HAL
open science

Influence d'une distribution bimodale de tailles de grains sur les mécanismes de déformation d'un acier austénitique inoxydable

Mathieu Calvat

▶ **To cite this version:**

Mathieu Calvat. Influence d'une distribution bimodale de tailles de grains sur les mécanismes de déformation d'un acier austénitique inoxydable. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Normandie Université, 2021. Français. NNT : 2021NORMIR19 . tel-03588766

HAL Id: tel-03588766

https://theses.hal.science/tel-03588766

Submitted on 25 Feb 2022

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.

Normandie Université

THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité Mécanique

Préparée au sein de l'INSA Rouen Normandie

Influence d'une distribution bimodale de tailles de grains sur les mécanismes de déformation d'un acier austénitique inoxydable

Présentée et soutenue par

Mathieu CALVAT

Thèse soutenue publiquement le 24 septembre 2021 devant le jury composé de		
M. Laurent DELANNAY	Professeur, Maître de recherche FNRS – UCLouvain	Rapporteur
M. Matthieu MAZIÈRE	Professeur – Mines ParisTech PSL	Rapporteur
Mme Anne-Marie HABRAKEN	Directrice de recherche FNRS – Université de Liège	Examinatrice
M. Jia LI	Professeur – Université Sorbonne Paris Nord	Examinateur
M. Juan CORNIDE ARCE	Assistant Professor – University Carlos III of Madrid	Examinateur
M. Clément KELLER	Maître de conference HDR – INSA Rouen Normandie	Directeur de thèse
M. Fabrice BARBE	Maître de conference HDR – INSA Rouen Normandie	Co-directeur de thèse

Thèse dirigée par Clément KELLER et Fabrice BARBE, au Groupe de Physique des Matériaux, CNRS UMR 6634

INSA ROUEN NORMANDIE

ED 591 PSIME

GPM Groupe de Physique des Matériaux

A mon père et à mes grands parents maternels

Le bonheur ne se trouve pas au sommet de la montagne mais dans la façon de la gravir.
Confucius

Remerciements

Je me suis longuement demandé pendant ces trois années de thèse ce que je pourrais finalement écrire dans cette section remerciements mais il se trouve que j'ai finalement beaucoup de personnes à remercier ; toutes ces personnes qui m'ont fait confiance, aidé et soutenu.

Dans un premier temps, j'aimerais remercier mes directeurs de thèse Clément Keller et Fabrice Barbe pour m'avoir accordé leur confiance. Ceci a conduit à un travail qui a répondu à beaucoup de mes attentes autant sur le plan scientifique que sur la liberté à laquelle j'ai eu le droit. Tout ne s'est bien évidemment pas passé comme prévu vis-à-vis de la pandémie ce qui a conduit à des moments difficiles où je me suis un peu réfugié dans le travail. Merci à vous deux pour ces fréquentes réunions pendant la période du confinement qui ont été l'occasion de discuter (et pas uniquement de travail) et ce qui m'a fait beaucoup de bien ! Merci à toi Clément pour t'être toujours rendu disponible et en particulier pendant la période de rédaction/corrections de ce manuscrit alors que tu postulais pour un poste de professeur. Merci à toi Fabrice pour nos discussions sur les simulations et les traitements numériques. Tu as su être à l'écoute de mes idées (parfois farfelues) pendant trois ans tout en me donnant ton avis sur comment les améliorer. J'espère pouvoir continuer à travailler avec vous deux, même après la fin de ce long travail de thèse qui nous a réuni.

Je tiens ensuite à remercier chaleureusement Matthieu Mazière et Laurent Delannay pour avoir accepté de rapporter mes travaux de thèse mais également l'ensemble du jury, Anne-Marie Habraken, Jia Li et Juan Cornide Arce pour avoir examiné mon manuscrit et été présents physiquement à cette soutenance.

Concernant la réalisation de ces travaux de thèse, je tiens à remercier Eric pour son accueil au CRISMAT à Caen ainsi que Maxime et Lucìa pour leur temps et leur aide précieuse concernant l'élaboration des échantillons (parfois) fastidieuses par broyage et SPS. Côté GPM, je tiens à remercier Béatrice pour ses conseils concernant la préparation d'échantillon mais également Emmanuel et Fabien pour leur aide et leur disponibilité sur les équipements de recherche. Il me faut bien évidemment remercier Elisabeth, secrétaire du GPM côté INSA, toujours disponible, souriante et attentionnée envers ses doctorants.

Merci à mon collègue de bureau Yan pour m'avoir supporté pendant un peu plus de deux ans. Nos rythmes, horaires de travail similaires et échanges sur le code (entre autres) ont été très importants pour moi (même si tu ne le sais pas). Un grand merci également à Dabou et Yann pour ces pauses café rituelles instaurées pendant nos périodes de fin de thèse respectives. Il semble qu'ERMECA ait un pouvoir attracteur envers les anciens doctorants qui finissent toujours par revenir à la maison, ce sera peut-être mon tour un jour, qui sait ?

Merci bien évidemment aux autres copains de l'ERMECA qui ont rendu ces trois années de thèse très agréables : Baptiste, Daniel, Oscar, Morgane, Josiane, Yosra, Asih, Alireza, Shubham, David P. ainsi que les dernières arrivées Amandine et Sélia. Un petit mot également pour

les stagiaires qui ont temporairement fait partie de l'équipe, Hugo, Romain, Talal, Robin et Mathilde. Puis une pensée amicale aux permanents de l'équipe que je n'ai pas encore cité, Benoit, Alain, Mouldi et Lakhdar. Travailler au sein de cette équipe de recherche aura été pour moi une expérience très enrichissante, tant sur le plan humain que scientifique et pourtant, pour ce second point, en ce qui me concerne, l'histoire ne fait que commencer.

Originaire de Clermont-Ferrand, j'ai eu l'occasion de beaucoup me déplacer pour mes études, Le Puy-En-Velay, Limoges, Poitiers puis finalement Rouen. Je voulais depuis longtemps réunir toutes ces personnes qui me sont chères et il semble que la soutenance ait finalement été la bonne occasion. Merci à tous ceux qui ont eu le courage de faire le déplacement pour assister à la soutenance : Aurélien, Tristan, Alexis, Lucas, Arnaud, Thomas, Tony, Vincent, Alexandre, Mélanie, Nicolas, P-E. Une petite pensée tout de même pour ceux qui auraient voulu se déplacer mais qui n'ont pas pu être présents, Guillaume, Martin, Romain et Johan.

Merci aux Boyz de Clermont qui me supportent depuis bien longtemps maintenant, Aurélien, Alexis, Lucas, Tristan, Guillaume et Stéphane. Merci d'avoir été là pendant les moments compliqués de cette thèse et les autres évidemment ! L'organisation des télébars le samedi soir a très probablement contribué au bon déroulement de cette thèse pendant le confinement.

Que seraient ces remerciements sans un mot pour mon père et son soutien sans faille. Je n'ai pas oublié le clin d'œil que tu m'avais fait dans un de tes livres quand j'étais petit, c'est aujourd'hui à toi que je dédie ce manuscrit.

Enfin je tiens à m'adresser à celle qui m'a patiemment supporté pendant cette étape de rédaction puis de corrections. Tu as pris le train en route mais tu as su t'adapter à ce qu'impliquait la thèse. Ta présence, ton acceptation de mes humeurs fluctuantes mais également ta compréhension de la charge de travail qu'impliquait la thèse m'ont permis de venir à bout de ce travail. Un grand merci.

Table des matières

Remerciements **vii**

1. Introduction **1**

2. Revue bibliographique **7**
2.1. Mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques 8
2.1.1. Réseaux cristallins et mécanismes de déformation associés 8
2.1.2. Défauts dans un microstructure réelle 10
2.1.3. Mécanismes de déformation des matériaux métalliques 13
2.1.4. Mécanismes de déformation des aciers austénitiques 19
2.2. Amélioration des propriétés mécaniques des matériaux métalliques 21
2.2.1. Durcissement par solution solide 21
2.2.2. Durcissement structural 21
2.2.3. Vers une réduction de la tailles de grains 22
2.2.4. Matériaux à grains ultrafins et nanocristallins 23
2.2.5. Compromis entre résistance mécanique et ductilité 26
2.3. Matériaux métalliques à distribution bimodale de tailles de grains 26
2.3.1. Elaboration des matériaux bimodaux par traitements thermomécaniques : déformation plastique sévère et traitement(s) thermique(s) 27
2.3.2. Elaboration des matériaux bimodaux par métallurgie des poudres 32
2.3.3. Avantages et inconvénients des approches « bottom-up » et « top-down » concernant les matériaux bimodaux 40
2.4. Modélisation numérique des agrégats polycristallins bimodaux 40
2.4.1. Représentation des grains et maillage 41
2.4.2. Conditions aux limites 46
2.4.3. Modélisation du comportement mécanique d'agrégats polycristallins . . 47
2.5. Synthèse 55
2.5.1. Partie expérimentale 55
2.5.2. Partie numérique 56
2.5.3. Experimental overview 58
2.5.4. Numerical overview 59

3. Elaboration **61**
3.1. Caractérisation des poudres commerciales 62
3.2. Métallurgie des poudres et frittage SPS 65
3.2.1. Procédé d'élaboration des bimodaux 65
3.2.2. Frittage des poudres commerciales 68
3.3. Amélioration du procédé d'élaboration 71
3.3.1. Voies d'amélioration 71
3.3.2. Caractérisation des échantillons frittés 74
3.4. Tentative d'essais mécaniques 78

3.5. Synthèse 79

4. Modélisation numérique **83**
4.1. Génération de microstructures numériques 83
4.1.1. Algorithmes de génération 84
4.1.2. Génération de microstructures bimodales 87
4.2. Lois de comportement en plasticité cristalline 91
4.2.1. Modèle de plasticité cristalline 92
4.2.2. Paramètres matériau 94
4.3. Raffinement de maillage et conditions aux limites 97
4.4. Synthèse 98

5. Outils d'analyse **101**
5.1. La nécessité de développer des nouveaux outils d'analyses 101
5.2. Description des outils numériques 105
5.2.1. Moments des distributions 105
5.2.2. Le covariogramme comme outil de description spatial 106
5.2.3. Classification 107
5.3. Résultats caractéristiques uni- et bi-modaux 110
5.4. Synthèse 120

6. Analyse du comportement mécanique de polycristaux uni- et bi-modaux **123**
6.1. Polycristaux unimodaux 124
6.1.1. Comportement mécanique en traction monotone 125
6.1.2. Champs locaux 125
6.1.3. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 128
6.2. Microstructures bimodales à un CG central 133
6.2.1. Comportement en traction monotone 134
6.2.2. Comportement par population de tailles de grains 135
6.2.3. Etude des distributions 136
6.2.4. Champs de déformations et contraintes 139
6.2.5. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 142
6.3. Analyses de microstructures complexes 145
6.3.1. Comportements en traction monotone 146
6.3.2. Répartition spatiale des déformations et contraintes 147
6.3.3. Comportement par population de tailles de grains 150
6.3.4. Evolution des moments des distributions 154
6.3.5. Variabilité des comportements des CG 155
6.3.6. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 157
6.4. Synthèse 162

7. Effet des paramètres microstructuraux et du chargement sur le comportement des polycristaux bimodaux 165
7.1. Influence du contraste de tailles de grains 166
7.1.1. Présentation des microstructures et comportements en traction monotone 166
7.1.2. Comportement par population de tailles de grains 168
7.1.3. Champs de déformations et de contraintes 169
7.1.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 173
7.2. Influence de la sollicitation mécanique 177
7.2.1. Polycristaux unimodaux 177
7.2.2. Comportements macroscopiques de polycristaux bimodaux 182
7.2.3. Champs de déformations et de contraintes équivalentes 182
7.2.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 186
7.3. Synthèse 192

8. Discussion 193
8.1. Modification globale des contraintes et des déformations suite à l'entrée en plasticité des CG 195
8.2. Comportement individuel des grains à différentes positions dans la matrice (U)FG 197
8.3. Modification de la répartition des contraintes au sein des polycristaux bimodaux 201
8.3.1. Phénomènes de réduction des contraintes axiales 204
8.3.2. Phénomènes de surcontrainte 212
8.3.3. Similarité des phénomènes de réduction de contrainte au sein de la matrice 217
8.4. Chronologie de l'apparition de la plasticité 219
8.4.1. Comparaison globale des microstructures 221
8.5. Influence de la sollicitation 224
8.5.1. Réduction des contraintes équivalentes 224
8.5.2. Retard d'activation de la plasticité 229
8.6. Synthèse 232

9. Conclusions et perspectives 235
9.1. Conclusions 235
9.2. Perspectives 240

A. Annexes 281
A.1. Génération de microstructures et algorithmes génétiques 281
A.2. Taux d'agrégation des CG 283
A.3. Tortuosité de la matrice (U)FG 285
A.3.1. Algorithme itératif 285
A.3.2. Algorithme de Djikstra 285
A.4. Méthode de calcul du covariogramme et description quantitative 288
A.5. Définition étendue du covariogramme 291
A.6. K-moyennes et standardisation 292

A.7. K-moyennes et notions de distance 295
A.8. Qualité de classification 297
A.9. Simulation réalisées dans le cadre de ces travaux 300
A.10.Activation des systèmes de glissement au sein des polycristaux unimodaux . . 305

1 Introduction

Pour faire face aux enjeux économiques et environnementaux, l'industrie du transport doit continuellement réduire ses coûts de fonctionnement et ses émissions de CO_2. Cela passe en partie par la réduction de la masse des structures utilisées, et en particulier des structures métalliques qui représentent une grande proportion de la masse due à leur masse volumique élevée. Ceci nécessite une évolution technique de ces structures, les propriétés de ces dernières peuvent être améliorées grâce à deux stratégies différentes. La première consiste à optimiser la topologie de la structure elle-même dans l'objectif de maximiser un paramètre structurel tout en minimisant la masse de matériau nécessaire à la structure. La seconde stratégie est basée sur le matériau de construction en lui-même. Il est parfois possible d'utiliser un matériau plus performant permettant ainsi, pour un cahier des charges donné, une réduction de la masse. Cette amélioration des propriétés mécaniques repose généralement sur l'utilisation d'éléments d'alliage ou sur une modification de la microstructure. Cependant le cahier des charges implique parfois l'utilisation d'un alliage spécifique pour des problématiques liées à la nature chimique de cet alliage (comme la résistance à la corrosion ou la conductivité électrique). Il est alors nécessaire d'intervenir directement sur la microstructure pour ralentir le mouvement des dislocations qui est le phénomène à l'origine de la plasticité au sein des métaux. Parmi les différentes méthodes, on peut citer la réduction de tailles de grains, la précipitation ou le formage à froid. Que ce soit par la modification de la composition chimique ou de la microstructure, l'objectif sous-jacent est d'augmenter la cission résolue critique.

Cette augmentation de la cission résolue critique s'exprime à l'échelle macroscopique par l'augmentation de la limite d'élasticité concernant la taille de grains. Tel que Hall et Petch l'ont montré au début des années 1950 [1, 2], la limite d'élasticité est liée à la taille de grains par le biais du durcissement des grains et fait toujours l'objet d'études de nos jours [3–5]. Avec la réduction de la taille de grains vers des dimensions nanométriques apparaissent de nouveaux phénomènes comme le fluage de Coble [6] entrainant un effet de Hall-Petch inverse. Ces nouveaux mécanismes se déroulent aux joints de grains et contrebalancent le durcissement lié à la réduction de tailles de grains. L'amélioration d'une propriété se fait généralement au détriment des autres, toutefois, il semble que la réduction de taille de grain parvienne, pour les métaux purs, à une augmentation de cette limite d'élasticité en limitant la dégradation des autres propriétés comme la ductilité, la conductivité électrique [7], la résistance à la corrosion [8] ou à l'irradiation [9, 10].

Cependant, de manière générale pour les alliages, l'augmentation de la résistance mécanique

par réduction de la taille de grains conduit à une réduction de la ductilité, ce qui cause un réel problème pour l'utilisation industrielle de ces matériaux lié à leur mauvaise formabilité. Il est alors nécessaire de trouver un compromis entre ces différentes propriétés. Plusieurs stratégies ont été proposées pour améliorer la ductilité telles que la nanoprécipitation [11], les nanomacles [7, 12], l'utilisation d'une seconde phase [13, 14] ou bien d'une distribution multimodale de tailles de grains. Pour cette dernière méthode, les microstructures sont composées de grains de différentes tailles, les grains ultrafins (UFG – Ultra-Fine Grains) apportant la résistance mécanique et les grains de taille conventionnelle (CG – Coarse Grains) la ductilité. Différentes études ont permis de mettre en évidence une amélioration de la ductilité due à une meilleure capacité des CG à se déformer [15–17]. Cette stratégie liée à l'utilisation d'une distribution multimodale peut en réalité être séparée en différentes approches comme les microstructures à gradient, bimodales harmoniques ou bimodales hétérogènes, qui se différencient par l'arrangement spatiale des grains des différentes populations.

Ces matériaux sont élaborés essentiellement de deux manières : par déformation plastique sévère et par la métallurgie des poudres. Ces deux modes d'élaboration ont été utilisés pour étudier l'influence d'une distribution multimodale de tailles de grains sur les propriétés mécaniques de métaux purs [15], d'alliage de titane et d'aluminium [18] et d'aciers [17]. Quelle que soit le type de microstructure considérée, différentes études ont montré l'importance de la fraction volumique des CG sur la limite d'élasticité [15], ou sur l'allongement à rupture [17].

Numériquement, différentes études ont permis de décrire le comportement mécanique de ces matériaux bimodaux et, dans une certaine mesure, de prédire ce comportement. Dans la majorité des études, les simulations ont été réalisées en champs moyens [19], ce qui a permis d'étudier l'influence des fractions volumiques des populations de tailles de grains sur les propriétés mécaniques. En revanche, la plasticité cristalline en champs complets a été moins employée mais permet de prendre en compte de manière explicite les caractéristiques individuelles de chaque grain : géométrie, position et orientation cristallographique [20]. Cette approche rend possible la description des interactions entre grains et apporte une meilleure compréhension des répartitions des contraintes et des déformations associées à la bimodalité de tailles de grains.

Cette étude s'inscrit dans la continuité des travaux de thèse de B. Flipon [21] basée sur une approche couplée expérimentale et numérique. Au cours de ces travaux, des échantillons bimodaux ont été élaborés par métallurgie des poudres et ont servi à la réalisation d'éprouvettes de traction pour des essais de traction monotone et de charges-décharges. Les essais de charge-décharges couplés à l'étude des faciès de rupture et aux analyses de partition des contraintes ont permis de mettre en évidence une certaine relaxation des contraintes internes en lien avec la présence des CG. Cette relaxation, aux interfaces UFG/CG, confère aux matériaux bimodaux un écrouissage et une ductilité accrus qui s'expriment macroscopiquement par une augmentation de l'allongement à rupture en comparaison aux matériaux UFG unimodaux. Numériquement, cette relaxation des contraintes est observée à la verticale des CG dans la direction de traction. Les différentes microstructures modélisées ont permis d'obtenir des premiers résultats sur l'influence de la distribution spatiale des CG sur la relaxation

des contraintes et sur les phénomènes de localisation de la déformation qui prennent pour origine les CG.

Au cours des travaux précédents, le comportement des matériaux bimodaux n'a pas été caractérisé en fatigue. Toutefois, ces matériaux, élaborés par métallurgie des poudres, présentent des oxydes aux joints de grains et, dans une moindre mesure, au sein des grains. Lors d'une sollicitation mécanique, les oxydes induisent un contraste de propriétés mécaniques à l'origine de concentrations de contraintes et conduisent à une rupture prématurée ; en fatigue, leur présence est d'autant plus préjudiciable. Il est alors nécessaire de modifier le procédé d'élaboration pour limiter la fraction volumique d'oxydes au sein de ces matériaux.

Les phénomènes de relaxation des contraintes ont été mis en évidence numériquement et sont situés à la verticale des CG dans la direction de traction mais leur formation et leur évolution reste encore à établir. Plus globalement, la répartition des contraintes et des déformations est clairement impactée par la distribution spatiale des CG. Dans l'objectif de comprendre les mécanismes mis en jeu et de contribuer au développement d'outils pour l'ingénierie des microstructures, il est essentiel de décrire l'influence des différentes caractéristiques microstructurales des bimodaux (fraction volumique de CG, contraste de tailles de grains ou distribution spatiale des CG) sur la relaxation des contraintes et la localisation des déformations. Vis-à-vis de sollicitations uniaxiales, ces matériaux présentent expérimentalement une ductilité améliorée ce qui en fait une bonne alternative aux matériaux à grains ultrafins. Les procédés de formage sont généralement caractérisés par des chargements multiaxiaux et requièrent une certaine formabilité des alliages. Ainsi, pour étendre les applications de ces matériaux bimodaux, il convient de s'interroger sur leur faculté à relaxer les contraintes pour des chargements plus complexes.

Après une étude de la bibliographie sur le sujet, le chapitre 3 traitera de l'amélioration du procédé d'élaboration pour réduire la fraction volumique d'oxydes. L'élaboration des matériaux a été impactée par la pandémie et pour cette raison, la campagne d'élaboration n'a pu être complétée. La mesure des propriétés mécaniques n'ayant pas été réalisée, cette partie expérimentale concernant l'élaboration sera autosuffisante. Une seconde partie portera sur l'étude numérique des différents phénomènes se déroulant au sein des matériaux bimodaux et permettant d'en améliorer la ductilité. Cette partie numérique débute par le chapitre 4 qui présente la génération des microstructures numériques ainsi que les différentes lois de plasticité cristalline employées. Dans le chapitre 5 seront décrits les outils développés au cours de ces travaux pour traiter les résultats associés à ces matériaux bimodaux. Les chapitres 6 et 7 porteront sur la description des résultats et leurs traitements grâce à ces différents outils. Le chapitre 8 est ensuite consacré à la discussion des résultats présentés sur la base de la fraction volumique de CG et du contraste de tailles de grains. Finalement le chapitre 9 est dédié aux conclusions et perspectives de ces travaux.

