dont les tailles de grains sont extrémales pour chaque épaisseur	42
2.6	43
2.6	Figures de pôles des plans {100}, {110} et {111} associées aux cartographies EBSD présentées à la figure 2.5.	44
2.7	Diagramme de phase de l'alliage binaire Ni-Cr d'après [Nash 1991]	45
2.8	Diagramme de phase ternaire des alliages Ni-Cr-Fe d'après [Marucco 1994]	46
2.9	Différentes mailles de structures cristallines ordonnées d'alliages Ni-Cr, a) Maille de type L_{12} b) Maille de type Pt_2Mo	48
2.10	Résultats des calculs thermodynamiques présentant l'évolution du pourcentage molaire de chacune de phases en fonction de la température pour un échantillon d'épaisseur 1,6 mm.	50
2.11	Schéma du flux de chaleur en fonction de la température. L'aire de la zone colorée correspond à une enthalpie de $X \text{ J.g}^{-1}$ associée à la réaction observée	51
2.12	Flux de chaleur en fonction de la température pour les trois épaisseurs d'alliages Ni20wt.%Cr et quatre taux de chauffe différents : 2°C/min, 5°C/min, 10°C/min, 30°C/min	52
2.13	Energie d'activation pour la réaction exothermique observée par DSC sur des échantillons d'épaisseur 1.6mm, 0.25mm et 0.125mm brut de livraison.	54
2.14	Résultats d'analyse par diffraction des rayons X sur un échantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm. Les raies de supplémentaires attendues en cas de présence d'une phase ordonnée à longue distance sont représentées en gras.	56
2.15	a) Noyau d'une phase ordonnée de type Ni_2Cr dans un alliage à base nickel mis en évidence par les contrastes dus aux contraintes. b) Phase ordonnée à longue distance, de Ni_2Cr , dans un alliage à base nickel après un recuit de 32 000 h à 525 °C. D'après [Marucco 1994]	57
2.16	Cliché de diffraction a) d'une phase Ni_2Cr (Ordre à Longue Distance) observée sur un alliage à base nickel recuit 20 000 h b) d'une phase Ni_2Cr dont l'aspect diffus est caractéristique de l'ordre à courte distance. D'après [Marucco 1994]	58
2.17	Cliché de diffraction caractéristique de ceux observés sur les échantillons de Ni20wt.%Cr utilisés. Echantillon A6, cliché de diffraction correspondant à une structure cubique à faces centrées en axe de zone [110], $\vec{g} (\bar{1}\bar{1}\bar{1})$.	59
3.1	Courbe de traction d'éprouvettes d'épaisseur 1,6 mm prélevées dans le sens de laminage et dans le sens transversal mettant en évidence la faible dispersion sur les valeurs des contraintes d'écoulement plastique.	63
3.2	Influence de la méthode de mesure des déformation sur le comportement mécanique d'une tôle d'épaisseur $t = 125 \mu\text{m}$ d'alliage Ni20wt.%Cr .	65