English below

The growing economic and environmental challenges imply an increasingly drastic reduction of costs. The transport industry is strongly impacted and is looking for ways to reduce its

operating costs and its CO_2 emissions. This can be partially achieved by reducing the mass of the structures, and notably the metallic structures which represent a large part of the overall mass due to their high density. In order to reduce the mass of the structures, technical evolution is needed. Mechanical properties can be improved by two complementary strategies. The first one is optimizing the design of the structure itself to reduce the mass of materials required. The second strategy applied to the materials of the structure itself. Occasionally it is possible to use a more efficient material thus allowing, for given specifications, a mass reduction. This improvement in mechanical properties generally arises from alloying elements or changes in the microstructure. The specifications sometimes require the use of a specific alloy for problematics related to the chemical nature of the alloy (such as corrosion resistance or electric conductivity). It is then needed to work directly on the microstructure to impede the movements of dislocations which is the main phenomenon behind plasticity in metals. Among the different methods, we can mention GS reduction, precipitation or even cold forming. Whether by modifying the chemical composition or the microstructure, the main objective is to increase the critical resolved shear stress.

This increase in critical resolved shear stress translates macroscopically as an increase in yield strength concerning the GS reduction. As demonstrated by Hall and Petch in the early 50s [1, 2], the YS is related to GS through grain hardening and is still an active research subject nowadays [3–5]. With the GS reduction towards NC, new phenomena such as Coble creep [6] take place at grain boundaries which counteract the GS hardening. Generally, the improvement of one property is to the detriment of the other ones. It appears that the GS reduction achieves, for the particular case of pure metals, an increase in this yield strength by limiting the degradation of other properties such as ductility, electrical conductivity [7], corrosion resistance [8] of irradiation [9, 10].

The YS improvement by GS reduction also causes a loss of ductility, which causes a real problem for the industrial use of these materials related to their poor formability. It is then necessary to find a balance between YS and ductility. Several strategies have been proposed to improve the ductility such as nanoprecipitation [11], nanotwins [7, 12], the use of a second phase [13, 14] or a multimodal grain size distribution. For this latter method, the microstructures are composed of different GS, the UFG providing mechanical strength and the CG the ductility. Different studies have shown a clear improvement in ductility due to a better ability of the CG to deform [15–17]. This strategy related to the use of multimodal distribution can actually be separated into different approaches such as gradient, harmonic or even bimodal microstructures.

Experimentally, these multimodal materials are elaborated mainly by two ways : by SPD and by PM. Thus, the resulting microstructures are far more complex than a simple bimodal distribution, and may be categorized depending on the grain sizes and their spatial distribution within the microstructures : harmonic, heterogeneous or gradient. These two methods of elaboration have been used to study the influence of a multimodal grain size distribution on the mechanical properties of pure metals [15], titanium and aluminum alloys [18] and steels [17]. For different categories of multimodal microstructure, different studies have shown the significance of the CG volume fraction on the YS [15], or on fracture elongation [17].

Numerically, various studies have described the mechanical behaviour of bimodal polycrystals, and to some extent, predicted this behaviour. In the majority of the studies, finite element simulations have been carried out in mean field [19], which has allowed to study the influence of the volume fraction of the various GS population on the mechanical properties. On the other hand, full-field CPFE has been less used but allows to explicitly take into account the individual characteristics of each grain : geometry, position and crystallographic orientation [20]. This approach makes it possible to describe the interactions between grains and provides a better understanding of the stress and strain distributions associated with GS bimodality.

This study is a continuity of the thesis work of B. Flipon [21] based on a coupled experimental and numerical approach. Along this work, bimodal samples were elaborated by PM and were tested by monotonic tensile and load-deload tests. The load-deload tests, coupled with the study of fracture surfaces and stress partition analyses, have shown internal stresses relaxation related to the presence of CG. This relaxation, taking place at the UFG/CG interfaces, confers to bimodal samples an increased stain hardening and ductility which can be observed macroscopically by an increase of fracture elongation comparatively to UFG unimodal samples. Numerically, this stress relaxation originates from the CG along the tensile direction. The different modelled microstructures have highlighted the influence of the spatial distribution of the CG on the stress relaxation and on the strain localization pattern that arise from the CG.

In the preceding work, the fatigue behaviour of bimodal materials has been described. However, these materials, elaborated by PM, present oxides at the GB and, to some extent, within the grains. During mechanical testing, oxides induce a contrast in mechanical properties which leads to stress concentration and early failure. During fatigue testing, their presence is thought to be even more detrimental. In this framework, it is necessary to improve the elaboration process to limit the volume fraction of oxide within these bimodal materials.

Stress relaxation phenomena have been numerically revealed and are located vertically to the CG along the tensile direction, but their formation and evolution is yet to be established. Generally, the strain and stresses distribution are clearly modified by the CG spatial distribution. In order to understand the various mechanisms, and in view of microstructure engineering, it is essential to describe the influence of the different microstructural characteristics of bimodal materials (CG volume fraction, GS contrast or CG spatial distribution) both on stress and strain redistribution. These materials, so far mainly characterized experimentally and numerically in uniaxial loading, present an improved ductility which makes them a suitable alternative to UFG materials. As previously mentioned, UFG materials are rarely used in industry due to their poor formability. Forming processes are generally characterized by multiaxial loading and to extend the applications of bimodal materials, it is necessary to investigate their ability to relax stresses for more complex loading.

After a study of the bibliography on the subject, the chapter 3 will deal with the improvement of the elaboration process to reduce the volume fraction of oxides. The elaboration of materials was impacted by the pandemic and for this reason, the elaboration campaign could not

be completed. Mechanical testing was not carried out and the experimental part will then be sufficient. A second part will focus on the numerical study of the various phenomena taking place within the bimodal materials and allowing to improve their ductility. This numerical part starts with the chapter 4 which first presents the generation of numerical microstructures as well as the various laws of crystalline plasticity employed. Then, the tools developed during this work to treat the numerical results related to bimodal microstructures are described in chapter 5. The chapters 6 and 7 will focus on numerical results and their treatment with different tools. The chapter 8 is then dedicated to the discussion of the different results presented in this work with microstructural parameters such as CG volume fraction or GS contrast. At the end of each chapter will figure a summary in english. Finally, the chapter 9 will be dedicated to the conclusions and possible perspectives of this work, which will be fully translated to English.

2
Revue bibliographique

Ce chapitre décrit dans un premier temps la structure cristalline parfaite et les mécanismes de déformation associés dans les alliages métalliques. Les matériaux réels sont caractérisés par la présence de défauts qui peuvent influer sur les propriétés mécaniques à une échelle macroscopique. Les mécanismes de déformation seront traités pour les mono- et polycristaux avant de s'intéresser aux moyens d'améliorer les propriétés mécaniques. Parmi les différentes stratégies permettant d'augmenter la résistance mécanique, celle considérée, la réduction de taille de grain, permet de conserver la nature chimique de l'alliage. Cependant cette méthode entraîne également une baisse de ductilité qui peut parfois s'avérer nécessaire pour des procédés industriels comme le formage. L'ajout de grains de tailles conventionnelles au sein d'une matrice à grains ultrafins permet de trouver un compromis entre ductilité et limite d'élasticité. Une revue de la littérature portera sur les propriétés mécaniques de ces alliages ainsi que sur leurs méthodes d'élaboration.

Expérimentalement, cette modification de la microstructure permet de conserver la nature chimique de l'alliage tout en limitant la perte de ductilité inhérente à l'utilisation de grains ultrafins. Ce chapitre donnera ainsi l'état actuel des connaissances que ce soit d'un point de vue expérimental ou numérique sur le comportement de ces matériaux à microstructures hétérogènes.

Sommaire

3.1. Caractérisation des poudres commerciales **62**
3.2. Métallurgie des poudres et frittage SPS **65**
3.2.1. Procédé d'élaboration des bimodaux 65
3.2.2. Frittage des poudres commerciales 68
3.3. Amélioration du procédé d'élaboration **71**
3.3.1. Voies d'amélioration 71
3.3.2. Caractérisation des échantillons frittés 74
3.4. Tentative d'essais mécaniques **78**
3.5. Synthèse **79**

2.1. Mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques

La déformation des matériaux métalliques peut être séparée en deux domaines successifs. Le premier est dit élastique et se caractérise par une déformation réversible. Au-delà d'une certaine limite de contrainte, correspondant à la limite d'élasticité, le comportement du matériau métallique change car de nouveaux mécanismes de déformation apparaissent. Ceux-ci sont dus à la présence de défauts au sein du matériau et ces mécanismes sont caractérisés par une déformation irréversible dite plastique. La figure 2.1 représente l'allongement d'un échantillon soumis à une sollicitation uniaxiale, cet allongement est dans un premier temps réversible, puis avec l'augmentation de la déformation, la plasticité apparait et la déformation est alors irréversible.

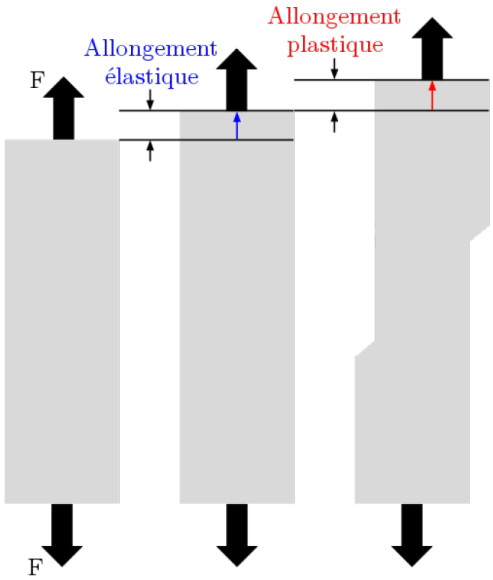


FIGURE 2.1. – Illustration des allongement d'un échantillon, élastique (réversible) et plastique (irréversible).

2.1.1. Réseaux cristallins et mécanismes de déformation associés

Les matériaux cristallins peuvent, à l'échelle atomique, être décrit par la répétition d'un motif dans les 3 dimensions de l'espace, appelé maille élémentaire. Chaque maille élémentaire est définie par 6 paramètres, 3 vecteurs $\vec{a}$, $\vec{b}$ et $\vec{c}$ et 3 angles α, β et γ. Les normes de ces vecteurs, a, b et c sont appelés paramètres de mailles. Les différentes combinaisons d'égalité des angles et des paramètres de mailles permettent d'obtenir les 7 réseaux cristallins. Au sein de ceux-ci, les atomes peuvent parfois occuper des positions différentes, ces combinaisons sont représentées en figure 2.2 et sont appelées réseaux de Bravais. Au total, il existe 14 réseaux de Bravais [22].

La structure cristalline impacte les propriétés physico-chimiques des matériaux à l'échelle macroscopique. Le matériau considéré dans cette étude, le 316L a une structure cubique à faces centrées.

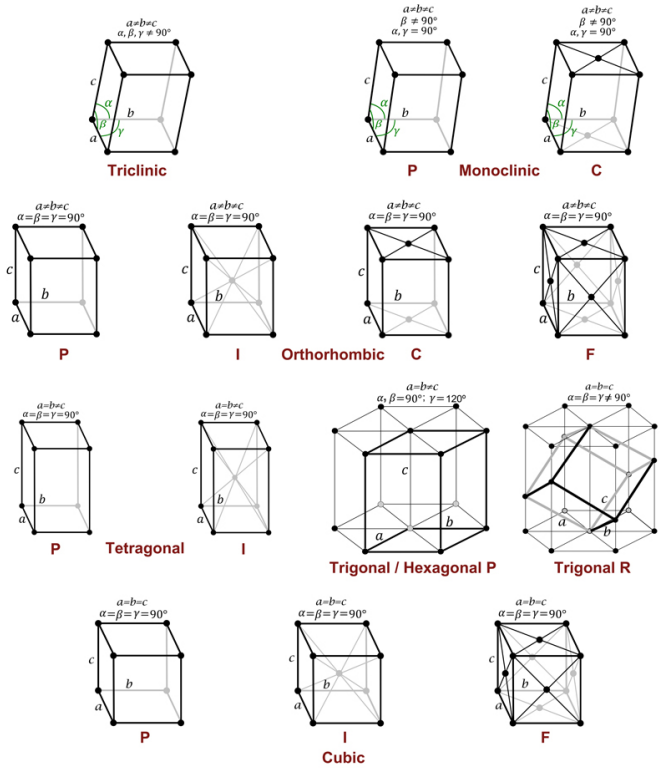


FIGURE 2.2. – Les 14 réseaux de Bravais.

On considère dans un premier temps que le matériau peut être décrit par une structure cristalline parfaite. Lorsque ce matériau est soumis à une certaine contrainte macroscopique, ces contraintes sont transposées à l'échelle des plans atomiques. Sur la figure 2.3 est représenté pour un plan cisaillé, le glissement atomique le long du plan considéré. Ce déplacement peut être lié à une énergie qui augmente à partir de la position d'origine de l'atome jusqu'à une valeur maximale correspondante à la moitié de la distance interatomique. Au-delà de cette distance, l'énergie diminue à nouveau jusqu'à atteindre une valeur identique à celle initiale pour un déplacement d'une distance interatomique. La contrainte de cisaillement peut quant à elle être décrite par une fonction sinusoïdale de la forme suivante [23] :

$$\tau = \tau_c \sin\left(\frac{2\pi x}{a}\right) \tag{2.1}$$

Cette équation permet d'estimer une valeur théorique de la cission résolue critique. Pour un acier 316L, la valeur de τ_c est proche de 12000 MPa. Cependant, expérimentalement, la valeur

observée est largement inférieure $\tau_c^{th} \simeq 90MPa$ [24]. La valeur théorique, bien plus élevée provient du fait que les matériaux réels ne possèdent pas une structure cristalline parfaite, ce qui favorise le glissement et réduit de manière significative la valeur de la cission résolue critique.

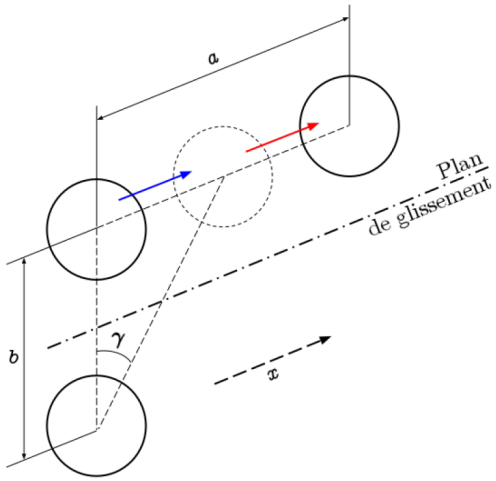


FIGURE 2.3. – Schéma décrivant le glissement atomique vis-à-vis du cisaillement.

La maille élémentaire permet de déterminer certaines propriétés physico-chimiques mais n'est pas suffisante pour décrire les mécanismes de déformation car il est nécessaire de prendre en compte les défauts des matériaux métalliques réels.

2.1.2. Défauts dans un microstructure réelle

Les matériaux métalliques réels peuvent posséder différents défauts, ceux-ci sont listés par leur dimensionnalité. Ce sont ces défauts qui sont à l'origine de la modification des propriétés physiques par rapport à celle d'une structure cristalline parfaite.

Défauts ponctuels

Lacunes Les lacunes représentent des positions au sein du réseau cristallin marquées par l'absence d'un atome. Cette absence d'atome implique un champ de déformation au sein de la microstructure. La présence de ces sites vacants influence grandement la diffusion au sein des matériaux, à très haute température (proche de T_f), la diffusion est d'autant plus impactée car les lacunes s'associent par paires [25].

Atomes interstitiels Les atomes interstitiels sont des atomes occupant des sites du réseau cristallin, n'étant pas occupés dans le cas d'un matériau pur. Les atomes pouvant occuper ces positions possèdent généralement un rayon atomique largement inférieur à celui des atomes composant le réseau cristallin.

Atomes en substitution A cause de la présence d'impuretés liées à l'élaboration ou par la volonté de créer un alliage aux propriétés spécifiques, les matériaux réels sont éloignés du cadre du matériau pur. Pour des atomes ayant des rayons atomiques proches, ces derniers viennent substituer les atomes du réseau cristallin.

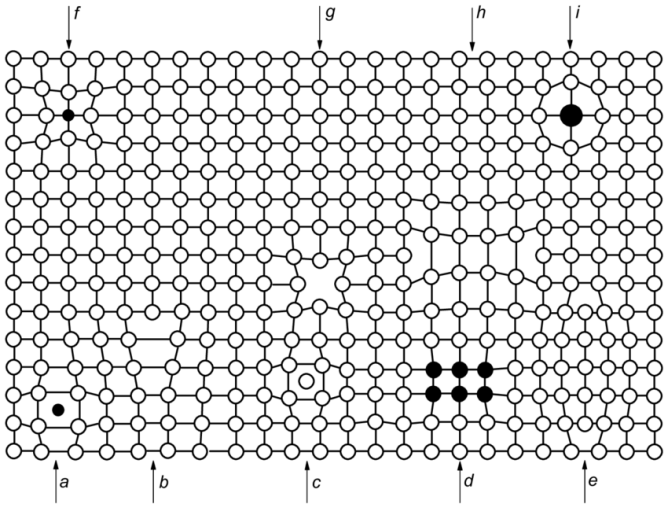
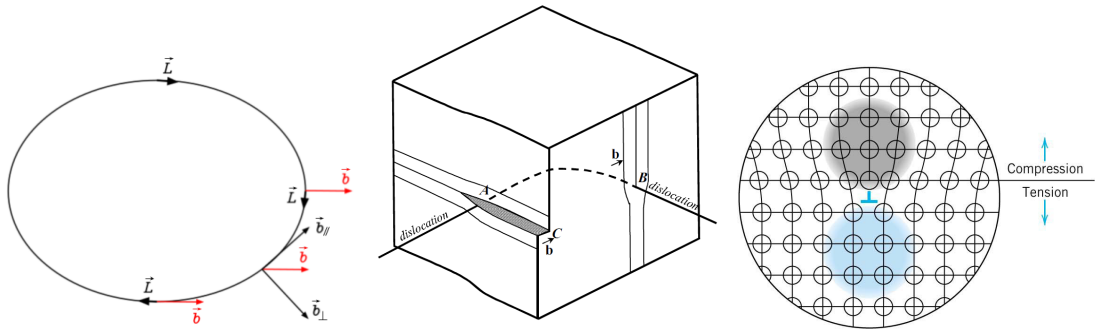


FIGURE 2.4. – Différents types de défauts : (a) atome étranger en interstitiel, (b) dislocation, (c) atome interstitiel de même nature chimique, (d) précipité cohérent, (e) dislocation extrinsèque, (f) atome étranger de faible dimension en substitution, (g) lacune, (h) dislocation intrinsèque et (f) atome étranger de grosse dimension en substitution. Figure tirée des travaux de thèse de E. Dornberger [26].

Défauts linéaires

Dislocations La dislocation est caractérisée par l'absence d'un demi plan atomique au sein du réseau cristallin. Ces défauts linéaires sont décrits par deux vecteurs différents, le vecteur de Burgers noté $\overrightarrow{b}$ qui définit le déplacement de cette dislocation au sein du cristal et le vecteur qui sera noté $\overrightarrow{u}$ qui caractérise quant à lui la ligne de dislocation. Ainsi il existe deux cas extrêmes pour lesquels ces deux vecteurs peuvent être soit colinéaires, la dislocation est alors appelée dislocation vis, soit orthogonaux et la dislocation est appelée dislocation coin. La plupart du temps, ces deux vecteurs ne sont ni colinéaires ni orthogonaux, la dislocation est alors considérée comme mixte. Ces trois cas sont présentés de manière schématique grâce à la figure 2.5a ainsi qu'au sein d'un réseau cristallin 2.5b. L'absence d'un demi plan atomique implique un champ de contrainte composé d'une zone en compression et d'une zone en traction comme représenté grâce à la figure 2.5c. De manière à réduire ces contraintes, les dislocations parfaites peuvent se dissocier en deux dislocations partielles. Energétiquement, cette dissociation est favorable car la somme des énergies des deux dislocations partielles est inférieure à celle d'une dislocation parfaite (critère de Frank [27]).



(a) (b) (c)

FIGURE 2.5. – Boucles de dislocation mettant en évidence (a) les cas extrêmes de la dislocation purement vis et la dislocation purement coin et mettant en évidence le cas de la dislocation mixte ; (b) représentation au sein d'une structure cristalline et (c) champ de contraint associé à la présence d'une dislocation.

Défauts planaires

Fautes d'empilement Les fautes d'empilement sont une interruption de la séquence d'empilement normale, elles sont essentiellement présentes au sein des structures cristallines denses. Pour les matériaux CFC, la séquence d'empilement des plans normaux à la direction {111} peut être décrite par une séquence ABCABC. Une modification de cette séquence peut provenir de la dissociation d'une dislocation en deux dislocations partielles. Il existe ainsi une compétition entre la répulsion des dislocations partielles (due à leur vecteur de Burgers) et la dimension de la faute d'empilement (liée à l'énergie de faute d'empilement) [27] qui va conditionner la distance de dissociation des partielles et la capacité globale du matériau à se déformer avec du glissement dévié.

Joints de grains Les joints de grains peuvent être considérés comme un type de défaut bidimensionnel car ils permettent de séparer deux domaines ayant des orientations cristallographiques pouvant être radicalement différentes. Leur formation provient généralement de la rencontre de la croissance de plusieurs germes pendant la solidification du métal mais ils peuvent également apparaître suite à une déformation plastique sévère après absorption de dislocations par les murs de cellules [28]. Les joints de grains ne présentent pas un arrangement atomique aussi dense que le réseau cristallin lui-même, c'est pourquoi ils jouent le rôle de chemins préférentiels lors des mécanismes de diffusion [25].

Maclage Les joints de macles peuvent être perçus comme un type particulier de joint de grains au travers duquel l'orientation cristallographique change également, cependant la désorientation de part et d'autre du joint de macle est non quelconque, ce dernier agit en réalité comme une symétrie miroir. Le joint de macle possède également des propriétés mécaniques différentes d'un joint de grains classique car il s'agit d'un joint de grains dit cohérent [27]. Contrairement aux joints de grains classiques, la densité atomique est très proche

de celle du réseau cristallin ce qui impacte peu les phénomènes de diffusion [25]. Dans le cas des macles formés au sein des aciers austénitiques, les joints de macles sont dits Σ3 car un atome sur 3 est cohérent au réseau cristallin de part et d'autre du joint considéré.

Défauts tridimensionnels

Précipités Les précipités peuvent être perçus comme un défaut tridimensionnel : si on considère une structure cristalline parfaite, alors ils occupent un certain volume qui ne peut être décrit par la maille unitaire du matériau considéré. Ces précipités peuvent être cohérents si les structures cristallines (et les paramètres de mailles) de la matrice et du précipité sont similaires comme présenté en figures 2.6a et 2.6b. Si les différences sont trop importantes alors les précipités seront incohérents comme illustré en figure 2.6c.