3.3	Dispositif expérimental de mesures des champs de déplacements par corrélation d'images.	65
3.4	Courbe typique de traction rationnelle avec les principales caractéristiques : σ_e , ϵ , A%.	67
3.5	Exemple d'essai de charge-décharge pour une éprouvette d'alliage Ni20wt.%Cr	68
3.6	Evolution de la surface de charge avec un chargement	70
3.7	Phénomènes physiques à l'origine de l'écroutissage à l'échelle de la dislocation	70
3.8	Partition de Handfield et Dickson sur un essai de charge décharge montrant les principaux paramètres	71
4.1	Courbes de traction pour une épaisseur de 1,6 mm pour trois tailles de grains $d_s=730, 120$ et $45 \mu\text{m}$	75
4.2	Loi de Hall et Petch appliquée à différents niveaux de déformation pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	78
4.3	Evolution du rapport $\sigma_0^{\text{II}}/\sigma_0^{\text{I}}$ des deux régimes de Hall-Petch en fonction de la déformation pour a) un alliage Ni20wt.%Cr b) du nickel de haute pureté [Keller et Hug 2008]	79
4.4	k_{HP} en fonction du niveau de déformation vraie pour les deux régimes observés dans la loi de Hall-Petch	80
4.5	a) Evolution du paramètre k_{HP} en fonction de la déformation vraie pour différentes compositions de laiton [Meakin et Petch 1974] b) Evolution du paramètre $k_{\text{HP}}/k_{\text{HP max}}$ pour l'alliage Ni20wt.%Cr et du nickel de haute pureté [Keller et al. 2009b]	81
4.6	Evolution de la loi de Hall et Petch pour du cuivre et du cuivre allié à une température de 77 K [Tabata et al. 1975]	82
4.7	Evolution du rapport $k_{\text{HP}}^{\text{II}}/k_{\text{HP}}^{\text{I}}$ en fonction de la déformation pour a) l'alliage Ni20wt.%Cr et du nickel de haute pureté [Keller et Hug 2008] b) du cuivre et du cuivre allié à 77 K [Tabata et al. 1975]	83
4.8	Evolution de a) la contrainte interne X b) la contrainte effective, σ_{eff} , en fonction de la déformation vraie pour différentes tailles de grain d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	84
4.9	Evolution de la contrainte effective $\sigma_{4\text{eff}}$ en fonction de $d^{-1/2}$ pour différents niveaux de déformation d'un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.	86
4.10	Evolution des paramètres de la loi de Hall et Petch, $k_{\text{HP eff}}$ et σ_{eff}^0 appliquée à la contrainte effective, σ_{eff} , en fonction de la déformation vraie.	87
4.11	Evolution de la contrainte interne, X, en fonction de $d^{-1/2}$ pour différents niveaux de déformation d'éprouvettes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.	88
4.12	Evolution des coefficients de la loi de Hall et Petch, k_{4x} et X_{40} , appliquée à la contrainte interne, X, en fonction de la déformation rationnelle.	89
4.13	Schéma de l'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction du matériau : polycristal, monocristal idéal et monocristal réel	93
4.14	Structures de dislocations caractéristiques observées au cours des différents stade d'écroutissage d'un acier 316L [Haddou 2003].	95

4.15	Courbe d'évolution caractéristique de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de θ pour un alliage de cuivre [Sevillano 1993]	95
4.16	Evolution a) du taux d'écrouissage en fonction de la déformation b) de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte σ pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr , d'épaisseur de 1,6 mm et trois tailles de grains $d_s=730, 120$ et $45 \mu\text{m}$	96
4.17	Evolution du taux d'écrouissage associé à a) X b) σ_{eff} en fonction de la contrainte respective pour différentes tailles de grain d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6mm	97
4.18	Evolution du paramètre Δ_{II} en fonction a) de la taille de grain b) du rapport t/d pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 16 mm	98
4.19	Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction de t/d	98
4.20	Evolution a) de la déformation de début du stade II, ε_{VII} b) de la contrainte de transition σ_{VII} normée par la limite d'élasticité σ_e en fonction de la taille de grain pour des échantillons d'épaisseur 1,6 mm d'alliage Ni20wt.%Cr	100
4.21	Evolution de la contrainte de transition entre le stade II et le stade III, $\sigma_{\text{II/III}}$ en fonction a) de la taille de grain b) du rapport t/d pour une alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	101
4.22	Evolution de la longueur du stade II, $\Delta\varepsilon_{\text{II}}$, en fonction de a) la taille de grain b) le nombre de grain dans l'épaisseur pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm .	102
4.23	Structures de dislocations à coeur pour différents échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm déformés à $\varepsilon = 0,12$ et de rapports t/d différents	104
4.24	Schéma des microstructures de dislocations d'un alliage ou métal pur avec une faible énergie de faute d'empilement déformé à température ambiante. Les annotations font référence : au Réseau de Taylor (RT) ; aux Murs de Dislocations Denses (MDD) ; aux Micro Bandes (MB). [Hughes et Godfrey 1998]	105
4.25	Micrographie représentative des structures de dislocations observées sur l'ensemble des échantillons rompus. Echantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, de diamètre de grain $40 \mu\text{m}$	106
4.26	Distance inter-mur du réseau de Taylor en fonction de la taille des grains pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm déformé à $\varepsilon = 0,12$	107
4.27	Trou de ductilité observé dans les alliages nickel. [Calvarin-Amiri 1998]	110
4.28	Courbes de traction pour 5 températures différentes et deux tailles de grains : a) $40 \mu\text{m}$ b) $370 \mu\text{m}$	112
4.29	Evolution de la déformation à rupture, $\varepsilon_{\text{rupt}}$ en fonction de la température pour deux tailles de grains sur des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm . .	113
4.30	Exemple d'évolution du taux d'écrouissage en fonction de la contrainte vraie et valeurs caractéristiques relevées.	115
4.31	Taux d'écrouissage normé par le module de cisaillement en fonction de la contrainte vraie pour différentes températures et deux tailles de grains pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	116
4.32	Taux d'écrouissage en fonction de la taille de grain pour différentes température et pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	117