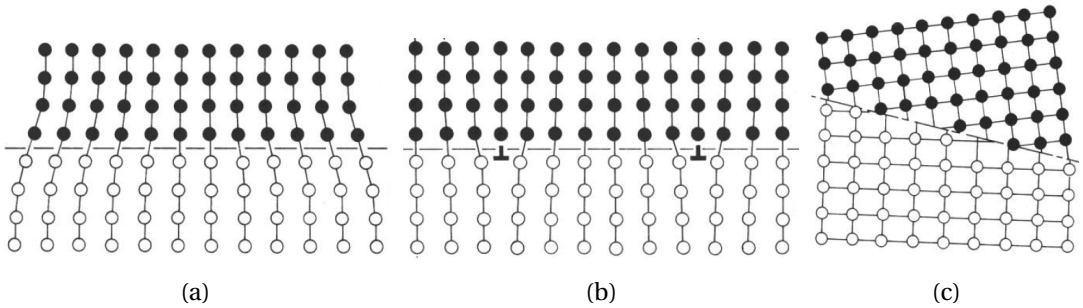


FIGURE 2.6. – Exemples de précipités (a) cohérents, (b) cohérents avec la présence de dislocation et (c) incohérents.

Porosités Les porosités apparaissent également comme un type de défaut tridimensionnel au sein de la microstructure pour lequel la structure cristalline n'est pas vérifiée. Il existe plusieurs types de porosités en fonction de leur dimension, les plus grosses proviennent de bulles de gaz lors de la coulée du métal en fusion. Il peut également se former des porosités lors de la solidification du métal au sein des zones interdendritiques. Les porosités les plus petites proviennent d'un appauvrissement très important en certains éléments chimiques (pour la formation de précipité) qui sont remplacés par des lacunes qui s'accumulent pour former des porosités. Les porosités quelles qu'elles soient impliquent la présence de surcontraintes lors de sollicitations mécaniques.

2.1.3. Mécanismes de déformation des matériaux métalliques

Plasticité du monocristal

La déformation plastique des matériaux métalliques fait intervenir le glissement de certains plans cristallographiques dû aux mouvements des dislocations. Ce glissement s'effectue sur les plans et dans les directions les plus denses du réseau cristallin et conduisent à une déformation irréversible du matériau. Selon l'orientation du monocristal considéré, le glissement

	b	Systèmes de glissement admissibles		
$\vec{n}$	1 (011)	(convention de Schmid-Boas)		
$A\left(\bar{1}11\right)$	2 $\left(0\bar{1}1\right)$	$A2$	$A3$	$A3$
B (111)	3 (101)	$B2$	$B4$	$B5$
$C\left(\overline{11}1\right)$	4 $\left(\bar{1}01\right)$	$C1$	$C3$	$C5$
$D\left(1\bar{1}1\right)$	5 $\left(\bar{1}10\right)$	$D1$	$D4$	$D6$
	6 (110)			

TABLEAU 2.1. – Liste des 12 systèmes de glissement, au sein d'un cristal CFC, donnés selon la convention de Schmid-Boas [29].

de certains plans sera favorisé. Pour les matériaux cubiques à faces centrées (CFC), les plans les plus denses correspondent aux plans de la famille {111} et les directions à la famille de direction ⟨110⟩. Il existe 4 plans de glissement et 3 directions de glissement sont admissibles par plan. L'exemple des directions admissibles sur le plan de glissement (111) sont représentés en figure 2.7. Les différentes systèmes de glissement sont au nombre de 12 et sont regroupés dans le tableau 2.1 selon la convention de Schmid-Boas [29].

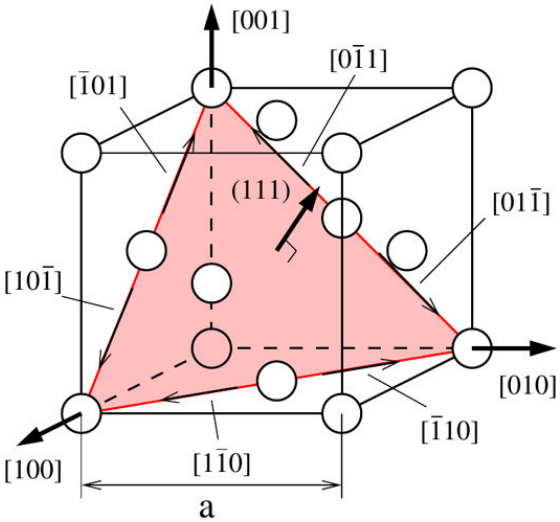


FIGURE 2.7. – Directions de glissement admissibles pour le plan de glissement (111) d'une structure cubique à faces centrées.

L'activation d'un système de glissement est déterminé par la loi de Schmid et Boas (*cf.* équation 2.2). Cette loi permet de déterminer la cission résolue critique à partir de laquelle sera déclenché le glissement sur un système donné [30]. Cette cission résolue critique dépend de la contrainte macroscopique appliquée σ à la section de l'échantillon considéré S, de l'angle ϕ défini entre la normale au plan de glissement et la direction de macroscopique et l'angle λ établi entre la direction de traction et la direction de glissement. Ces angles sont illustrés

sur la figure 2.8 dans le cas d'une traction verticale de force F appliquée à un échantillon de section S.

$$\begin{aligned} \tau_c &= \sigma \cos(\phi)\cos(\lambda) \\ \text{Avec} \quad \sigma &= \frac{F}{S} \end{aligned} \tag{2.2}$$

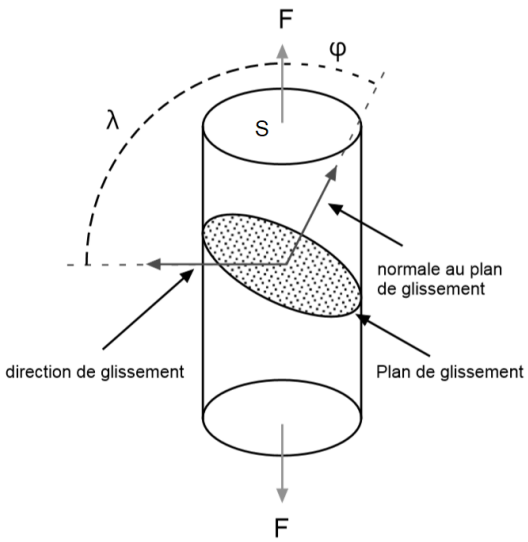


FIGURE 2.8. – Cisaillement dans un monocristal : loi de Schmid et Boas [30].

Pour déterminer le ou les systèmes les plus à même de s'activer, deux approches sont envisageables. La première est basée sur l'équation 2.3 qui permet de calculer le facteur de Schmid m à partir des angles ϕ et λ. La valeur de ce coefficient est comprise entre 0 et 0,5 et le ou les systèmes actifs seront ceux possédant la valeur de m la plus élevée. Une seconde approche provient de la projection stéréographique, celle-ci est représentée en figure 2.9 pour un matériau CFC. Cette projection fait apparaître des triangles déformés qui sont les projections de triangles sphériques délimités par les familles de direction $\langle 001 \rangle$ (axe 4), $\langle 111 \rangle$ (axe 3) et $\langle 011 \rangle$ (axe 2) sur le plan de projection. Si la projection de la direction de sollicitation est dans un triangle, le glissement est dit simple et un seul système est susceptible de s'activer. Pour une direction de sollicitation colinéaire à une direction $\langle 111 \rangle$, cet axe 3 est entouré de 6 triangles et 6 systèmes sont alors susceptibles de s'activer.

$$m = \cos(\phi)\cos(\lambda) \tag{2.3}$$

Comme précisé précédemment, lors de l'écrouissage des matériaux métalliques, les dislocations se déplacent au sein de la microstructure et leur densité augmente en lien avec des mécanismes de production des dislocations. Dans le cas d'un monocristal, le déplacement de

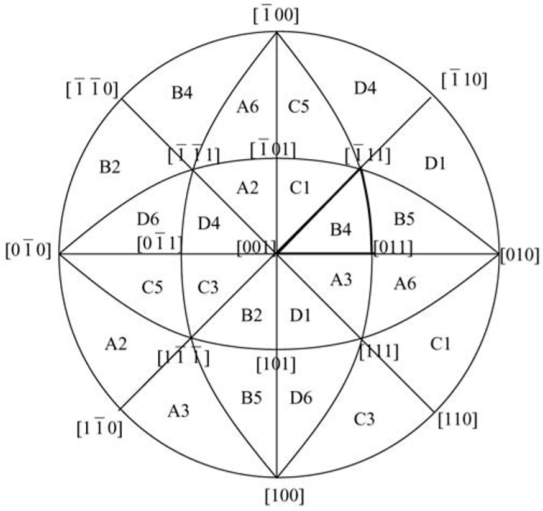


FIGURE 2.9. – Projection stéréographique d'une structure CFC et systèmes appliqués.

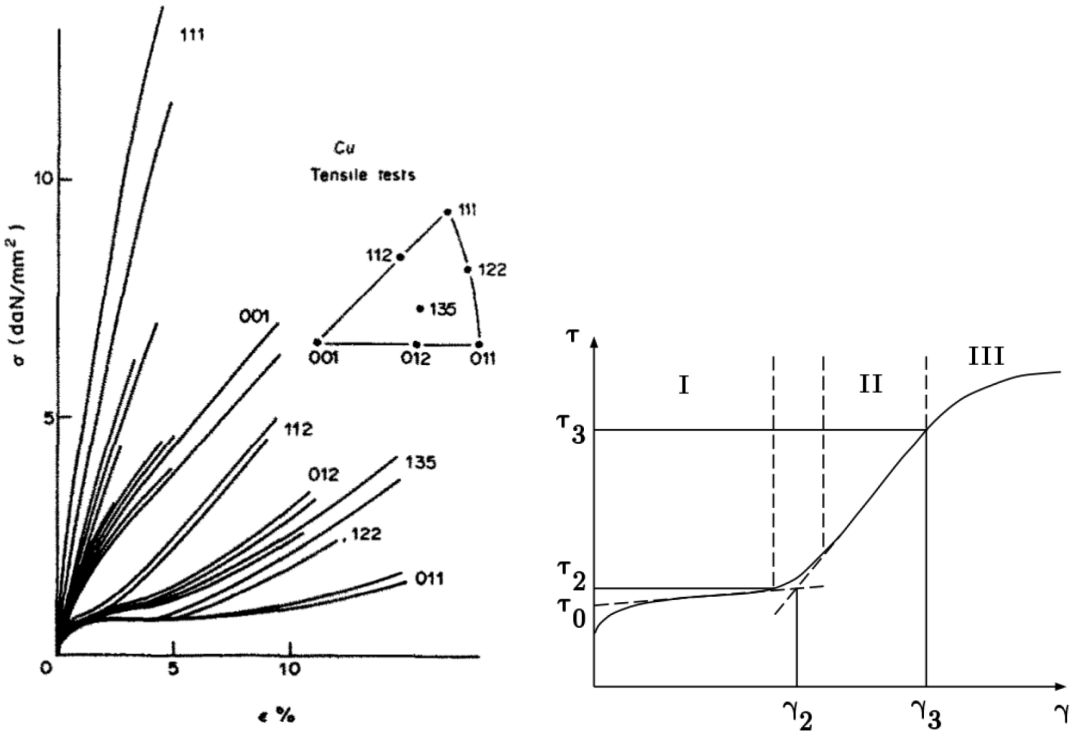
ces dislocations n'est pas entravé par la présence de joints de grains. Lorsque ce monocristal est orienté pour conduire à un glissement simple (*cf.* figure 2.9), l'écrouissage peut être décomposé en trois stades comme représenté sur les figures 2.10a et 2.10b.

Le stade I est caractérisé par un taux d'écrouissage relativement faible, un seul système de glissement est actif et peut être déterminé par le biais du facteur de Schmid ou de la projection stéréographique. Les dislocations se déplacent librement et interagissent peu car elles se déplacent sur des plans de glissement parallèles (même système de glissement). La cission résolue τ augmente à cause de l'auto-écrouissage associé aux dislocations du système primaire de glissement ainsi qu'à la rotation du cristal.

Au cours du stade II, la contrainte poursuit son augmentation, les dislocations se multiplient et de nouveaux systèmes de glissement sont activés. L'activation de systèmes de glissement secondaires génère de fortes interactions entre dislocations. Les mouvements de dislocations s'effectuent dans un nombre plus important de directions et la probabilité de rencontrer un défaut augmente. Les dislocations peuvent alors interagir entre elles et former des verrous de Lomer-Cottrel liées à un enchevêtrement des dislocations [31]. Ceux-ci agissent comme des points d'ancrage qui peuvent conduire à la formation de structures denses de dislocations (murs / amas). D'autres interactions peuvent apparaître en fonction des angles entre les systèmes de glissement des dislocations considérées comme les verrous de Hirth, les jonctions glissiles ainsi que les interactions coplanaires et colinéaires [32].

Au-delà d'un certain seuil de contrainte, le glissement dévié est rendu possible ce qui caractérise le début du stade III. L'apparition de ce phénomène est caractérisée par un effet de restauration dynamique lié à l'annihilation de dislocations de vecteur de Burgers opposés [33]. La restauration engendre un taux d'écrouissage plus faible que celui du stade II. La contrainte

nécessaire pour conduire à l'apparition du glissement dévié est fortement dépendante de la température, de l'énergie de faute d'empilement et de la vitesse de déformation.



(a) (b)

FIGURE 2.10. – (a) Courbes expérimentales contrainte-déformation d'un monocristal de cuivre en traction. (b) Stades caractéristiques d'écrouissage d'un monocristal orienté en glissement simple. Figures tirées de (a) Franciosi *et al.* [34] et (b) *Mechanical metallurgy*, G. Dieter, 1961 [23].

Polycristaux et nouveaux mécanismes de déformation

Un matériau polycristallin est composé d'un ensemble de domaines monocristallins (*i.e.* les grains) limités par des joints de grains. Ces derniers sont caractérisés par un empilement atomique très perturbé sur une distance de quelques distances interatomiques [35]. Au sein de chaque grain, les mécanismes de déformation plastique restent semblables à ceux présents au sein d'un monocristal d'orientation cristalline identique. Cependant, la présence de grains voisins, d'orientations cristallographiques différentes du grain considéré conduit à l'apparition de mécanismes supplémentaires.

Lors de la déformation de matériaux polycristallins, certains grains composant la microstructure sont amenés à se déformer plastiquement en fonction de leur orientation cristallographique (facteur de Schmid m). Ce processus va induire au sein du polycristal des champs

de contrainte et de déformation hétérogènes dû à la variabilité des orientations cristallographiques. Cet aspect est fortement dépendant de la texture cristallographique. En effet si le matériau considéré est très texturé, cela signifie qu'une grande proportion des grains ont la même orientation cristallographique et que l'hétérogénéité des champs de contrainte et déformation sera plus faible. Il s'ensuit au cours de la déformation une création de dislocations qui se traduit à travers une densité de dislocations. Celle-ci comprend les dislocations géométriquement nécessaires (GND – Geometrically Necessary Dislocations) et les dislocations statistiquement stockées (SSD – Statistically Stored Dislocations). Les GND sont associées à l'incompatibilité des déformations d'un grain à l'autre et permettent alors d'assurer une certaine continuité des déformations d'un grain à ses voisins. La formation de ces structures de GND est décrite grâce à la figure 2.11 tirée des travaux de M.F. Ashby [36]. Au début de la déformation plastique, la densité de GND est plus importante que celle de SSD puis cette tendance évolue au cours de la déformation. La plasticité au sein des grains est pilotée par la formation de structures de dislocations denses liées aux interactions entre dislocations et/ou à la présence de défauts tridimensionnels comme les précipités [37].

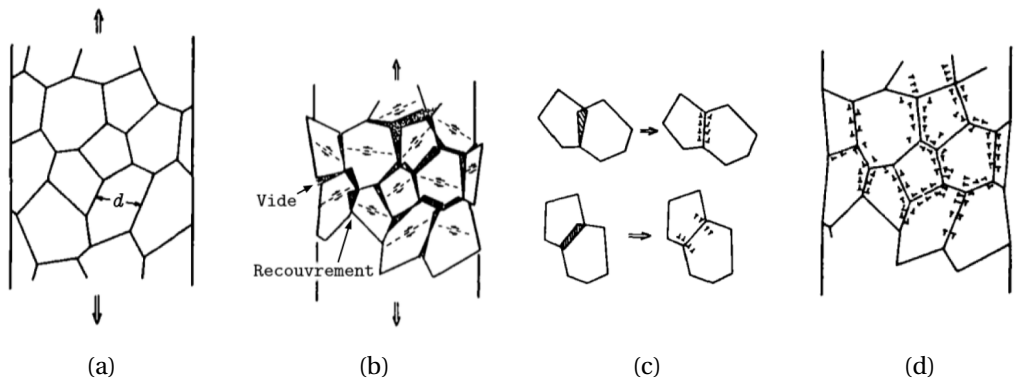
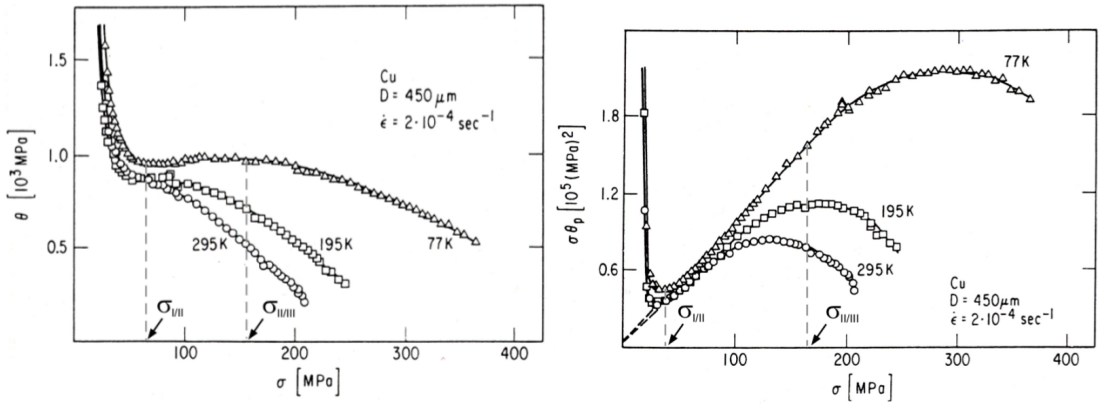


FIGURE 2.11. – Mécanismes de formation des dislocations géométriquement nécessaires lors de l'entrée dans le domaine plastique. Figures tirées de Ashby [36].

Comme pour les monocristaux, l'écrouissage des polycristaux se caractérise également en trois stades mais n'ont pas tous la même signification que dans le cas monocristallin. Un exemple de courbes d'écrouissage est présenté en figure 2.12 et provient des travaux de Mecking *et al.*[38]. Le stade *I* est semblable au premier stade présent pour le cas monocristallin en termes de systèmes de glissement activés. Le taux d'écrouissage est important du fait des incompatibilités de déformations entre grains, ce qui conduit à la formation de dislocations géométriquement nécessaires (*cf.* figure 2.11). Ceci conduit à une augmentation du nombre d'empilements au niveau des joints de grains [39]. L'apparition de ces structures aux joints de grains conduit à une diminution du taux d'écrouissage qui correspond au début du stade II. De manière similaire au cas du monocristal, l'activation du glissement multiple conduit à la formation de structures de dislocations denses. Puis le stade III se caractérise par la généralisation du glissement dévié à tous les grains. A l'échelle de chaque grain, le taux d'écrouissage diminue en raison des mécanismes de restauration dynamique, qui peut également être

observé dans le cas monocristallin. A une échelle plus fine, les comportements locaux sont fortement hétérogènes dû à la présence de structures de dislocations de différentes densités.



(a) (b)

FIGURE 2.12. – Courbes d'écrouissage : (a) $\theta = f(\sigma)$ et (b) $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour un polycristal de cuivre à trois températures différentes. Figures tirées de Mecking *et al.* [38].

2.1.4. Mécanismes de déformation des aciers austénitiques

Pour les aciers austénitiques, trois mécanismes différents conduisent à des déformations irréversibles : le glissement associé aux mouvements des dislocations, le maclage et la transformation martensitique [33].

Glissement associé au mouvement des dislocations

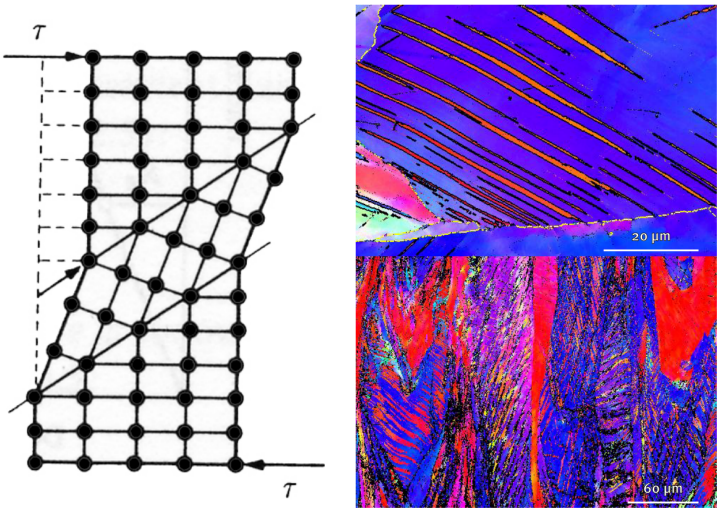
Les matériaux métalliques réels contiennent des défauts de différentes dimensionnalités, à température ambiante mais ce sont les dislocations qui sont majoritairement à l'origine des mécanismes de déformation au sein des matériaux métalliques. Les dislocations sont à l'origine de faibles valeurs de cission résolue critique en comparaison à la valeur théorique. Pour un matériau métallique vierge d'écrouissage, la densité de dislocation est comprise entre 10^4 et 10^6 cm.cm^{-3} puis cette valeur augmente au cours de l'écrouissage. Pour un matériau écroui, les densités de dislocations sont généralement comprises entre 10^8 et 10^{10} cm.cm^{-3} [33].

Lors de l'écrouissage du matériau métallique, les dislocations se déplacent au sein de la microstructure. Ce déplacement peut intervenir de deux manières différentes. Pour une température relativement faible ($T < \frac{T_f}{2}$), les dislocations mixtes et coins glissent dans le plan défini par leurs vecteurs $\overrightarrow{b}$ et $\overrightarrow{u}$. Les dislocations vis qui sont caractérisées par des vecteurs $\overrightarrow{b}$ et $\overrightarrow{u}$ colinéaires peuvent changer de plan de glissement et ce phénomène est appelé glissement dévié et dépend du système cristallin (impossible pour un alliage cubique centré) et de la composition chimique de l'alliage considéré.

Le mouvement non conservatif requière une certaine proportion de défauts ponctuels ; comme décrit précédemment, une dislocation est caractérisée par l'absence d'un demi plan atomique qui implique un champ de déformation du réseau cristallin pour lequel on retrouve une zone en tension et une zone compression. Il peut se produire une montée des dislocations mais cela nécessite une certaine fraction volumique de lacunes (10^{-15} à la température ambiante et 10^{-4} vers T_f et existence de bilacunes proche de T_f). Ce mécanisme se produira alors à haute température bien qu'il puisse se dérouler à des températures inférieures dans les cas des matériaux irradiés ou ayant subi une déformation plastique sévère.

Maclage

Le maclage est un mécanisme de déformation qui permet d'accommoder la déformation en créant des sous domaines cristallins délimités par des plans de macles (*cf.* figure 2.13a). Une zone du cristal se retrouve cisaillée et son orientation cristallographique change et prend une orientation cristallographique non quelconque qui dépend de l'orientation du grain initiale. Le maclage s'observe le plus souvent dans les matériaux à structure hexagonale (magnésium, zirconium, cobalt) mais intervient également pour les aciers [33] comme présenté dans une microstructure de 316L obtenue par fabrication additive SLM [1].



(a) (b)

FIGURE 2.13. – (a) Apparition d'une macle au sein d'une microstructure, mise en évidence des joints de grains cohérents dits joints de macles et (b) macles observés dans un échantillon en 316L obtenu par fabrication additive SLM (figure tirée de Wu *et al.* [40]).

1. Selective Laser Melting

Transformation martensitique

A l'inverse des mécanismes de déformation par mouvement des dislocations ou maclage, la transformation martensitique n'est pas isochore. Ce changement de volume est lié au à la différence de volume entre phase austénitique (cubique) et la phase martensitique (tétragonale). Il s'agit d'une transformation displacive (sans diffusion) caractérisée par un déplacement des atomes de manière synchronisée d'une distance inférieure à la distance interatomique [35]. Deux types de martensites peuvent être observées : la martensite ε de structure hexagonale compacte et la martensite α' de structure quadratique centrée plus couramment observée.

2.2. Amélioration des propriétés mécaniques des matériaux métalliques

Il a été fait mention des différences principales entre matériaux métalliques à structure cristalline parfaite et matériaux métalliques réels. Ces écarts à la structure cristalline parfaite sont appelés défauts et impactent directement les propriétés macroscopiques des matériaux métalliques mais ils permettent la compréhension des mécanismes de déformation plastique grâce aux dislocations. La présence de ces défauts semble suggérer qu'ils modifient les propriétés de manière négative mais il est possible d'en tirer avantage de manière à améliorer les propriétés des matériaux métalliques. Cependant l'amélioration d'une des propriétés physico-chimiques se fait généralement au détriment d'une autre. On mentionnera ainsi quelques méthodes conventionnelles visant à améliorer les propriétés mécaniques puis différentes stratégies visant à trouver un compromis entre résistance mécanique et ductilité.

2.2.1. Durcissement par solution solide

L'utilisation d'éléments d'alliages permet de former des solutions solides, ces dernières sont caractérisées par la présence d'atomes en substitution ou en insertion [35]. Ces éléments d'alliages peuvent avoir des rayons atomiques différents ce qui entrave le déplacement des dislocations au sein du matériau. C'est ce principe qui est utilisé dans les alliages à haute entropie, par exemple.

2.2.2. Durcissement structural

Le durcissement structural d'un alliage est basé sur l'utilisation des précipités (défauts tridimensionnels), ces derniers peuvent être cohérents (comme les précipités γ' dans les superalliages bases nickel) ou incohérents avec la matrice. Ils jouent le rôle d'obstacles au mouvement des dislocations, ces derniers pouvant être franchis de deux manières différentes :

- les précipités peuvent être cisaillés par le passage de dislocation (mécanisme de Friedel [33], *cf.* figure 2.14a)
- les dislocations peuvent également contourner le précipité laissant ainsi une boucle de dislocation autour du précipité après son passage (mécanisme d'Orowan [41], *cf.* figure 2.14b).

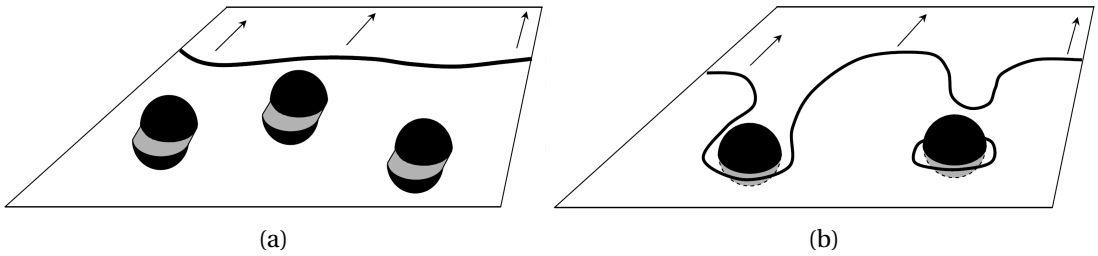


FIGURE 2.14. – Mécanismes associés au durcissement structural : (a) mécanisme de Friedel correspondant au cisaillement des précipités par les dislocations et (b) mécanisme d'Orowan correspondant au contournement des précipités par les dislocations.

2.2.3. Vers une réduction de la tailles de grains

Au début des années 1950, les travaux de Hall [1] et Petch [2] ont mis de mettre en évidence une dépendance entre la limite d'élasticité et la taille moyenne de grains d'un matériau métallique. Cette relation 2.4 fait intervenir la limite d'élasticité d'un polycristal à taille de grain infinie σ_0 qui est liée aux mécanismes de plasticité (mouvements et interactions des dislocations). Le second terme de type Hall-Petch fait intervenir un coefficient de proportionnalité k_{HP} qui permet de relier la fraction volumique de joints de grains au sein du matériau polycristallin à l'augmentation de la limite d'élasticité σ. Ces deux paramètres dépendent du matériau considéré à travers son énergie de faute d'empilement et son système cristallin.

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{HP}(\varepsilon)}{\sqrt{\overline{d}}} \tag{2.4}$$

Par la suite, Armstrong *et al.* [42] ont montré que cette relation était également valable pour des niveaux de déformation supérieures à ceux correspondant à la limite d'élasticité. Cette relation a été expérimentalement vérifiée pour un grande variété de matériaux métalliques [43, 44] et reste valide jusqu'à des tailles de grains inférieures au micron (25mn pour le cuivre [45], 10 nm pour le nickel [46]). La figure 2.15 présente ainsi l'évolution de la contrainte d'écoulement de manière schématique, pour des diamètres inférieures à 100nm, la contrainte d'écoulement continue à augmenter mais avec une pente beaucoup plus faible car différents mécanismes coexistent. En deçà de 10 nm, on observe une inversion de la relation de Hall-Petch [12] due à la présence de nouveaux mécanismes comme le fluage de Coble [6]. Différentes études proposent de nouvelles formulations de la loi de Hall-Petch pour décrire l'évolution de la contrainte d'écoulement pour des tailles de grains plus fines [47–49].

Au-delà des limites de tailles de grains, cette relation empirique s'applique pour des distributions de tailles de grains qui suivent une loi normale. Mais dans la pratique, la distribution de tailles de grains est généralement plus complexe et cette dernière est directement liée au moyen d'élaboration.

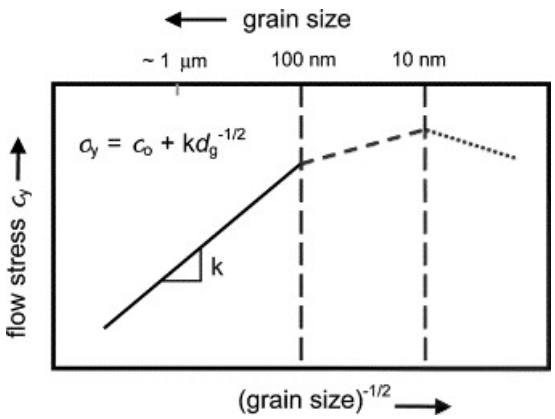


FIGURE 2.15. – Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille moyenne de grains. Figure tirée de Kumar *et al.* [12].

2.2.4. Matériaux à grains ultrafins et nanocristallins

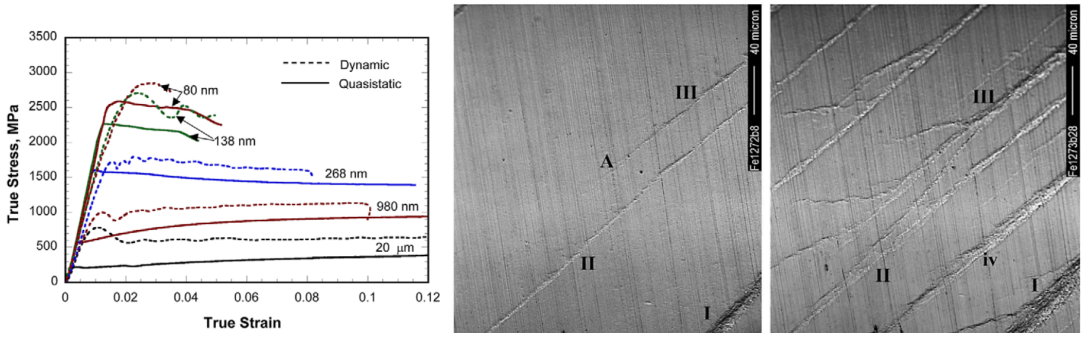
Pour exploiter ce plein potentiel de cet effet de taille de grains, des matériaux à grains de plus en plus fins ont été élaborés jusqu'aux matériaux à grains ultrafins et nanocristallins à la fin des années 1980 [50]. Dans la majorité des études de la littérature, une réduction de la taille de grains entraîne également une réduction drastique de la ductilité de l'échantillon considéré. Selon le mode d'élaboration et dans le cas particulier des déformations plastiques sévères, certaines études ont reporté des élongations à rupture très élevées pour les tailles de grains obtenues mais il est généralement seulement fait mention de la taille moyenne des grains (580% de déformation pour un échantillon de Al-3%Mg-0,2%Sc de taille de grain moyenne ~ 150 nm obtenu par HPT [51] ; 620% de déformation pour un échantillon de AZ61 (alliage de magnésium) de taille de grain moyenne ~ 250 nm également obtenu par HPT [52]).

Lors de la déformation de matériaux métalliques, la déformation plastique s'initie généralement dans les grains les plus favorablement orientés et s'étend aux grains voisins. Dans le cas des matériaux nanocristallins, les mécanismes de déformation sont différents et on peut par exemple citer le glissement des joints de grains et le fluage. Ces mécanismes engendrent à l'échelle des grains des déformations très importantes. De ce fait, la limite d'élasticité conventionnelle peut être atteinte (pour 0,2%) alors que la plasticité n'est pas généralisée [53]. Pour ces mécanismes de déformation, la faible viscosité des matériaux nanocristallins entraîne une plasticité sans écrouissage et conduit pour un déformation totale faible à des phénomènes de localisation et de striction [54].

Jia *et al.* ont étudié l'influence d'une réduction de taille de grain sur les limites d'élasticité et les mécanismes de déformations d'échantillons de fer (CC[2]) frittés . Pour cela des essais de compression quasistatiques et dynamiques ont été réalisés pour 5 tailles de grains moyennes [55]. Ces deux types d'essais ont permet de confirmer la loi de Hall-Petch pour des

2. CC : Cubique Centré

essais dynamiques, et les résultats associés sont présentés en figure 2.16a. Pour l'échantillon à taille de grain conventionnelle (20 μm), sa limite d'élasticité double entre sollicitation quasistatique et dynamique alors que cette augmentation représente seulement une augmentation 10% pour l'échantillon avec la taille de grain la plus fine (80 nm). Des effets similaires ont pu également être observés sur du cuivre [56] et du nickel [57]. Pour des tailles de grains supérieures à 300 nm, aucune bande de localisation du cisaillement n'est visible, et ce, pour les deux vitesses de déformation. En revanche, pour des tailles de grains inférieures, des bandes ont été observées et des essais interrompus ont été réalisés pour étudier leur formation. Des observations MEB réalisées sur la même zone à 3,7% (*cf.* figure 2.16b) et 7,8% (*cf.* figure 2.16c) permettent de voir l'évolution de ces bandes de localisation. Pour le premier niveau de déformation, seules 3 bandes sont visibles puis 8 pour le second niveau de déformation considéré. Entre les deux images, les bandes qui étaient déjà présentes sont significativement plus larges mais de nouvelles bandes ont également une largeur similaire (bande *iv*). En utilisant les traces de polissage, les auteurs ont estimé une déformation de cisaillement égale à ~ 25% pour une bande de 16 μm de largeur.



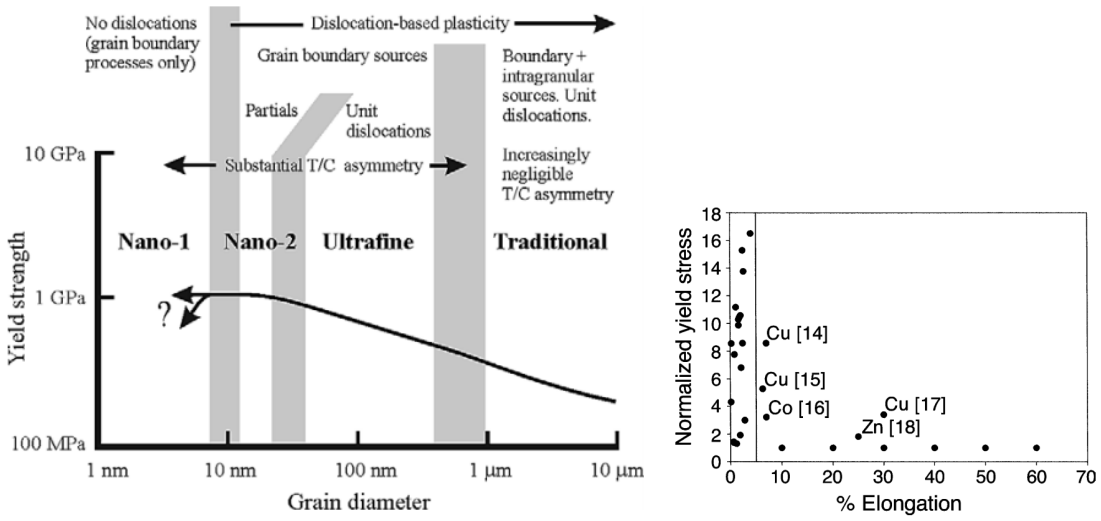
(a) (b) (c)

FIGURE 2.16. – (a) Courbes de compression statiques ($\dot{\varepsilon} = 1 - 4 \times 10^{-4}$) et dynamiques ($\dot{\varepsilon} = 3 - 6 \times 10^{3}$) d'échantillon à grain ultrafins et nanocristallins. Images MEB montrant les bandes de localisation du cisaillement à (b) 3,7% et (c) 7,8% de déformation. Figures tirées de Jia *et al.* [55].

Cheng *et al.* présentent dans leur étude une figure permettant de résumer les différents mécanismes de déformation pour les matériaux CFC basés sur des observations MET 2.17a [58]. En partant de la zone « Nano-1 » pour laquelle les tailles de grains sont les plus faibles, les seuls mécanismes de déformation prédits et observés sont basés sur les joints de grains comme le glissement des joints de grains. La transition entre « Nano-1 » et « Nano-2 » est caractérisée par l'activation des dislocations partielles dans les matériaux CFC et cette taille de grain limite dépend de l'énergie de faute d'empilement. La zone suivante décrit le comportement des matériaux à grains ultrafins pour lesquels les dislocations peuvent cisailler les grains. Ces dernières sont majoritairement issues des joints de grains et peuvent être absorbées par le joint de grains opposé aux premiers stades de la plasticité. Finalement, pour les tailles de grains les plus importantes les mécanismes de déformation seront pilotés par les GND et les

sources de dislocations.

Cette réduction de tailles de grains, bien qu'intéressante, réduit également la ductilité [4, 50, 59] ce qui limite l'utilisation de ces matériaux pour les procédés de mise en forme. Il s'agit alors d'une question de compromis entre résistance mécanique et ductilité, ceci peut être illustré par les données regroupées par Koch *et al.* et présentées en figure 2.17b [60]. Pour différents métaux élaborés selon différentes méthodes (condensation de vapeurs métalliques ou électrodéposition), les limites d'élasticité normalisées sont représentées en fonction de l'élongation à rupture en traction pour des matériaux à taille de grains inférieures à 100 nm. Dans le cas le plus avantageux, la limite d'élasticité est multipliée par 16 en comparaison à une microstructure à grains de taille conventionnelle. Mais lorsqu'un tel effet est observé d'un point de vue de la résistance mécanique, les élongations à rupture sont très faibles. Des effets similaires ont été mis en évidence dans d'autres études [61, 62].



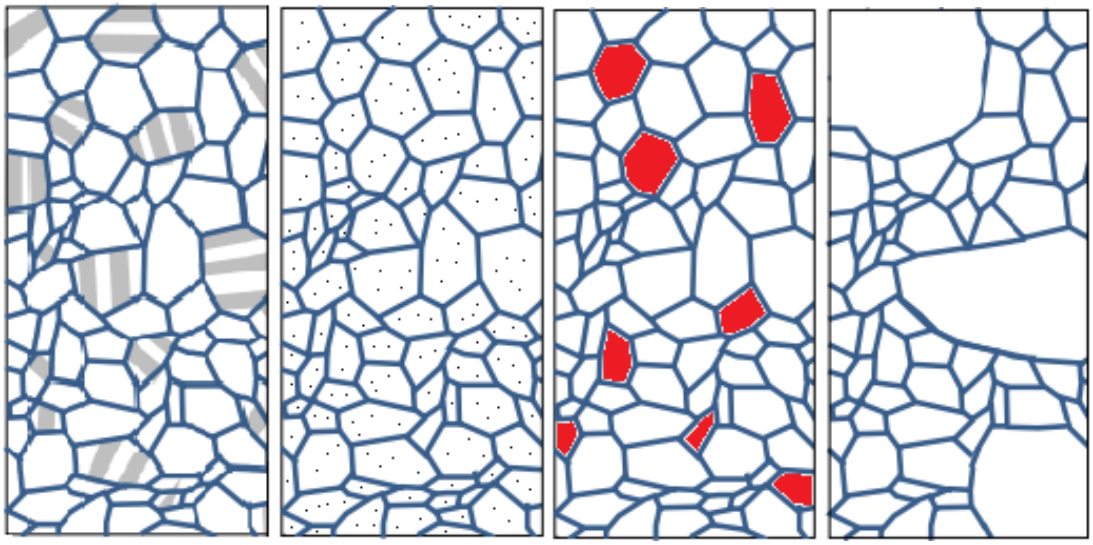
(a) (b)

FIGURE 2.17. – (a) Evolution des mécanismes de déformation en fonction de la taille de grains (figure tirée de Cheng *et al.* [58]) et (b) illustration du compromis entre limite d'élasticité et ductilité grâce à des résultats issus de la littérature (figure tirée de Koch *et al.* [60]).

Du point de vue de la fatigue, la résistance à l'amorçage de fissure est améliorée avec une diminution de la taille de grains. En revanche, du point de vue de la propagation de fissure elle est significative plus rapide (fatigue oligocyclique). Lorsqu'il s'agit de fissuration intergranulaire, des grains de dimensions plus importantes rendent l'avancée de la fissure plus complexe, en lien avec la tortuosité des joints de grains [54].

2.2.5. Compromis entre résistance mécanique et ductilité

Pour limiter la réduction de ductilité liée à l'augmentation de la résistance mécanique et selon l'application souhaitée, différentes approches ont été étudiées dans la littérature. Ces stratégies sont schématisées grâce à la figure 2.18.



(a) (b) (c) (d)

FIGURE 2.18. – Stratégies permettant de limiter la perte de ductilité associée à la réduction de tailles de grains (a) nano-macles, (b) nanoprécipitation, (c) matériaux dual- ou plus généralement multiphases et (d) distribution bimodale de tailles de grains. Figures tirées et adaptées de Pineau *et al.* [59].

Parmi ces différentes stratégies, certaines nécessitent la modification de la nature chimique de l'alliage de manière à précipiter une seconde phase [11] ou bien à former des joints de macles [7]. Or dans le cadre de cette étude, le matériau est fixé et le 316L ne possède ni précipités ni facilité à former une grande quantité de macles. Le choix se tournera alors vers l'ingénierie des paramètres microstructuraux reposant sur la distribution de la taille de grains. Ainsi il est possible de trouver un éventuel compromis, en fonction de l'application souhaitée, permettant de tirer avantage de la haute limite d'élasticité présente dans le matériau à grains ultrafins et de la ductilité caractéristique du matériau à taille de grains conventionnelle.

2.3. Matériaux métalliques à distribution bimodale de tailles de grains

Différents procédés permettent d'obtenir des matériaux à distribution bimodales de tailles de grains ; ils peuvent être regroupés dans deux catégories différentes : l'approche « bottom-up »

qui repose sur l'application de traitements thermomécaniques à un matériau pulvérulent et l'approche « top-down » qui consiste en l'application de traitements thermomécaniques sur un matériau massif. Les matériaux obtenus possèdent des propriétés mécaniques ainsi qu'une microstructure directement liées au procédé d'élaboration, il sera nécessaire de choisir le bon procédé en fonction des propriétés souhaitées.

Les paragraphes suivants aborderont les différents procédés regroupés dans ces deux catégories et présenteront les résultats en termes de propriétés mécaniques présents dans la littérature. Finalement cette partie sera synthétisée par une comparaison des approches « bottom-up » et « top-down » autant en termes d'élaboration que de propriétés mécaniques.