4.33	Evolution de $\frac{\sigma_v}{\mu}$ en fonction de $[(\frac{1}{g_0} \frac{kT}{\mu b^3} \ln(\frac{\epsilon_0}{\dot{\epsilon}}))]^{1/2}$ pour alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et deux tailles de grains, $d = 40 \mu\text{m}$ et $d = 370 \mu\text{m}$, ainsi que les données obtenues pour du nickel d'après [Kocks et Mecking 2003].	118
4.34	Evolution des paramètres (a) Δ_{II} et (b) Δ_{II}/μ en fonction de la température pour deux tailles de grains.	119
4.35	Evolution des paramètres (a) $(\sigma\theta)_0$ et (b) $(\sigma\theta)_0/\mu$ en fonction de la température pour deux tailles de grains.	120
4.36	Evolution de la déformation de début du stade II en fonction de la température pour deux tailles de grains sur des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm	121
5.1	Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour trois épaisseurs et différentes tailles de grains d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr	124
5.2	Influence du paramètre $d^{-1/2}$ sur le comportement mécanique d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur variables ($t = 1,6 \text{ mm}$, $0,25 \text{ mm}$ et $0,125 \text{ mm}$).	126
5.3	Evolution de la contrainte vraie en fonction de $d^{-1/2}$ pour trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr . Régimes de la loi de Hall et Petch identifiés	127
5.4	Evolution de la contrainte normalisée à un niveau de déformation donné en fonction de t/d	128
5.5	Evolution du taux d'érouissage en fonction de la déformation	130
5.6	Evolution de la fonction $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte vraie σ	131
5.7	Evolution du paramètre Δ_{II} pour trois épaisseurs d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de la taille de grain b) en fonction de t/d	132
5.8	Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ pour trois épaisseur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour trois tailles de grain	133
5.9	Evolution du paramètre β pour trois épaisseurs d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de la taille de grain b) en fonction de t/d	135
5.10	Evolution de la contrainte de transition entre les stades II et III, $\sigma_{II/III}$ pour trois épaisseur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour quatre tailles de grain	135
5.11	Evolution de la longueur du stade II, $\Delta\epsilon_{II}$, pour trois épaisseur d'échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr a) en fonction de t/d b) en fonction de t pour quatre tailles de grain	136
5.12	Evolution des composantes de la partition de la contrainte, X et σ_{eff} , en fonction du rapport t/d pour d constante et environ égal à $120 \mu\text{m}$	137
5.13	Courbes de tractions d'échantillons d'aluminium d'épaisseur 2 mm et 9 mm. [Janssen et al. 2008]	138
5.14	Mise en évidence de l'absence de dispersion significative pour les essais de tractions et de charge/décharge réalisés sur les échantillons présentant le rapport t/d le plus proche de 1	138
5.15	Champs de déformation locaux obtenus par corrélation d'images avec des échantillons d'épaisseur différentes et les rapport t/d extrémaux pour chacune d'entre elles. Le niveau de déformation globale est de 0,12.	140

5.16	Structures de dislocations à cœur pour des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm et de rapports t/d (a) - (c) : 8 (d) - (f) : 1. Niveau de déformation globale ϵ égal à 0,12	143
5.17	Distance inter-mur du réseau de Taylor en fonction de la taille des grains pour un alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm et 0,25 mm	144
5.18	Micrographies de grains à 80 μm de la surface libre d'un échantillon d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, de taille de grains 185 μm , déformé à 12 %.	145
A.1	a) Carte des modes de rupture pour le nichrome. B) Carte des modes de déformation pour le nichrome, $d = 100 \mu\text{m}$ [Ashby et al. 1979, Frost et Ashby 1982]	162
A.2	Taux de déformation en fluage en fonction de la taille de grain	164
A.3	Effet du nombre de grains dans la section, n_G , sur l'allongement à rupture normalisé, ϵ/D	165
A.4	Courbe de fluage caractéristique et principaux paramètres relevés.	166
A.5	Vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}$ en fonction de la contrainte vraie	168
A.6	a) Cartographie des mécanismes de déformations en fonction du rapport σ/E , de la taille de grain pour un rapport T/T_M de 0,7 [Ruano et Sherby 1988] b) cartographie des domaines des fluages selon Frost et Ashby [Frost et Ashby 1982].	169
A.7	a) Cartographie des mécanismes de déformations en fonction du rapport σ/E , de la taille de grain pour un rapport T/T_M de 0,5. [Ruano et Sherby 1988]	172
C.1	Epaisseur : 1,6 mm	177
C.2	Epaisseur : 0,25 mm et 0,125 mm	178