2.3.1. Elaboration des matériaux bimodaux par traitements thermomécaniques : déformation plastique sévère et traitement(s) thermique(s)

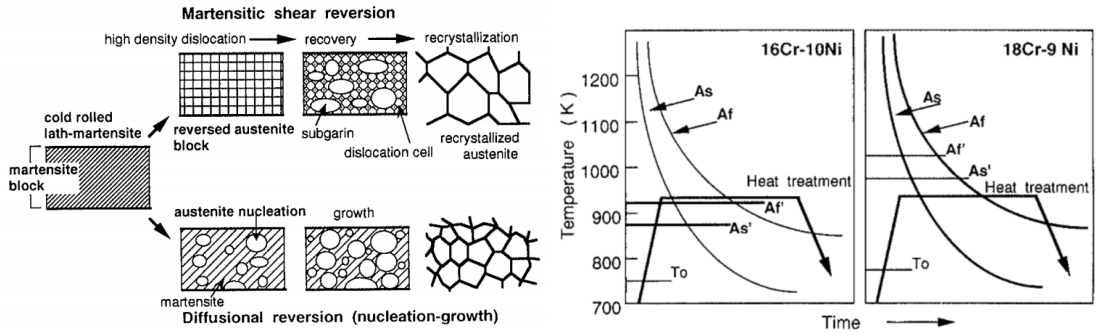
Cette catégorie de procédés repose sur la déformation plastique sévère d'échantillons de manière à atteindre le stade IV (également appelé stade de l'hyperdéformation) [28]. Ce stade est caractérisé par une accumulation de dislocations au sein des grains et à un réarrangement de ces dernières pour former des sous-domaines au sein des grains. Ce réarrangement conduit à un raffinement de la microstructure et à une augmentation de la limite d'élasticité.

Procédés d'élaboration et propriétés mécaniques

Dans le cas des aciers austénitiques, les déformations plastiques sévères entraînent une transformation de l'austénite en martensite (Strain Induced Martensite — SIM). Cette transformation est d'autant plus favorisée que la déformation plastique du matériau est intense. En pilotant la déformation, il est ainsi possible de modifier le pourcentage de martensite. L'ajout d'un traitement thermique dit de réversion permet de transformer de nouveau la martensite en austénite. Les nouveaux grains d'austénite sont dépendants de la morphologie de la martensite créée. Cette approche a initialement été utilisée pour des transformations intégrales de l'austénite en martensite ce qui a conduit à des échantillons unimodaux UFG [63–68].

Cet effet de réversion a été documenté par Tomimura *et al.* pour deux aciers (16Cr-10Ni et 18Cr-9Ni) laminés à froid puis traités à 923 K [69]. Les auteurs précisent que la réversion de la martensite peut se dérouler de deux manières différentes, elle peut provenir du cisaillement de la martensite ou de la diffusion comme résumé dans la figure 2.19a. Pour la première cinétique, la martensite se transforme en austénite au cours du chauffage mais possède une densité élevée de dislocations. Puis l'austénite donne lieu à des grains ultrafins suite à un processus de restauration. La seconde cinétique se caractérise en revanche par une transformation plus lente de la martensite vers l'austénite basée sur des processus de diffusion.

Ce processus peut techniquement être appliqué aux différents procédés de déformation plastique sévère. Parmi ceux-ci, on peut d'ores et déjà citer certains procédés historiques comme le laminage, l'étirage ou le tréfilage utilisés pour la mise en forme de matériaux pour l'industrie et qui permettent d'obtenir des pièces de grandes dimensions dans une direction donnée



(a) (b)

FIGURE 2.19. – (a) Schéma des deux processus de réversion de l'austénite et (b) position du traitement thermique par rapport aux températures A_s et A_f pour les alliages 16Cr-10Ni et 18Cr-9Ni. Figures tirées de Tomimura *et al.* [69].

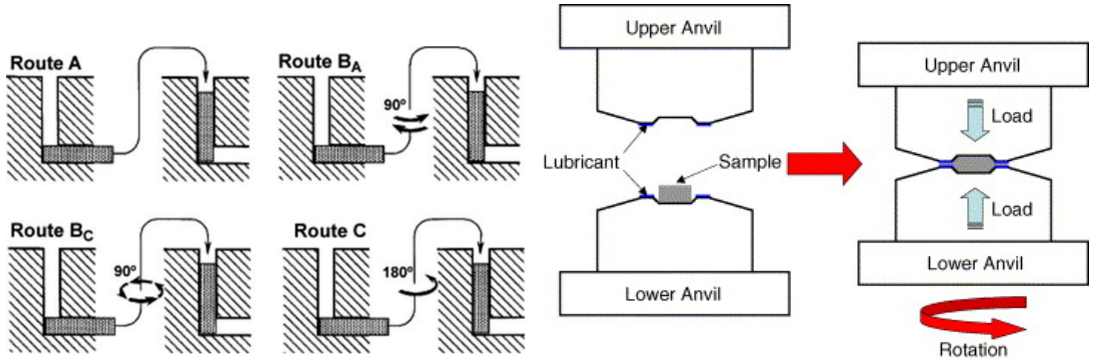
(contrairement aux procédés qui seront décrits par la suite). Ces procédés ont fait l'objet d'un grand nombre d'études et sont largement documentés dans la littérature, notamment sur la nanostructuration [54].

Pour pallier aux problématiques de modification des dimensions associées à l'utilisation de ces procédés, de nouveaux procédés ont été développés au cours des années 1970 pour augmenter la limite d'élasticité comme l'ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) ou l'ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [70]. Ce procédé permet de déformer une biellette par extrusion à travers une filière comme représenté en figure 2.20a. Ceci permet d'obtenir des niveaux de déformation plastique similaires sans entraîner de réduction de la section.

Une dizaine d'années plus tard, le HPT (High Pressure Torsion), un procédé développé par Percy Bridgman a été utilisé pour générer des déformations plastiques sévères [71]. Ce procédé repose sur la déformation plastique d'un échantillon par torsion sous application d'une contrainte de compression de plusieurs GPa comme représenté en figure 2.20b. Les inconvénients principaux de cette méthode proviennent de la limitation de la taille de l'échantillon et du gradient de déformation induite par la rotation [72]. Cette méthode a été largement étudiée dans la littérature sur une large variété d'alliages métalliques dont des aciers austénitiques (Cr : $\sim 15\%_m$, Ni : $\sim 25\%_m$) [73]. Certaines études traitent également de la combinaison de ces différentes méthodes sur du cuivre ou du nickel mais n'ont jusqu'ici pas été appliquées aux cas des aciers.

D'autres procédés peuvent également être utilisés pour réaliser des déformations plastiques sévères comme l'Accumulative Roll Bonding [74], le Constrained Groove Pressing [75], l'Accumulative Back Extrusion [76], l'Assymetric Roll Bonding [77], le Tubular Channel Angular Presing [78] ou des procédés qui affectent uniquement la surface comme le grenaillage [79].

Cette stratégie de déformation plastique sévère suivie d'un traitement thermique a été utilisée pour les différentes méthodes de déformation plastique sévères et sur une large gamme



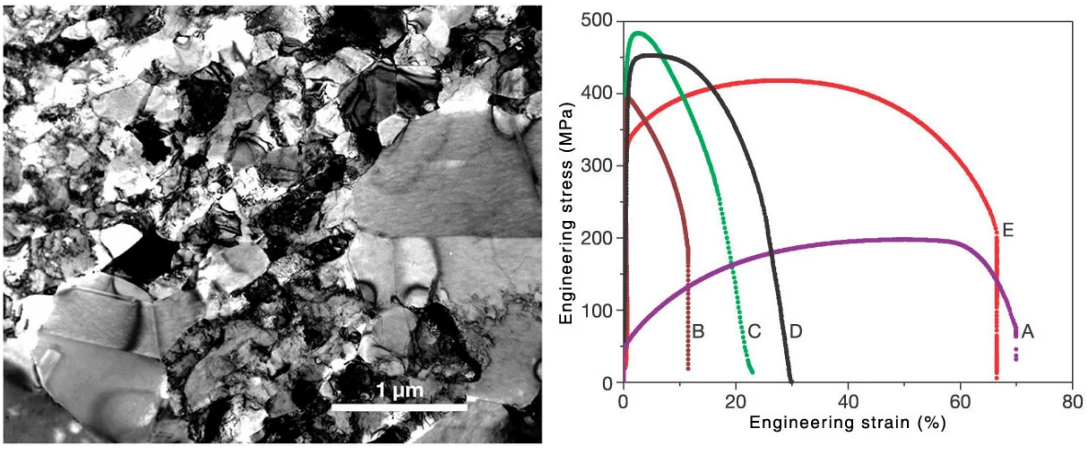
(a) (b)

FIGURE 2.20. – Procédés de déformation plastique sévère : (a) différentes stratégies utilisées en ECAP (figure tirée de Langdon *et al.* [80]) et (b) HPT (figure tirée de Sakai *et al.* [51]).

de matériaux métalliques. Le laminage à froid a été entre autres utilisé par Wu *et al.*, par Wang *et al.* et par Sabooni *et al.* respectivement sur du titane [81], du cuivre [82] et du 304L[83]. L'ajout d'un traitement thermique a ainsi permis la recristallisation partielle et l'obtention d'une microstructure bimodale. On peut également citer les travaux de Wang *et al.* portant sur du cuivre laminé à $77K$ (température de l'azote liquide) [82]. A cette température, la mobilité des défauts est très faible et agissent comme site préférentiel pour la nucléation d'une population de grains ultrafins. L'ajout d'un traitement thermique a permis d'obtenir la microstructure bimodale présentée en figure 2.21a, ce qui conduit d'un point de vue mécanique, représenté en figure 2.21b, un allongement à rupture proche de celui de l'échantillon recuit tout en conservant une limite d'élasticité élevée. Des résultats similaires ont été apportés par Wang *et al.* [84], Hoppel *et al.* [85], Korn *et al.* [86] sur des échantillons de cuivre soumis à des passes d'ECAP.

Des études similaires ont été réalisées grâce au HPT par Vorhauer *et al.* sur du cuivre [87] et par Zhang *et al.* sur du nickel haute pureté [88]. Ces deux études ont permis de mettre en évidence une distribution bimodale de tailles de grains en combinant HPT et traitement thermique. Sans utiliser de traitement thermique, Orlov *et al.* ont réussi à obtenir pour un échantillon en aluminium de haute pureté (99.99%) une microstructure bimodale en alternant le sens de rotation conduisant à un niveau de déformation de 8 [89].

Une seconde stratégie consiste à engendrer la réaction de transformation austénite en martensite tout en évitant qu'elle soit totale. La microstructure est ainsi composée de martensite et d'austénite écrouie. De manière similaire, un traitement thermique est appliqué à l'échantillon mais en contrôlant les temps/température de traitement ou en divisant ce traitement thermique il est possible d'obtenir des microstructures bimodales. Une première étape consiste à provoquer la réversion de la martensite en austénite pour obtenir une population de grains UFG. Il est également possible d'engendrer la recristallisation de l'austénite pour faire croitre des CG à partir de la phase austénitique écrouie ce qui permet des microstructures bimodales.



(a) (b)

FIGURE 2.21. – (a) Microstructure bimodale obtenue sur du cuivre laminé à 77K suivi d'un TTh à 200°C pendant 3 minutes. (b) Courbes de traction : A traité thermiquement, B laminé à température ambiante (95%), C laminé à $77K$ (93%), D (bimodal) laminé à $77K$ (93%) et traitement thermique à $180°C$ pendant 3 minutes et F (bimodal) laminé à $77K$ (93%) et traitement thermique à $200°C$ pendant 3 minutes. Figures tirées de Wang *et al.* [82].

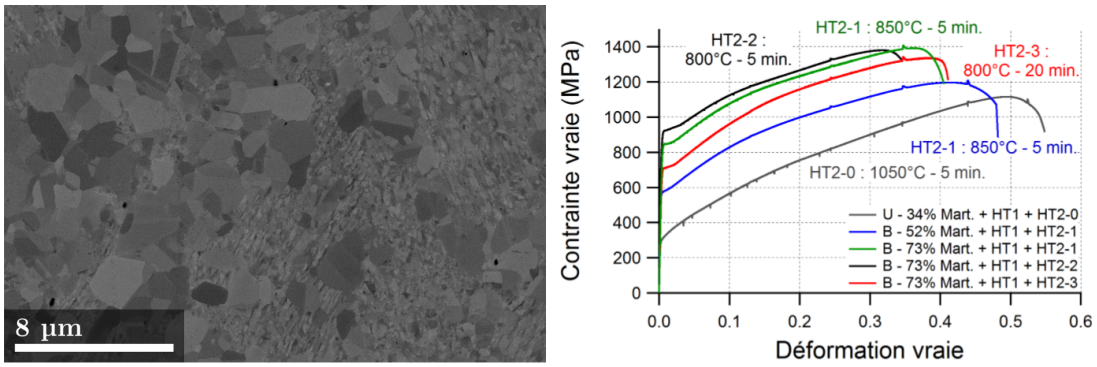
Dans Ravi Kumar *et al.*, deux traitements thermiques cycliques sont étudiés après un laminage à froid d'un acier 304L pour une réduction d'épaisseur de 90% [90, 91]. Chaque traitement thermique se divise en 4 paliers de 45 secondes interrompus par une refroidissement à température ambiante. L'utilisation de 2 paliers à 925°C pendant et 2 paliers à 825°C permet d'obtenir une microstructure bimodale ($d_{UFG} \sim 0,55\,\mu$m et $d_{CG} = 1,65\,\mu$m) mais les proportions n'ont pas été explicitement quantifiées. Comparativement au cas multimodal présenté ($\overline{d} = 0,6\,\mu$m), la limite d'élasticité du cas bimodal est plus faible (784 MPa contre 904 MPa), toutefois la contrainte ultime et l'allongement sont supérieurs (1066 MPa contre 969 MPa et 20,2% contre 10,1%).

Dans l'étude réalisée en 2015 par Sabooni *et al.* [83], des échantillons en 304L ont été laminés à froid entre 70% et 93% de réduction d'épaisseur puis traités thermiquement à 700°C pendant 300 minutes. L'influence des conditions de laminage a été étudiée sur la morphologie de la fraction de martensite. Jusqu'à 55% de réduction, la martensite se forme sous forme de lattes et sa fraction volumique augmente jusqu'à 98%. Les auteurs reportent que 60% de réduction n'est pas suffisant pour former une microstructure entièrement UFG. L'augmentation de la déformation permet d'obtenir des lattes plus fines et d'obtenir une martensite sous forme de cellules de dislocations [92]. Pour l'échantillon laminé à 80% une microstructure bimodale s'est formée avec des grains ultrafins de 300 nm et des CG de 1 μm. Cet échantillon présente un allongement à rupture de 47%, en comparaison, pour un échantillon de 304L avec une taille de grains de 330 nm un allongement à rupture de 20% avait été mesuré sans écrouissage.

Cette stratégie a été utilisée par Wu *et al.* [93] sur un alliage d'acier 316L-Nb laminé à froid.

Pour une réduction de l'épaisseur de 80%, la microstructure est composée de 67% de martensite. Par la suite, différents traitements ont été envisagés, tous d'une durée de 4 minutes mais pour trois températures : 800°C, 850°C et 950°C. Le traitement réalisé à 850°C conduit à une microstructure multimodale, composée de 25% de grains ultrafins ($\leq 0,5\mu m$), 36% de grains fins ($0,5 < d \leq 1\mu m$) et 39% de dimension supérieur au micron. La comparaison aux autres traitements thermiques permet de mettre en évidence une forte dépendance de la température aux cinétiques de transformation inverse ainsi que de recristallisation. Une température trop faible conduit à une faible recristallisation des grains d'austénite écrouis et une température trop élevée conduit à une diminution du contraste de tailles de grains entre les populations issus de la transformation inverse et de la recristallisation. L'échantillon obtenu par le traitement réalisé à 850°C pendant 4 minutes présente une limite d'élasticité de 760 MPa et un allongement à rupture de 50%.

Au cours de ses travaux de thèse B. Flipon a élaboré des échantillons de 304L bimodaux par laminage à froid suivis de deux traitements thermiques [21]. Le rôle du premier est de transformer la martensite formée lors du laminage en austénite. Le second traitement a pour objectif de permettre la recristallisation de l'austénite écrouie en grains grossiers. Un exemple de microstructure est présenté en figure 2.22a qui a été obtenue par un laminage entrainant une réduction de l'épaisseur de 52% suivi de deux traitements thermiques, 700°C pendant 3h et 850°C pendant 20 minutes. Différents traitements de recristallisation ont été réalisés et les comportements en traction monotone de ces matériaux sont représentés en figure 2.22b. En comparaison à l'échantillon à grains de taille conventionnelle (HT2-0), les échantillons bimodaux présentent une limite d'élasticité plus haute mais une ductilité plus faible. Pour la contrainte ultime, c'est le traitement de recristallisation à 850°C pendant 5 minutes qui permet d'obtenir le meilleur compromis entre résistance mécanique et ductilité.



(a) (b)

FIGURE 2.22. – (a) Exemple de microstructure bimodale de 304L obtenue par laminage à froid suivi de deux traitements thermiques (700°C pendant 3h et 850°C pendant 5 minutes). (b) Evolution des propriétés mécaniques d'échantillons bimodaux pour différentes réductions d'épaisseur et différents traitements thermiques. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21].

Des échantillons bimodaux en 304L ont également été élaborés par le biais de l'ECAP par Zheng *et al.* [94]. Les échantillons ont subi 5 passes à 500°C provoquant chacune environ 100% de déformation et ont été tourné de 90° entre chaque passe (route B_C). En utilisant différents traitements thermiques entre 400°C et 1050°C, une microstructure bimodale a été obtenue pour 750°C pendant 30 minutes. Cette microstructure a été obtenue par réversion de la martensite comme le confirment des diffractogrammes X. L'échantillon ainsi obtenu présente 62% de grains ultrafins de taille moyenne 350 nm et des « CG » de taille moyenne $1,4\,\mu$m.

2.3.2. Elaboration des matériaux bimodaux par métallurgie des poudres

Contrairement aux procédés « top-down », les procédés reposant sur une approche « bottom-up » permettent un bon contrôle de la distribution de tailles de grains et en particulier la possibilité de piloter simultanément plusieurs populations de tailles de grains significativement différentes. Le contrôle des populations peut être réalisé par l'utilisation de poudres mono- ou poly-cristallines. Il est ainsi possible de réaliser des alliages bimodaux à fort contraste de tailles de grains entre (U)FG et CG et de contrôler, en partie, la répartition spatiale de ces populations de grains.

La métallurgie des poudres permet d'élaborer des pièces d'un matériau donné qui seraient irréalisables grâce à des procédés classiques comme la fusion. La métallurgie des poudres peut aussi être préférée de manière à limiter le nombre d'opérations après fabrication de la pièce ou pour des questions technologiques (microstructure plus fine, plus homogène). Parmi les applications nécessitant la métallurgie des poudres on peut mentionner :

- les matériaux réfractaires,
- les matériaux composites,
- les matériaux poreux et les mousses,
- les matériaux à distribution multimodale de tailles de grains.

Etapes du procédé d'élaboration

Elaboration des poudres

L'approche « bottom-up » nécessite l'utilisation de matériaux divisés (*i.e.* des poudres) qui peuvent être broyées et qui seront finalement frittés pour obtenir un matériau dense. Les procédés de frittage sont directement influencés par la morphologie des poudres. Ces dernières peuvent être obtenues par différents procédés. Le plus courant est l'atomisation qui permet l'obtention d'une large gamme de tailles de particules comprises entre 10 μm et 500 μm de métaux purs ou alliés [95]. Le principe de l'atomisation repose sur la désorientation d'une coulée de métal grâce un liquide sous pression (eau, huile) ou par des jets de gaz. Ce procédé est applicable à la grande majorité des métaux mais dépendra grandement du point de fusion du métal [96]. En jouant sur les paramètres de la coulée telle la température, ou sur les conditions de trempes des gouttelettes il est possible de piloter la taille des particules obtenues [97]. L'optimisation de ce procédé a permis la réduction de la taille des particules jusqu'à obtenir des poudres monocristallines de taille micrométrique.

Les poudres métalliques obtenues par atomisation à l'eau présentent généralement des formes irrégulières et une pureté limitée dans la mesure où le métal est oxydé par l'eau. Une des solutions est de remplacer l'eau par de l'huile mais limite également la pureté par contamination au carbone.

Outre l'atomisation d'autres procédés moins couramment utilisés permettent également d'obtenir des poudres de dimensions inférieures au micromètre. Parmi ces procédés on peut citer : l'électrode tournante [98], l'électro-explosion de fils métalliques [99–101], la condensation de gaz métalliques [50, 102] ou par précipitation au sein d'une solution.

Les différents procédés permettent généralement de contrôler la taille des particules obtenues ainsi que le caractère mono/polycristallin qui dépend directement des paramètres de refroidissement et de germination. L'utilisation de poudres polycristallines permet, pour une taille de particules donnée d'avoir des domaines cristallins de taille inférieure. Autrement dit, pour une taille de domaine cristallin donnée, les particules plus massives, permettent de réduire la surface spécifique généralement liée aux phénomènes d'oxydation et d'absorption/adsorption à la surface des particules lors du frittage.

Processus de broyage

Le broyage peut être une étape nécessaire lorsque les domaines cristallins sont trop importants par rapport à la taille de grain souhaitée. Différents types de broyeurs peuvent être utilisés pour le broyage de poudres et le choix de la méthode implique un certain type d'interaction entre les billes de broyage et les particules. Parmi les méthodes les plus courantes, on peut citer :

- Les broyeurs à boulets (*cf.* figure 2.23a) sont constitués d'un tonneau horizontal (ou d'une jarre) partiellement rempli de billes. Lorsque ce dernier est mis en rotation, les billes remontrent contre la partie du cylindre et peuvent, selon la vitesse de rotation, retomber librement provoquant ainsi des chocs sur la matière à broyer. Pour des vitesses de rotations plus faibles, les billes peuvent revenir redescendre par frottement sur la paroi, le broyage s'effectue alors par attrition.
- Les broyeurs planétaires (*cf.* figure 2.23b) sont des broyeurs verticaux, les bols de broyage contiennent la poudre à broyer et des billes. Ces bols tournent autour de leur axe vertical et sont positionnés sur un plateau qui est également mis en rotation. Dans ce cas le broyage s'effectue par chocs lorsque les billes heurtent la paroi ou s'entrechoquent entre elles.
- Les broyeurs attriteurs (*cf.* figure 2.23c) sont différents de deux précédents de par leur conception. La cuve est fixe et remplie de billes de faibles dimensions qui sont mise en mouvement par le biais d'une pale en rotation (généralement des bras reliés à un axe vertical). Le broyage s'effectue majoritairement par abrasion et attrition car la masse des billes est faible et l'énergie cinétique résultante n'est pas suffisante pour conduire à des chocs suffisamment importants. Le problème principal de cette méthode est lié à l'échauffement dû aux frottements.