Liste des tableaux

1.1	Récapitulatif des paramètres issus de la littérature et utilisés pour l'étude de la transition polycristal-multicristal pour différents matériaux	19
2.1	Récapitulatif de diverses caractéristiques physiques de l'alliage Ni20wt.%Cr d'après Mankins[Mankins et Lamb 1992]	32
2.2	Principales caractéristiques microstructurales et nomenclature des différents échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr utilisés dans le cadre de la présente étude	33
2.3	Tableau comparatif des tailles de grains moyennes obtenues avec l'EBSD sur la surface de l'échantillon et la méthode Heyn dans l'épaisseur	39
2.4	Relevés des I_{max} extrêmes et des valeurs du facteur de Taylor correspondant obtenus par EBSD sur les trois épaisseurs du matériau	41
2.5	Composition chimiques des différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition. Les données sont en wt.% hormis celles indiquées en p.p.m.	45
2.6	Composition chimiques des différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition. Les données sont en wt.%	46
2.7	T_{pic} pour les différents lots d'alliage Ni20wt.%Cr à disposition et différents taux de chauffe.	53
2.8	Valeurs de Q pour chaque lot d'alliage Ni20wt.%Cr déterminées à partir du graphique 2.13	54
2.9	Raies de diffraction de l'alliage Ni20wt.%Cr , angle d'incidence correspondants	55
2.10	Caractéristiques principales des mailles de phase ordonnée Ni ₃ Cr et Ni ₂ Cr	56
3.1	Récapitulatif des dimensions des éprouvettes utilisées et de leurs principales caractéristiques	62
4.1	Dénomination et caractéristiques principales des éprouvettes utilisées pour l'étude du comportement mécanique de l'alliage Ni20wt.%Cr à température ambiante.	74
4.2	Tableau récapitulatif des différentes valeurs de rapports t/d critiques pour différents matériaux, issus de la littérature et de la présente étude	84
4.3	Valeurs des paramètres utilisés pour le calcul de k_{GND} et β selon les équations 4.17 et 4.16. Valeurs de k_{GND} et β déterminées.	99
4.4	Caractéristiques des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm observés en microscopie electronique à transmission pour un niveau de déformation plastique de 0,12.	103

4.5	Estimation de la distance inter-dislocation moyenne pour trois tailles de grain différentes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm, comparaison avec les espaces inter-murs mesurés.	108
4.6	Caractéristiques microstructurales des échantillons utilisés pour l'étude du comportement mécanique à chaud de l'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.	111
5.1	Valeurs des coefficients k_{II} de la loi de Hall et Petch pour les trois épaisseurs d'alliage Ni20wt.%Cr	125
5.2	Récapitulatif des différentes caractéristiques microstructurales des échantillons utilisés pour étudier l'influence de l'épaisseur sur le comportement en écrouissage de l'alliage Ni20wt.%Cr	131
5.3	Caractéristiques principales des échantillons d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm observés en microscopie électronique à transmission.	141
5.4	Estimation de la distance inter-dislocation moyenne pour trois tailles de grain différentes d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 0,25 mm, comparaison avec les espaces inter-murs mesurés.	144
A.1	Conditions d'essais et relevés des principales caractéristiques pour les essais de fluage sous air d'alliage Ni20wt.%Cr d'épaisseur 1,6 mm.	167
A.2	Paramètres caractéristiques de l'alliage Ni20wt.%Cr d'après Frost [Frost et Ashby 1982]	171
A.3	Valeurs de $\sigma_{0,002}$, σ_{max} , du rapport σ/E pour les deux types d'échantillons pour les températures significatives.	172