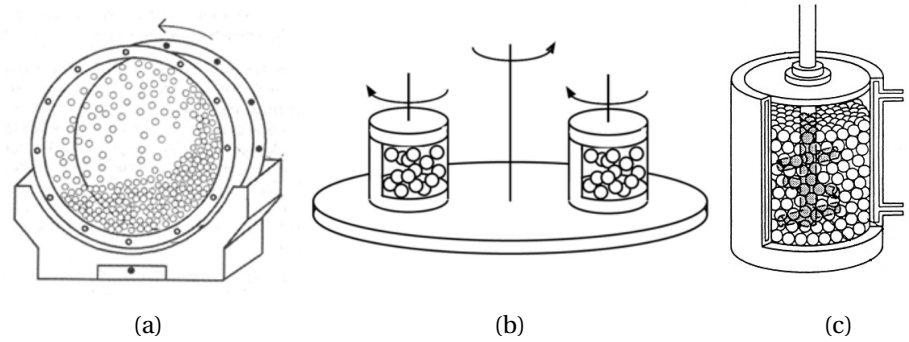


FIGURE 2.23. – Différentes types de broyeurs : (a) broyeur à boulet, (b) broyeur planétaire et (c) broyeur attriteur (figure tirée de Suryanarayana *et al.* [103]).

Pour les matériaux fragiles (comme les céramiques), les différents mécanismes conduisent à la fragmentation des particules et engendre directement une réduction de la taille de particules. Généralement ces matériaux se déforment peu et on observe peu d'agglomération de particules par soudage. Cependant pour les matériaux ductiles, ces trois mécanismes interviennent simultanément ce qui peut conduire à des morphologies et granulométries extrêmement dépendantes des conditions de broyages.

En fonction du choix de la poudre commerciale, l'élaboration de matériaux à grains ultrafins ou distribution bimodale de tailles de grains peut nécessiter une étape de broyage. L'attrition se prête mal au broyage des poudres métalliques car le mécanisme principal est l'abrasion (billes de broyage de petites tailles) mais les poudres métalliques peuvent se déformer plastiquement. Quant aux broyeurs à boulets, ils sont généralement utilisés pour traiter des masses de poudres plus importantes et utilisent des billes de broyage de plus grosses tailles. Dans le cas des matériaux fragiles, des billes de diamètre trop important limite la granulométrie des poudres obtenues, ceci nécessite parfois l'usage de billes de différentes dimensions lors du broyage. Les broyeurs planétaires utilisent des bols scellés qui permettent de contrôler l'atmosphère et la quantité de matière introduite.

Divers paramètres clés du broyage peuvent être modifier de manière à piloter les différents mécanismes de broyage intervenant lors du processus :

- paramètres propres au broyage :
  - le type de broyeur,
  - le temps de broyage,
  - la vitesse de broyage.
- paramètres propres au remplissage du bol
  - la masse de poudre,
  - la masse des billes de broyage et le BPR,
  - le diamètre des billes de broyage,
  - la nature chimique du PCA et ses propriétés physiques (T_f,c_p,η, ...),
  - l'atmosphère de broyage,
  - le remplissage des bols (fraction volumique).

Mécanismes de frittage

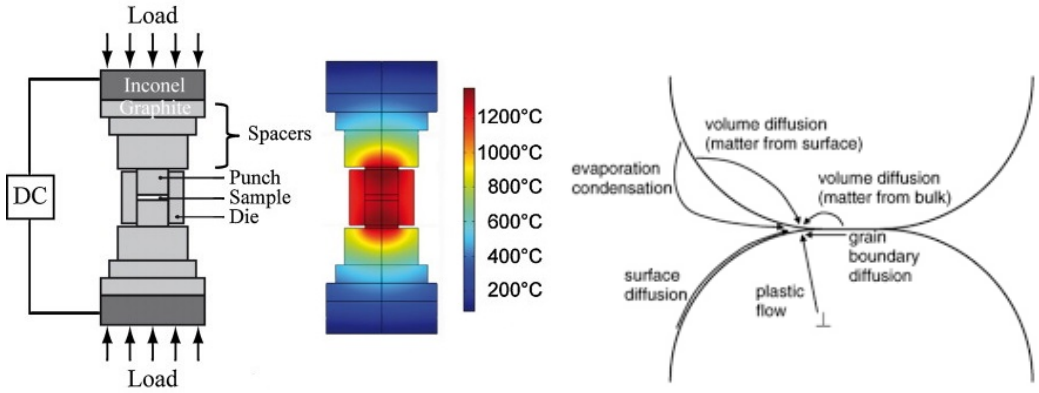
Après une éventuelle étape de broyage, l'étape finale consiste à fritter la poudre pour réaliser un échantillon massif. Cette étape peut être réalisée dans un four et est appelée frittage conventionnel, cette méthode est couramment utilisée pour le frittage des céramiques traditionnelles. Cette méthode nécessite généralement l'utilisation d'un liant qui devra être extrait de la pièce lors de l'étape de déliantage au début du cycle de frittage. Lorsque le frittage n'est pas assisté par une phase liquide, la densification complète est rarement atteinte sans coalescence des grains. On se concentrera par la suite sur le frittage SPS dont le schéma de principe est illustré en figure 2.24a.

Les premiers développements pour la technique SPS actuelle ont débuté en 1922 par l'utilisation d'un courant électrique pour atteindre la température de frittage pour le frittage de poudres d'oxydes [104]. En 1927, S.Hoyt adjoignit à ce processus une compression mécanique pour le frittage de poudres métalliques [105]. Suite à des nombreux développements, K.Inoue breveta en 1966 un appareil capable de fritter des poudres métalliques à l'aide d'un courant électrique et d'une pression (inférieure à 10MPa) [106]. Le SPS s'applique particulièrement aux matériaux réfractaires, aux matériaux transparents (faible dimension des pores souhaitée), la structuration des nanomatériaux et l'assemblage de matériaux [107].

La poudre est insérée dans une matrice conductrice, généralement en graphite. Cette dernière est parcourue par un courant électrique qui s'échauffe par effet Joule ce qui permet de fritter également des matériaux isolants comme les céramiques. Dans le cas des matériaux métalliques, le frittage est généralement réalisé sous vide secondaire mais il peut également être réalisé sous atmosphère protectrice (azote, argon) ou sous atmosphère réductrice (hydrogène) pour certaines machines SPS. Les mécanismes de frittages représentés en figure 2.24b varient en fonction du matériau, de la température de frittage et de la morphologie des particules de poudres.

Le frittage se décompose généralement en trois stades [108]. L'augmentation de la température au cours du frittage facilite la diffusion et les particules commencent à s'unir par la formation de ponts au cours du stade I. Ce stade se caractérise par un faible retrait et la masse volumique apparente[3] varie peu. Au cours du stade II, le retrait est plus important et traduit la présence des phénomènes de densification. Cette augmentation de la densité provient de la combinaison de plusieurs phénomènes. Les particules de poudres subissent un réarrangement lié à un défaut d'empilement (facilité dans le cas des poudres sphériques). Les particules occupant leur position finale, des ponts s'établissent entre chaque particule donnant lieu à un « squelette » solide. La vitesse de densification ralentit au cours du stade III ce qui s'exprime par un retrait moins marqué. La porosité ouverte est petit à petit éliminée donnant lieu à des porosités résiduelles sphériques en lien avec la croissance des grains. Dans le cas plus particulier du SPS, le matériau est fritté au sein d'une matrice en graphite ce qui engendre une pollution au carbone due à la diffusion des atomes de la matrice au sein de l'échantillon.

3. masse volumique apparente : rapport entre de la masse de poudre sur le volume apparent occupé par la poudre



(a) (b)

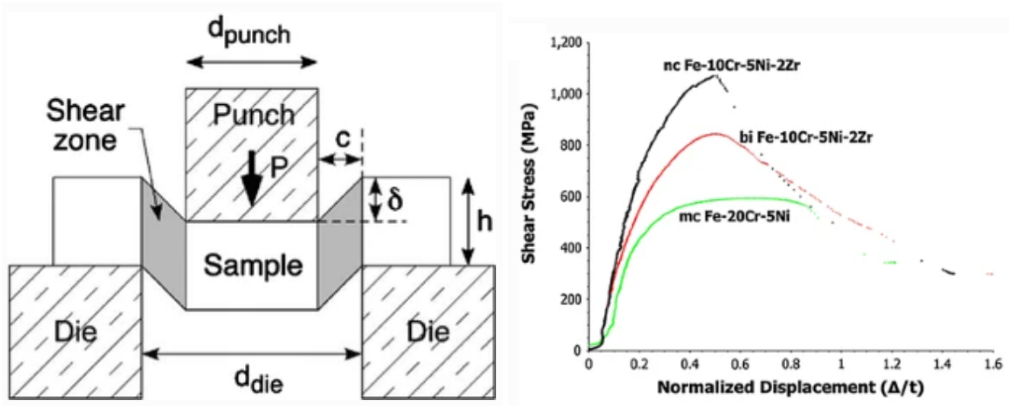
FIGURE 2.24. – (a) Schéma de principe d'un équipement de type Spark Plasma Sintering et répartition des températures lors du cycle de frittage et (b) mécanismes associés au transport de matière pendant le frittage.

Métallurgie des poudres et propriétés mécaniques

L'amélioration de la ductilité des matériaux bimodaux s'illustre par une élongation à rupture améliorée mais dans la littérature cette dernière est généralement associée à grande variabilité. Cependant il est nécessaire de souligner qu'il existe un lien entre propriétés mécaniques, microstructure et procédé d'élaboration ; et le propre de l'approche « bottom-up » consiste à passer par un matériau divisé pour arriver à un matériau dense ce qui impacte directement la fraction volumique d'oxyde, en particulier lorsqu'il s'agit de matériaux métalliques. Il est rarement fait mention d'une quelconque fraction volumique d'oxydes, ces derniers étant généralement moins denses que le métal permettant leur formation, ils conduiront alors à une diminution de la densité du matériau élaboré. Les oxydes sont des matériaux appartenant aux céramiques qui possèdent un module d'Young élevé et un comportement fragile ainsi ils conduiront à un élèvement du niveau de contrainte et possiblement une rupture prématurée de l'échantillon.

Microstructures bimodales hétérogènes

Pour obtenir des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains, une première stratégie consiste à utiliser deux poudres différentes : une pour représenter la matrice à grain ultrafins et la seconde pour les grains de taille conventionnelle. Généralement, les poudres commerciales présentent des granulométries plus élevées que celles souhaitées pour la matrice à grains ultrafins, une étape de broyage est alors nécessaire. Cette étape est généralement réalisée à travers un broyage court et relativement intense [109–111]. L'objectif est alors de diminuer la taille des domaines cristallins par déformation plastique des particules. Cette méthode a notamment été utilisée pour un grande varieté de métaux purs et d'alliages : du fer pur [112], du nickel pur [111], des aciers inoxydables comme le 430L [113] ou le 316L [109, 110].



(a) (b)

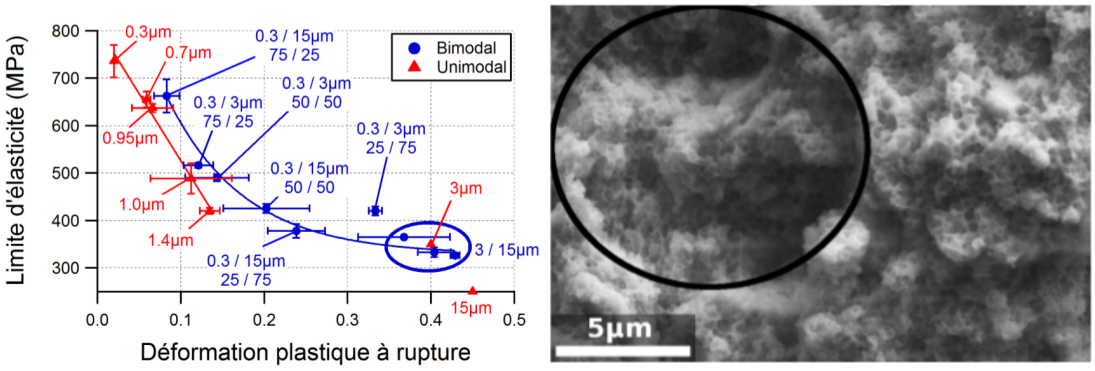
FIGURE 2.25. – (a) Essai de poinçonnage et (b) évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du déplacement normalisé. Figures tirées de Mahesh *et al.* [114].

Dans Mahesh *et al.*, des échantillons nanocristallins, à grains ultrafins et bimodaux ont été élaborés en Fe–10Cr–5Ni–2Zr par mécanosynthèse, compaction à chaud [114] et finalement frittés de manière conventionnelle. Pour les échantillons bimodaux, les deux poudres broyées ont été mélangées selon un ratio 50-50 mais aucune image de microstructure ou de distribution de tailles de grains n'est présentée. Les échantillons frittés ont été préparés sous forme de pastille de 300 μm et ont été soumis à un essai de poinçonnage comme présenté en figure 2.25a. En comparaison au cas nanocristallin, l'élongation uniforme et l'élongation à rupture sont améliorés. Les mécanismes de déformation semblent également être significativement modifiés entre les échantillons mais ne sont pas commentés.

Au cours de ses travaux de thèse B. Flipon a également élaboré des échantillons bimodaux par métallurgie des poudres [21]. Pour ces échantillons frittés par SPS, la population de grains UFG a été obtenue par broyage d'une poudre commerciale et la population CG par utilisation de cette même poudre commerciale mais sans broyage. Pour une même limite d'élasticité, l'utilisation d'une distribution bimodale de tailles de grains permet d'augmenter la déformation plastique à rupture comme résumé dans le diagramme en figure 2.26a. Pour des grains ultrafins de même dimension ($0,3\,\mu$m), 25% de CG ($15\,\mu$m) permet d'augmenter la contrainte à rupture de 750 à 950MPa. Comme pour les échantillons unimodaux, la rupture est ductile et les faciès présentent des cupules de dimensions similaires à la taille de grains UFG (rupture intergranulaire), comme présenté sur la figure 2.26b.

Microstructures bimodales harmoniques

Les paramètres de broyage peuvent être optimisés pour obtenir une distribution particulière des grains de tailles conventionnelle et donc modifier les propriétés mécaniques des échantillons ainsi obtenus. Cette méthode a été développée par l'équipe de K. Ameyama. Un broyage long et moins intense est utilisé pour la réalisation de la matrice à grains ultrafins des



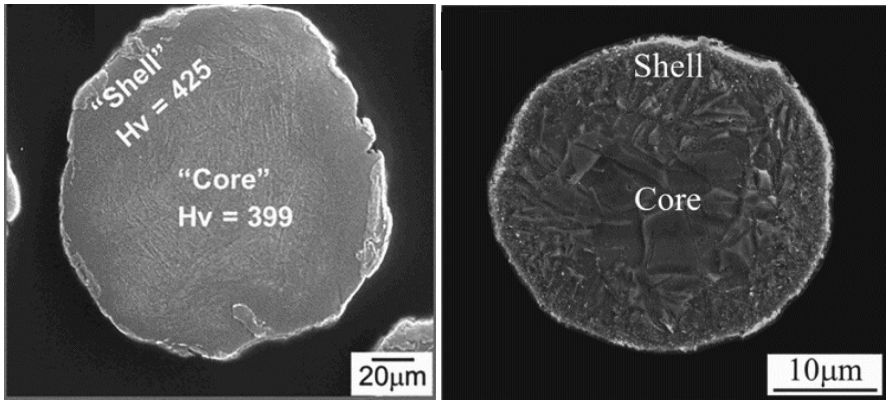
(a) (b)

FIGURE 2.26. – (a) Limites d'élasticité tracées en fonction de la déformation à rupture pour des échantillons uni- et bi-modaux d'échantillons en 316L élaborés par métallurgie des poudres et frittage SPS. (b) Fractographie d'un échantillon bimodal élaboré à partir de 75% de poudre broyée (0,3 μm) et de 25% de poudre commerciale (15 μm). La zone entourée en noir représente la zone probablement occupée par un agrégat de CG avant rupture. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21].

microstructures bimodales hétérogènes. Les particules de poudres présentent ainsi une microstructure à gradient qui permet l'obtention des microstructures harmoniques. Cette méthode a été utilisée sur de nombreux métaux purs et alliages : titane pur [115], nickel pur [15], cuivre pur [116], alliage de Co-Cr-Mo [117], 304L [118], SUS304L [119], Ti-6Al-4V [18, 120] et Ti-25Nb-25Zr [121].

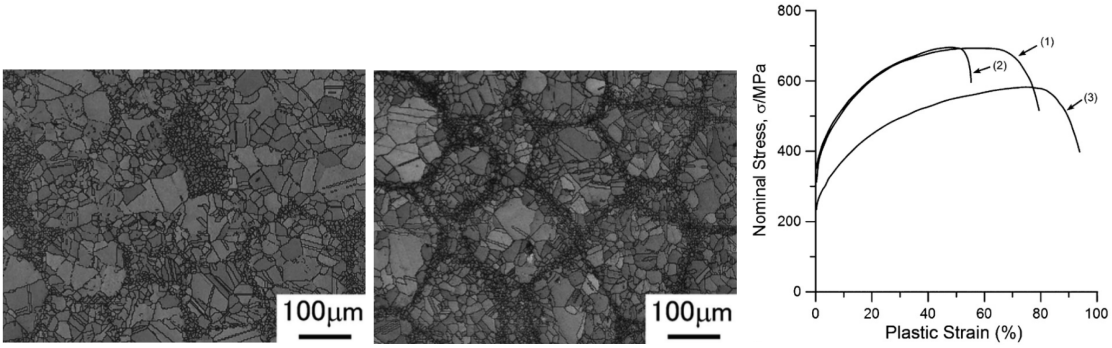
Dans Vajpai *et al.* des microstructures bimodales harmoniques en Ti-6Al-4V [120] sont élaborées. Les poudres sont broyées puis frittées par SPS. Le broyage planétaire classique conduit à des particules grossières et homogènes présentées en figure 2.27a, bien qu'une pollution au Nickel ait été détecté en surface. En comparaison, le procédé jet milling permet d'effectuer des déformations plastique sévères sur les particules de poudres pour obtenir des poudres bimodales harmoniques comme présenté en figure 2.27b. Les auteurs soulignent les avantages de la technique jet milling qui permet de s'affranchir des pollutions liées au PCA ou au moyen de broyage.

Zhang *et al.* comparent les propriétés d'un acier SUS304L pour deux microstructures bimodales différentes : hétérogènes et harmoniques [119]. Ces deux échantillons sont obtenus par broyage planétaire de respectivement 180 ks et 360 ks puis frittage SPS et sont respectivement présentés en figure 2.28a et 2.28b. Alors que le premier procédé conduit à des phénomènes de restauration et de recristallisation, le second conduit à des déformations plastiques sévères et un raffinement de la taille de grains. Pour ces deux microstructures, les tailles de grains sont similaires, pourtant l'élongation à rupture diffère significativement comme présenté en figure 2.28c. Lors de la sollicitation, la striction apparait pour la microstructure bimodale hétérogène alors que la déformation semble uniforme en zone utile pour celle harmonique.



(a) (b)

FIGURE 2.27. – Particules de poudre de Ti-6Al-4V après (a) broyage planétaire et (b) jet milling. Figures tirées de Vajpai *et al.* [120].



(a) (b) (c)

FIGURE 2.28. – Microstructures bimodales harmoniques (a) hétérogènes (Heterogeneous Structures – HG) et (b) harmoniques (Harmonic Structures – HS), toutes deux obtenues par métallurgie des poudres. (c) Courbes de traction associées : (1) microstructure bimodale hétérogène, (2) microstructure bimodale harmonique et (3) échantillon massif. Figures tirées des travaux de Z. Zhang *et al.* [119].

Orlov et Ameyama regroupent dans leur étude les résultats associés aux microstructures bimodales harmoniques actuels [122]. Les mécanismes de déformation associés à ces matériaux sont encore mal compris mais certaines études apportent des informations. Grâce à la corrélation d'image numérique haute résolution, Park *et al.* ont mis en évidence la partie des déformations entre les CG (« cores ») et la matrice à grains ultrafins (« shell ») [118]. Des niveaux de contrainte internes plus élevés ont été relevés et sont liés à la formation de GND aux interfaces UFG/CG, ce qui conduit à un taux d'écrouissage supérieure pour ces microstructures. Dirras *et al.* ont également mis en évidence dans le cas d'un alliage de titane Ti-25Nb-25Zr soumis à du cisaillement cyclique l'absence de mécanisme de maclage et un

durcissement lié à la contrainte interne (backstress) [121].

2.3.3. Avantages et inconvénients des approches « bottom-up » et « top-down » concernant les matériaux bimodaux

L'approche associée aux déformations plastiques sévères implique des dimensions réduites de l'échantillon (HPT) ou des épaisseurs fines (Laminage) et parfois une hétérogénéité ou gradient de propriétés au sein de l'échantillon. Ceci rend leur application dans l'industrie complexe pour un grand nombre de problématiques. La métallurgie des poudres permet d'obtenir des pièces de dimensions importantes (d'autant plus pour les procédés de frittage conventionnels) avec une microstructure homogène mais ces procédés sont généralement plus longs et plus coûteux. La métallurgie des poudres permet également un meilleur pilotage de la distribution de tailles de grains grâce aux dimensions des domaines cristallins et des particules sélectionnées pour l'élaboration. Certaines microstructures particulières peuvent également être obtenues par ces procédés comme les microstructures bimodales harmoniques. Toutefois les procédés de broyage sont basés sur une approche plus empirique et possède une moins bonne répétabilité. La métallurgie des poudres repose sur une étape de consolidation (*i.e.* de frittage) qui peut conduire à la formation d'oxydes ou à la présence de porosités résiduelles. Ces deux caractéristiques sont absentes des microstructures obtenues par approche « top-down ».

Comparativement aux matériaux à grains ultrafins, les matériaux bimodaux présentent une ductilité améliorée qu'ils soient élaborés par métallurgie des poudres ou déformations plastiques sévères. Expérimentalement, il est relativement difficile de mettre en évidence la modification des mécanismes de déformation engendrée par la présence de grains de tailles conventionnelles. La modélisation numérique permet un accès plus facile aux comportements locaux et est donc particulièrement adaptée pour répondre à cette question. La prochaine partie traitera alors des différentes méthodes de représentation des grains d'un point de vue numérique et des lois matériaux disponibles. Dans le contexte spécifique des matériaux bimodaux, la modélisation numérique doit intégrer d'une part la proportion de chaque population de tailles de grains ainsi que les comportements mécaniques de ces populations.

2.4. Modélisation numérique des agrégats polycristallins bimodaux

La modélisation numérique d'agrégats polycristallins permet d'étudier l'influence de différentes caractéristiques liées aux microstructures sur les propriétés mécaniques considérées. Elle constitue un outil adapté au développement de nouvelles microstructures car la génération de microstructures synthétiques est relativement aisée en comparaison à l'approche expérimentale.

2.4.1. Représentation des grains et maillage

Description expérimentale des grains

En 2 dimensions, ces microstructures sont généralement décrites par des cartographies EBSD en surface de l'échantillon [123–125]. Cette méthode permet de décrire l'orientation des grains ainsi que de la variabilité des orientations cristallographiques au sein d'un même grain. Ceci est particulièrement intéressant pour les matériaux texturés pour lesquels il est plus complexe de reproduire une distribution d'orientations. Toutefois ces microstructures demandent un certain nombre de traitements pour pouvoir générer un maillage et pour éviter un éventuel raffinement excessif. En 2 dimensions, cette méthode se contente de décrire une surface d'un échantillon sans connaissance de l'orientation des joints de grains et donc de la forme des grains dans l'épaisseur.

Certaines méthodes permettent également une description expérimentale de la microstructure en 3D. Ces méthodes sont plus complexes à mettre en œuvre et bien évidemment plus coûteuses, parmi celles-ci on peut citer : la tomographie en contraste de diffraction [126, 127] et la reconstruction d'un volume à l'aide de cartographies EBSD successives par polissage [128] ou par usinage FIB [129]. La première méthode n'est pas destructive ce qui permet la réalisation d'essais mécaniques et d'étudier l'évolution de la microstructure. Herbig *et al.* ont suivi la propagation d'une fissure courte de fatigue au sein d'une microstructure d'un alliage de titane (Tiβ21s) [127]. Toutefois la dimension des voxels et du contraste utilisé limite la dimension minimale des grains. Selon King *et al.*, cette méthode est adaptée à des grains de dimension supérieure à 10 μm.

Représentation synthétique des grains

En opposition à la description expérimentale des microstructures qui nécessite un matériau support, il est également envisageable de représenter les microstructures de manière synthétique. Les grains ont tout d'abord été représentés par des polygones convexes et réguliers en 2 dimensions (carrés [130] ou hexagones [131]) pour la simplicité du processus. Mais cette représentation régulière des grains est relativement limitée, ce qui a motivé une représentation plus complexe des microstructures avec des polygones convexes non-réguliers (tessellation de Voronoï [132]) puis non-convexes non-réguliers [133].

Des microstructures synthétiques peuvent également être générées en 3 dimensions. Pour le cas des microstructures régulières, plus d'options sont envisageables : des polyèdres convexes réguliers (dodécaèdres rhombiques [134]), des polygones convexes extrudés (hexagones réguliers [135, 136] ou cellules de Voronoï [137]), des polyèdres convexes non réguliers (tessellation de Voronoï [138–141] ou Laguerre-Voronoï [142, 143]) ou finalement des polyèdres non-convexes non-réguliers [143, 144].

Représentation mixte expérimentale – synthétique

La majorité des études portant sur la reconstruction d'une microstructure 3D à partir d'analyses expérimentales sont réalisées par EBSD. Toutefois cette méthode, contrairement à la to-

mographie en contraste de diffraction, apporte seulement des informations dans des plans. Ces plans, par définition, espacés dans l'épaisseur de l'échantillon rendent plus difficile la reconstruction du volume. Certains auteurs ont proposé d'extruder des cartographies EBSD [145]. Une seconde approche a été utilisée par C. Gérard dans ses travaux de thèse qui consiste à utiliser une cartographie EBSD pour représenter la surface libre et générer une microstructure synthétique pour le volume avec des caractéristiques similaires de celles de la cartographie [141]. La même stratégie a été utilisé dans St-Pierre *et al.* [146].

Représentation des microstructures bimodales

Les microstructures bimodales expérimentales ont été classées en différentes catégories : harmoniques ou hétérogènes. Dans la littérature, ces microstructures sont représentées différemment en modélisation numérique.

Au cours de ses travaux de thèse B. Flipon [21], les microstructures bimodales ont été représentées en 2D-extrudées et en 3D de manière synthétique grâce à des tessellations de Laguerre-Voronoï. Cette méthode revient à subdiviser l'espace considéré par des germes formant les futurs grains mais également par le biais de poids qui définissent une zone d'influence des germes [147].

Dans les travaux de Wang *et al.* [148] et Liu *et al.* [149] qui portent sur des microstructures bimodales harmoniques pour lesquels les CG sont regroupés sous forme de « cores » et les grains ultrafins sous forme de « shell ». Ce type de microstructure est présenté en figure 2.29a.

Dans Wang *et al.* [150], les simulations portent sur des microstructures bimodales d'alliage Ti-6Al-4V caractérisées par la présence de deux phases α et β. Ces phases, en plus d'avoir des propriétés mécaniques différentes sont également de systèmes cristallins différents (cubiques à faces centrées et hexagonaux) ce qui modifie leur comportement plastique. Les grains sont ainsi séparés en deux catégories, un représentant la phase α et l'autre illustrant un empilement de lamelles de phase α et β alternées comme illustré sur la figure 2.29b.

Hypothèses liées aux microstructures 2D

La modélisation en 2 dimensions d'agrégats polycristallins permet de représenter des microstructures avec un large nombre de grains pour un nombre de degrés de liberté relativement limité et donc de limiter les ressources de calculs utilisées. Cependant ces simulations font appel à des hypothèses parmi lesquelles on peut retrouver celles des déformations planes ou des déformations planes généralisées. Ces dernières ont été respectivement adoptées dans des travaux concernant la plasticité cristalline dans Bennett *et al.* [130] et dans les travaux de thèses de Y. Guilhem [153].

Les modèles de plasticité cristalline décrivent explicitement la microstructure employée et des variables sont calculées sur les différents plans de glissement des grains. Ces derniers sont liés à l'orientation cristalline du grain considéré (ou de l'élément considéré). Les déformations générées par les glissements appartiennent à un réseau tridimensionnel et sont

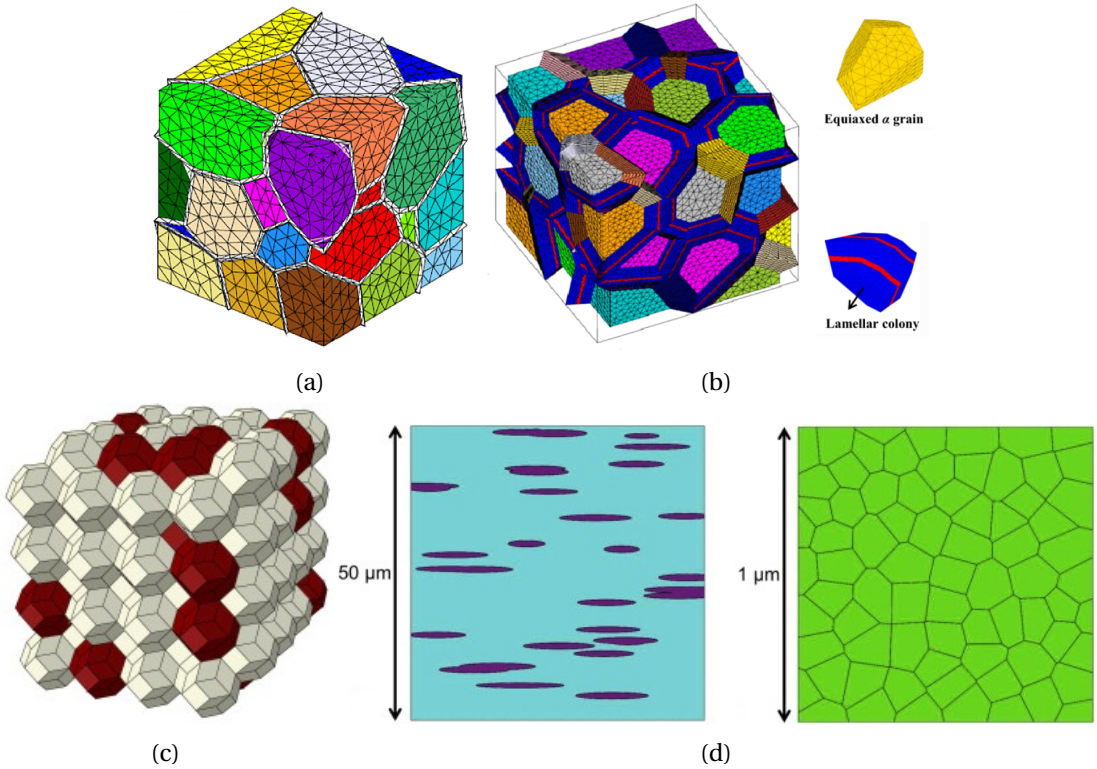


FIGURE 2.29. – Exemples de microstructures bimodales : (a) microstructure harmonique [148, 149], (b) microstructure bimodale possédant grains équiaxes et colonies lamellaires [150] et (c) microstructure régulière représentant en blanc, les zones à grains ultrafins et en rouge les zones recristallisées [151] et (d) représentation à deux échelles : VER et échelle granulaire [152].

donc également tridimensionnelles ce qui ne permet pas d'utiliser l'hypothèses des déformations planes au sens classique.

Dans Bennett *et al.* [130], le modèle de plasticité cristalline a été modifié pour intégrer de nouveaux systèmes de glissement. A chaque système de glissement initial est associé un nouveau système de glissement et ceux-ci sont symétriques par rapport au plan de l'agrégat. L'activation simultanée de ces deux systèmes de glissement crée deux glissements de composantes hors plan opposées, en se compensant la déformation se fait uniquement dans le plan. En revanche, dans les travaux de thèse de Y. Guilhem [153], les hypothèses de déformation planes généralisées et un seul système de glissement est considéré par grain. Dans ce modèle particulier, les directions de glissements et normales au plan de glissement sont comprises dans le plan de la microstructure modélisée ce qui ne conduit pas à des déformations hors plans.

Les précédentes parties ont apporté une revue de la littérature sur les différentes manières de représenter un agrégat polycristallin. Il est à présent important de s'interroger sur le nombre

suffisant de grains dans un élément de volume pour représenter le comportement macroscopique d'un agrégat polycristallin et dans un second temps du nombre d'éléments (ou de points d'intégration) pour décrire la variabilité de comportement local au sein d'un grain.

Orientations des grains

Les orientations des grains sont décrites par des triplets d'angles d'Euler. Une première stratégie naïve consiste à générer une série de valeurs aléatoires. Cependant, si le système cristallin considéré possède certaines symétries alors certains pôles de la figure de pôles seront alors sur-représentés. Dans le cas d'une symétrie cubique, la probabilité qu'une orientation aléatoire soit proche d'une direction $\langle 011 \rangle$ est plus importante que pour une direction $\langle 001 \rangle$ car les familles de directions $\langle 011 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ décrivent respectivement 12 et 6 directions différentes.

Dans les travaux de thèse de F. Adzima [154] et sur la base des travaux de Tarasiuk *et al.* [155], les orientations attribuées aux grains sont obtenues à partir de données expérimentales EBSD. En gardant une seule orientation par grain, il est possible de construire une distribution des orientations par superposition de distributions gaussiennes. Cette fonction est ensuite discrétisée pour déterminer les orientations des grains de la microstructure.

Dans les travaux de Quey *et al.* [156], une méthode est décrite pour générer des orientations dans l'espace tout en prenant en compte la symétrie. Les orientations sont obtenues en trouvant la configuration de N électrons sur une sphère qui minimise l'énergie. Cette stratégie a été par la suite implémentée dans le logiciel Neper [157].

Volume Elémentaire Représentatif

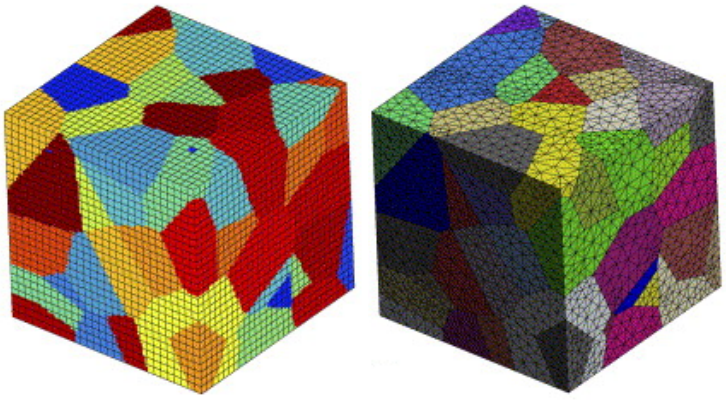
Un VER de matériau à microstructure aléatoire peut être défini comme le plus petit volume de matière (*i.e.* élémentaire) permettant d'obtenir des propriétés représentatives du matériau. Ce volume doit être d'une dimension supérieure à celle des hétérogénéités (*i.e.* les grains) et d'une dimension inférieure à la dimension de la structure considérée. Un volume représente un VER si le comportement reste le même pour plusieurs microstructures de volume identique et de volume supérieur (convergence atteinte). Cette dimension est généralement complexe à déterminer, elle peut être estimée de manière similaire à l'étude de convergence réalisée pour les maillages. Ainsi, plusieurs volumes sont simulés jusqu'à convergence du comportement macroscopique, plusieurs études ont estimé la dimension du VER de cette manière [158].

Dans le cas plus particulier des microstructures bimodales, il a été montré, pour des microstructures 2D-extrudées dans l'étude de Flipon *et al.* [20] l'importance de certaines caractéristiques des microstructures pour constituer un VER. Les microstructures doivent comporter au moins 9 CG et ces derniers doivent être séparés des limites du domaine par au moins 4 grains de la matrice à grains ultrafins pour obtenir des propriétés macroscopiques représentatives.

Dans les travaux de Wang *et al.* [148] qui portent sur des agrégats 3D bimodaux harmoniques de titane (*cf.* figure 2.29a, la « phase » à grains ultrafins n'est pas explicitement représentée et les CG sont regroupés sous forme de « cores ». Dans cette étude, l'effet du nombre de « cores » et du nombre de CG a été étudié et les auteurs observent peu de variations entre 30 et 100 « cores » ainsi qu'entre 20 et 50 CG par « core ».

Maillage

Une fois l'agrégat polycristallin représenté, il est nécessaire de générer un maillage pour appliquer des propriétés mécaniques aux éléments. Les maillages peuvent être divisés en deux catégories : les maillages réglés généralement associés à des éléments hexaédriques (ou quadrangles en 2D) et les maillages libres associés à des éléments tétraédriques (ou triangulaires en 2D). Lorsque les microstructures sont décrites par des tessellations de Voronoï, une alternative employée par Ghosh et Moorthy [159] consiste à représenter chaque cellule par un élément fini. Cette approche a pour avantage de limiter le nombre d'élément employé tout en représentant des formes et tailles variables de grains mais a seulement été appliquée à des microstructures 2D.



(a) (b)

FIGURE 2.30. – Exemples du même agrégat polycristallin 3D maillé avec (a) des hexaèdres ou (b) des tétraèdres. Figures tirées de Diard *et al.* [140].

L'utilisation de maillages réglés est particulièrement adaptée aux microstructures régulières comme les grains cubiques car le contrôle du nombre d'éléments par grain est direct et les nœuds des éléments correspondent aux frontières entre grains. Les tessellations de Voronoï peuvent également être maillées par des hexaèdres (ou des quadrangles en 2D) en revanche les joints de grains seront crénelés, ce qui ne permet pas une représentation fidèle de la microstructure. Pour les différentes catégories de maillages, il est important de déterminer le nombre de points d'intégration à utiliser pour décrire de manière fidèle le comportement des grains en contrainte et en déformation.

En 2001, dans Barbe *et al.* [138, 139], l'influence d'un maillage hexaédrique a été étudiée sur les champs d'un agrégat polycristallin 3D à 238 grains CFC (tessellation de Voronoï). L'effet de la fonction d'interpolation et de la finesse du maillage a été considéré. Les auteurs en ont conclu que le meilleur compromis était l'utilisation d'éléments quadratiques (27 points d'intégration) à intégration complète dans le cas des petites perturbations pour un nombre moyen de 661 points d'intégration par grains.

En 2005, des réponses supplémentaires sont apportées par Diard *et al.* [140] pour un polycristal 3D à 447 grains HC[4] (tessellation de Voronoï) maillé avec des éléments hexaédriques. Un maillage grossier avec un élément hexaédrique quadratique (27 points d'intégration) par grain peut suffire pour décrire le comportement moyen du polycristal. Mais 400 points d'intégration sont nécessaires pour décrire la majorité des hétérogénéités de comportement. Une seconde microstructure 3D à 100 grains a été maillée avec des éléments hexaédriques ou tétraédriques, linéaires ou quadratiques, les comportements moyens de chaque grain sont identiques mais les résultats minimums/maximums par grain sont plus sensibles au choix du maillage.

Dans les travaux de thèse de Y. Guilhem [153], trois densités de maillage tétraédriques sont utilisées pour mailler un agrégat polycristallin 3D (tessellation de Voronoï) à 291 grains. Sur la base d'études de distributions, la finesse du maillage semble significativement influer sur les queues des distributions du glissement cumulé $\sum \gamma_{cum}$ et de la déformation plastique équivalente ε^p_{mises}. Toutefois, la finesse du maillage semble avoir peu d'influence sur les contraintes observées ou le nombre de glissement actifs. L'usage de 224 éléments en moyenne par grain permet alors d'obtenir une réponse mécanique par grain satisfaisante mais un raffinement plus important est nécessaire pour décrire la localisation de la déformation plastique.

2.4.2. Conditions aux limites

Microstructures expérimentales

Avec un essai in-situ MEB et un depôt à la surface de l'échantillon. Il est possible d'utiliser des champs de déformation obtenus par corrélation d'images numériques (CIN) pour appliquer des déformations similaires numériquement [145, 146]. Cependant il est important de garder à l'esprit que dans le cas de données obtenues par EBSD/CIN, l'information obtenue est seulement 2D et n'est ainsi pas représentative du réel champ de déplacement en volume.

Microstructures synthétiques

Dans le cas de microstructures synthétiques, plusieurs stratégies peuvent être adoptées et dépendent de l'objectif de la modélisation. L'application de ces conditions aux limites est directement liée à la représentation de la microstructure. Lorsque la microstructure considérée est définie par une « boîte » de dimension finie en 2D, 2D-extrudée ou 3D. La réponse mécanique des grains partageant une face avec la limite du domaine sera modifiée par les effets

4. HC : Hexagonal Compact

de bords. Si la modélisation numérique considérée prend en compte des effets de tailles, les grains sur les bords du domaine ne sont pas représentés dans leur totalité, par conséquent leur volume est affecté.

Les solutions classiques consistent à appliquer soit une déformation soit une contrainte sur les faces extérieures. L'application d'une déformation impose aux nœuds des faces un déplacement identique et l'application d'une contrainte est fortement sensible à la surface considérée. Certaines faces peuvent également rester libres et cette influence a été quantifiée dans Barbe *et al.* [139]. Dans cette étude, l'influence de 4 conditions aux limites différentes ont été étudiés sur les comportements d'un agrégat polycristallin 3D de 200 grains : une surface libre, 4 surfaces libres, déformation homogène, conditions mixtes (déformation imposée normale à la surface mais composantes planaires libres). La déformation équivalente mesurée pour la déformation homogène est 20% inférieure à celle observée pour 4 surfaces libres. Pour les 4 conditions aux limites, la contrainte axiale moyenne varie de 6 à 10% pour l'agrégat considéré.

Cependant, si l'objectif est de représenter un VER, une alternative consiste à générer une microstructure pour laquelle les conditions aux limites sont périodiques. Autrement dit, ceci implique que les déplacements des nœuds sur une face donnée correspondent aux déplacements sur la face opposée. Ce type de conditions aux limites permet la meilleure représentation d'un volume extrait d'un milieu infini. Si l'objectif est d'étudier la présence d'un défaut ou d'une inclusion, alors cette inclusion sera également décrite de manière périodique.

Le choix des conditions aux limites est généralement complexe et la représentation d'un grain nombre de grains requière des ressources de calculs importantes. Une dernière stratégie consiste à représenter la microstructure voulue entourée d'une matrice ayant un comportement moyen similaire à celui attendu. Dans Magee *et al.* [152] qui traite du cas d'un polycristal bimodal, une solution similaire est utilisée et deux CG sont positionnés en limites hautes et basses de la microstructure et ne sont pas représentés en totalité, ce qui permet dans une certaine mesure de s'affranchir des conditions aux limites vis-à-vis de la matrice à grains ultrafins.

Dans les travaux de thèse de B. Flipon [21], la majorité des modélisations numériques ont porté sur des microstructures bimodales 2D-extrudées. Et en raison de la faible épaisseur de ces microstructures, les conditions limites utilisées sur les surfaces normales à la direction d'extrusion ont été modifiées pour prendre en compte de l'extraction de ce volume d'une microstructure plus grande. Pour chaque face les nœuds peuvent se déplacer mais ils doivent avoir le même déplacement (Multiple Points Constraint – MPC).

2.4.3. Modélisation du comportement mécanique d'agrégats polycristallins

Au sein de ce manuscrit, la modélisation du comportement mécanique traite comme seul mécanisme de déformation irréversible le glissement. Ainsi la modélisation du maclage ou de la transformation de phase n'est pas prise en compte au sein de cette étude.

Modèles de plasticité cristalline

Le comportement macroscopique provient du comportement individuel de chaque grain qui s'influencent les uns les autres, autant pour les contraintes que les déformations. Le comportement de chaque grain est ensuite décrit à partir des glissements sur les différents systèmes de glissement et qui dépendent du système cristallin considéré. Expérimentalement, ces glissements correspondent aux mouvements des dislocations sur les différents plans de glissement. Localement, le glissement observé sur un système de glissement s est fonction de la cission résolue τ^s et de la cission résolue critique τ_c^s. τ^s dépend directement du tenseur des contraintes macroscopiques σ et se calcule de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \tau^s &= m^s : \sigma \\ \text{avec } m^s &= \frac{1}{2}\left[\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s\right] \end{aligned} \tag{2.5}$$

Il reste encore à définir les relations liant le taux de glissement $\dot{\gamma}^s$ observé sur le système de glissement s à la cission résolue appliquée τ^s appliqué à ce système. Ce taux de glissement peut être défini par un comportement plastique ou viscoplastique. Cette première formulation requière de déterminer les systèmes de glissement qui valident les conditions décrites en équation 2.6 [160]. Plusieurs systèmes peuvent s'activer simultanément, il est alors nécessaire, numériquement, de déterminer les systèmes réellement actifs. Plusieurs stratégies permettent de lever l'indétermination. Franciosi *et al.* définissent les systèmes réellement actifs comme ceux qui minimisent l'énergie de déformation [161]. Pour chaque incrément, la réalisation d'une analyse combinatoire des systèmes ne permet parfois pas de résoudre l'indétermination [162] alors certains auteurs proposent l'ajout d'une fonction de régularisation basée sur la viscoplasticité mais indépendante du temps physique [163, 164].

$$\begin{aligned} \tau^s < \tau_c^s \text{ ou } \dot{\tau}^s < \dot{\tau}_c^s &\rightarrow \dot{\gamma}^s = 0 \\ \tau^s = \tau_c^s \text{ et } \dot{\tau}^s = \dot{\tau}_c^s &\rightarrow \dot{\gamma}^s \neq 0 \end{aligned} \tag{2.6}$$

En viscoplasticité, le taux de glissement dépend directement de la cission résolue τ^s, de la cission résolue critique τ_c^s à travers une loi puissance de type Norton [165]. La loi de Schmid prédit un comportement élasto-plastique parfait, mais expérimentalement, le glissement plastique γ^s observé sur un système de glissement s dépend clairement de la vitesse de sollicitation. Deux types de formulation permettent de prendre en compte cette sensibilité à la vitesse de sollicitation grâce à une loi puissance :

- Formulation « multiplicative » notamment utilisée par Asaro *et al.* [166], Tabourot *et al.* [167], Berbenni *et al.* [19] :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left|\frac{\tau^s}{\tau_c^s}\right|^n sign\left(\tau^s\right) \tag{2.7}$$

- Formulation « additive avec seuil » employée par par Méric *et al.* [168, 169] :

$$\dot{\gamma}^s = \left(\frac{|\tau^s| - \tau_c^s}{K}\right)^n sign\left(\tau^s\right) \tag{2.8}$$

Le tout premier modèle de plasticité cristalline a été établi par Asaro [166, 170] et est constitué en seulement deux équations simples. La première est la formulation multiplicative du taux de glissement (*cf.* équation 2.7). La seconde équation permet de traduire un écrouissage isotrope à partir du glissement cumulé observé :

$$\tau_c^s = \sum_{u=1}^{12} h^{su} \gamma^u \tag{2.9}$$

Contrairement au modèle de Taylor qui présuppose que tous les systèmes de glissements s'influencent de la même manière (auto-écrouissage et écrouissage latent). Ce modèle fait appel à une matrice d'interactions h^{su} qui est issu des travaux de Peirce *et al.* [171] et qui s'exprime de la manière suivante :

$$h^{su} = qh + (1-q)h\delta^{su} \tag{2.10}$$

Si les systèmes considérés s et u sont coplanaires alors q est proche de 1, toutefois pour des systèmes non-coplanaires, des valeurs comprises entre 1 et $1,4$ permettent de reproduire les comportements observés expérimentalement [172].

Dans les années 1980, P. Franciosi propose au cours de ses travaux de thèse un formalisme dans lequel les interactions entre les 12 systèmes de glissement d'un structure CFC interviennent [161]. Cette matrice h^{su} décrite dans le tableau 2.3 permet de traduire les différentes interactions entre les dislocations réparties sur les 12 systèmes de glissement; on retrouve ainsi 6 coefficients indépendants définis de la manière suivante :

- h_1 - h_{SH} : auto-écrouissage (Self-Hardening – SH),
- h_2 - h_{CP} : interations coplanaires (CoPlanar interactions – CP),
- h_3 - h_{HL} : verrous de Hirth (Hirth Locks – HL),
- h_4 - h_{CS} : interations colinéaires (Cross-Slip interactions – CS),
- h_5 - h_{GJ} : jonctions glissiles (Glissile Junctions – GJ),
- h_6 - h_{LC} : verrous de Lomer-Cottrel (Lomer-Cottrel locks – LC).

A cette même époque, dans le cadre des matériaux à structure CFC, une classification des interactions a été donnée par Basinski et Basinski [173] et Franciosi *et al.* [174]. Ces classifications diffèrent légèrement à cause des bases de données différentes sur lesquelles ces classifications ont été effectuées. En 1991, Bassani et Wu [175] établissent un nouveau classement de l'importance des interactions à partir de cet ensemble de résultats expérimentaux : Lomer-Cottrel > Glissile > Coplanaire > Hirth > Colinéaire > Auto-écrouissage.

En 1991, Méric et Cailletaud ont proposé pour leur modèle une série de coefficients identifiés à partir d'essais cycliques sur du cuivre monocristallin. En 1997, Tabourot a également identifié des coefficients pour son modèle basé sur les densités de dislocations à partir d'un monocristal de cuivre pur. Grâce aux développements numériques, Madec et Devincre ont également identifié ces coefficients grâce à la dynamique des dislocations. Madec *et al.* a notamment montré l'importance du glissement dévié sur l'organisation des dislocations [176].

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	h1	h2	h2	h4	h5	h5	h5	h6	h3	h5	h3	h6
A3		h1	h2	h5	h3	h6	h4	h5	h5	h5	h6	h3
A6			h1	h5	h6	h3	h5	h3	h6	h4	h5	h5
B2				h1	h2	h2	h6	h5	h3	h6	h3	h5
B4					h1	h2	h3	h5	h6	h5	h5	h4
B5						h1	h5	h4	h5	h3	h6	h5
C1							h1	h2	h2	h6	h5	h3
C3								h1	h2	h3	h5	h6
C5									h1	h5	h4	h5
D1										h1	h2	h2
D4											h1	h2
D6												h1

TABLEAU 2.2. – Matrice d'interaction h^{su} pour une structure CFC issue de [161].

Cette étude a également démontré que l'interaction colinéaire était significativement plus forte que dans les classements effectués jusqu'ici. Au cours de ses travaux de thèse, C. Gérard propose une nouvelle identification des coefficients d'interaction pour les modèles de Méric-Cailletaud et de Teodosiu-Raphanel-Tabourot [141]. Les différentes valeurs de ces coefficients sont regroupées dans le tableau 2.3.

Les modèles locaux peuvent être séparés en deux catégories : les modèles dit « quasi-physiques » et les modèles reposant sur une approche « phénoménologique ». Les variables d'écrouissage de la première catégorie sont de type glissement et intègrent explicitement les densités de dislocations pour la seconde. Finalement, les modèles de plasticité cristalline, qu'ils soient phénoménologiques ou basés sur les densités de dislocations permettent de traduire, de manière globale les densités locales de dislocations [180]. Les modèles quasi-physiques comme le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot [167] proviennent d'un enrichissement du modèle de Kocks-Mecking [181] et les modèles phénoménologiques comme le modèle de Méric-Cailletaud [168, 169] d'une transcription du modèle de Chaboche [182] à l'échelle des systèmes de glissement sans intégrer de notion de densité de dislocations.

En comparaison aux modèles à champs moyens, les modèles à champs complets permettent une meilleure représentation de la variabilité des comportements au sein des grains à travers une description plus fine de la microstructure. Cependant, ces modèles, encore relativement récents par rapport aux modèles à champs moyens sont généralement moins aboutis.

Prise en compte des effets de tailles de grains

A l'échelle du monocristal, de nombreuses lois ont été développées au cours des dernières décennies à travers des modèles phénoménologiques ou quasi-physiques. Différentes approches permettent de représenter des effets de tailles au sein de ces modèles. Ceci peut être fait de manière explicite au moyen de l'introduction d'un ou plusieurs termes au sein des lois

Etude	Matériau	Modèle de Méric-Cailletaud					
		h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
[168, 169]	Cu	1	4,4	4,75	4,75	4,75	5
[141]	Cu	1	1	0,2	90	3	2,5
		Dynamique des dislocations					
		a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6
[176]	DDD	/	/	$0,051 \pm 0,0121$	$1,265 \pm 0,125$	$0,075 \pm 0,014$	$0,084 \pm 0.012$
[177]	Cu (DDD)	/	/	$0,0454 \pm 0,003$	$0,625 \pm 0,044$	$0,137 \pm 0,014$	$0,122 \pm 0,012$
		Modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot					
		a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6
[167]	Cu	0,2	0,3	0,3	0,3	0,4	1
[178]	Cu	0,003	0.4	0,4	0,4	0,75	1
[141]	Cu	0,025	0.01	0,04	14.3	0,6	0,5
[179]	316L	0,124	0,124	0.07	0.625	0,137	0.122

TABLEAU 2.3. – Coefficients d'interactions entre systèmes de glissements des matériaux CFC issus de la littérature.

de comportement de manière à intégrer une longueur interne pour rendre compte d'un effet de taille.

Dans de nombreuses études [19, 183–186], l'effet de taille de grain est pris en compte à travers l'ajout d'un terme de type Hall-Petch pour décrire la cission résolue critique. Cette approche simple permet de tenir compte de l'effet de taille de grain tout en limitant le nombre de paramètres supplémentaires.

Au cours de ses travaux de thèse S. Lefebvre [187] propose l'introduction d'une longueur interne correspondant à la distance au joint de grain au sein du modèle de Tabourot. Cette distance a été calculée de deux manière différentes, correspondant soit à la distance au joint de grains le plus proche soit dans une direction de glissement donnée. Ceci représente ainsi le libre parcours moyen des dislocations.

Les travaux de Phan *et al.* [186] proposent un formalisme plus complet qui prend en compte l'effet de taille de grain à travers un terme de type Hall-Petch ainsi que la présence d'oxydes au sein d'un terme supplémentaire dans le calcul de la cission critique résolue. De manière similaire M. Panella a utilisé au cours de ses travaux de thèse une loi de Méric-Cailletaud modifiée [188] prenant en compte l'effet de taille de grains et la présence des précipités γ' dans un superalliage base nickel.

Plasticité à gradient de déformation ou de variables internes

Une méthode alternative permet de modéliser les effets de tailles de grains de manière intrinsèque : c'est la plasticité à gradient de déformation. Ces approches reposent sur des modèles non-locaux de la mécanique des milieux généralisés. Parmi ces approches figurent également les modèles développés par l'équipe de S. Forest qui reposent sur les milieux continus généralisés de Cosserat. Pour chaque déplacement d'un nœud, des valeurs de micro-rotations sont

également calculées ajoutant ainsi des degrés de liberté supplémentaire. Ces micro-rotations permettent de traduire la courbure du réseau cristallin et d'établir un lien avec la présence de GND [189]. L'augmentation du nombre de degrés de liberté augmente significativement les ressources de calcul. L'intérêt particulier de ces modèles réside dans le fait que le MET et l'EBSD permettent d'obtenir des cartographies de rotation du réseau cristallin qui consistent en une mesure directe du champ de tenseur densité de dislocations [190].

Tous les effets d'échelles ne sont pas dus à la courbure du réseau cristallin. Expérimentalement, l'écrouissage des polycristaux conduit à la formation de structure denses de dislocations comme les murs qui n'impliquent pas de courbure du réseau (association de dipôles). Une solution est donc d'introduire au sein de la modélisation le gradient de la densité de dislocation comme suggéré par Aifantis [190] :

$$\tau = \tau_c - C\Delta\rho \tag{2.11}$$

On peut également citer les modèles à gradient de second ordre qui permettent de représenter l'influence des GND qui est lié au gradient spatial de la déformation comme dans le modèle de Fleck et Hutchinson qui se base sur la relation de Taylor [191]. Ils ajoutent un terme d'ordre supérieure permettant de relier la cission résolue à un terme d'ordre supérieur et une longueur interne dépendant du matériau [192] :

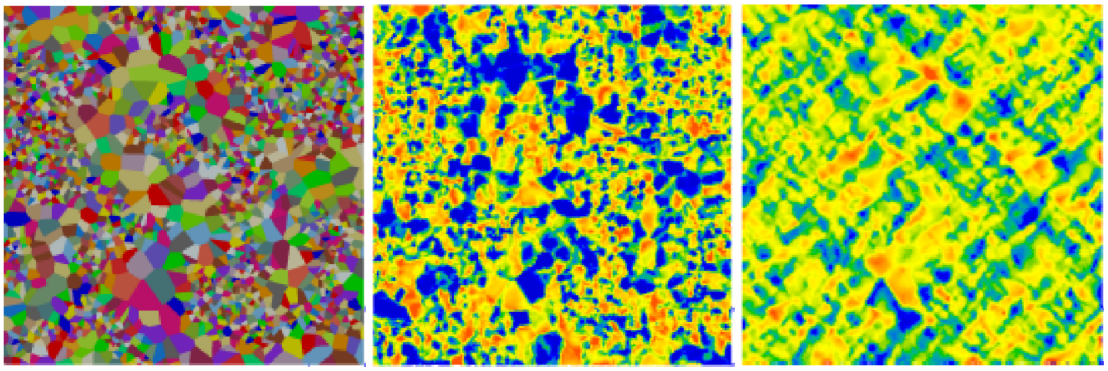
$$\tau_c = \tau_c^0 \sqrt{1 + L\left|\nabla_\gamma\right|} \tag{2.12}$$

Contrairement aux modèles présentés précédemment, les modèles basés sur la plasticité à gradient de déformation reposent sur des approches non-locales et sont associés à des ressources de calculs beaucoup plus importantes ce qui limite leur utilisation.

Résultats numériques des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains en champs complets

Berbenni *et al.* ont étudié l'influence de plusieurs distributions de tailles de grains unimodales et bimodales de type log-normales sur la limite d'élasticité [19]. Pour cela l'effet de taille de grains est pris en compte à travers l'introduction d'un terme de type Hall-Petch. Les auteurs ont utilisé un schéma auto-cohérent avec une transition d'échelle basée sur les champs translatés pour prendre en compte à la fois la distribution de tailles de grains mais également les hétérogénéités locales sur la réponse mécanique. Bien que cette étude ne tienne pas compte de l'écrouissage, les résultats démontrent une forte influence de la dispersion de tailles de grains et du contraste de tailles de grains entre populations UFG et CG.

L'approche en champs complets permet de représenter explicitement les microstructures d'un point de vue de la géométrie des grains et de leur position mais également d'un point de vue de leur propriété mécanique comme leur cission résolue critique et leur orientation cristalline. Ceci permet de décrire plus finement les comportements locaux et de s'approcher du comportement réel du matériau.



(a) (b) (c)

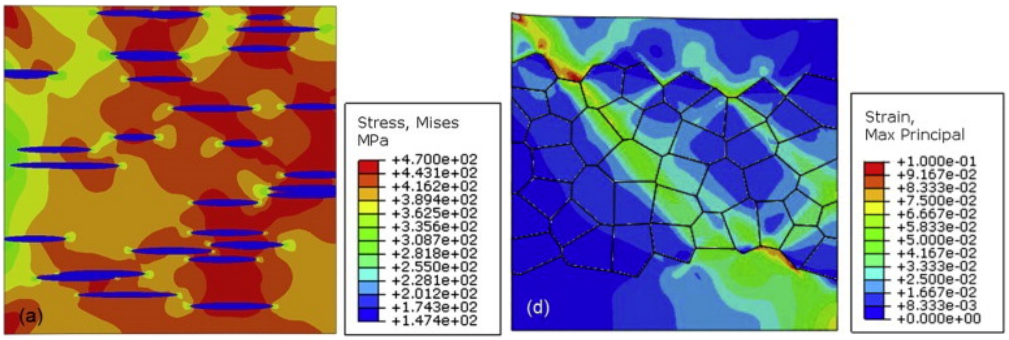
FIGURE 2.31. – (a) Microstructure bimodale, (b) champ de contrainte équivalente au sens de Von Mises et (c) champ de déformation axiale associés à une modélisation en champs complets en 2D grâce au modèle de Méric-Cailletaud. Figures tirées de Barbe *et al.* [193].

En 2014, de premiers travaux sur les bimodaux ont été initiés au GPM de Rouen [193]. Ces simulations en champs complets ont été réalisées en 2D ce qui a permis de mettre en évidence une hétérogénéité des champs de contrainte équivalente en accord avec la présence de CG. Le champ de déformation axiale, représenté en figure 2.31, illustre également l'influence des CG sur la localisation de la déformation. Pour ces premiers calculs, la taille de grain n'avait pas encore été prise en compte dans les lois de comportement.

Magee *et al.* ont étudié les interactions inter- et intragranulaires au sein d'échantillons bimodaux d'alliage Al 5083. Pour cela, les simulations numériques ont été réalisées à deux échelles différentes : à l'échelle des grains (plasticité cristalline et modèle cohésif pour les joints de grains) et à l'échelle d'un VER (modèle macro-homogène). Les résultats numériques associés au modèle macro-homogène ont permis de mettre en évidence la présence de zone de basse contrainte aux extrémités des CG le long de la direction de traction comme présenté en figure 2.32a. A une échelle plus fine, les fissures s'initient à proximité de l'interface matrice/CG puis se propage au sein de la matrice 2.32b. Les grains favorablement orientés présentent des déformations plus élevées indiquant une possible compétition entre les mécanismes de rupture inter- et intragranulaires.

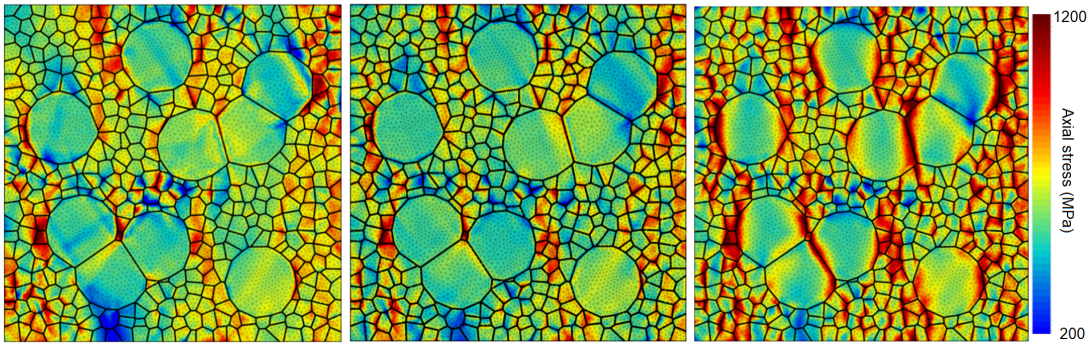
Les travaux de Barbe *et al.* ont été poursuivis en 2016 par B. Flipon au cours de ses travaux de thèse où une longueur interne a été introduite au sein de deux lois de comportement : le modèle de Méric-Cailletaud et le modèle de Tabourot [21]. Les différentes simulations effectuées sur des microstructures 2D-extrudées ont permis de mettre en évidence une certaine réduction des contraintes à la verticale des CG (le long de la direction de traction). Ces travaux ont également permis de souligner l'importance de la distribution spatiale des CG vis-à-vis des phénomènes de localisation de la déformation et dans une certaine mesure de la réduction des contraintes.

Dans Liu *et al.* [149], l'importance de la fraction volumique de « shell » a été étudié au sein



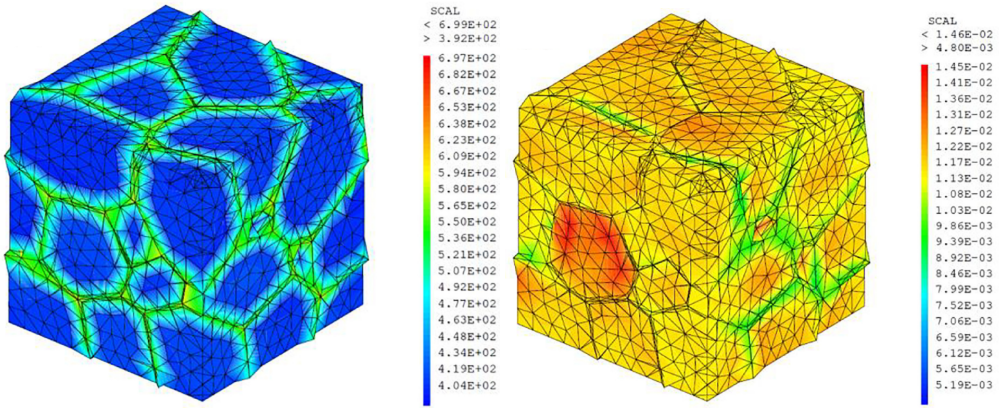
(a) (b)

FIGURE 2.32. – Champs de (a) contrainte équivalente et de (b) première déformation principale. La direction de traction est horizontale. Figures tirées de Magee *et al.* [152].



(a) (b) (c)

FIGURE 2.33. – champs de contrainte d'un polycristal bimodal à 9 CG partiellement agrégés au sein d'une matrice à grain ultrafins issus d'une modélisation en 2D extrudées (a) modèle de Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain, (b) modèle de Tabourot avec prise en compte de la taille de grain et (c) modèle de Tabourot avec prise en compte de la distance au joint de grain. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21].



(a) (b)

FIGURE 2.34. – Microstructure bimodale harmonique soumise à un cisaillement pur : champs de (a) contraintes de cisaillement et (b) déformations de cisaillement. Figures tirées de Wang *et al.* [148].

d'une microstructure de titane pure (HC) harmonique (*cf.* figure 2.29d. L'effet de taille de grain est pris en compte à travers un terme de type Hall-Petch, une méthode d'homogénéisation est ensuite appliquée pour éviter la description détaillée des zones « shell » et finalement une loi d'endommagement de type Lemaitre-Chaboche est utilisée. Les résultats obtenus ont été comparés aux résultats expérimentaux de Vajpai *et al.* [120] sur une gamme de déformation importante. Sur le même type de microstructure, suite à l'étude expérimentale menée par Dirras *et al.* [121], Wang *et al.* [148] ont étudié l'influence du cisaillement pur monotone et cyclique mais aucun phénomène d'endommagement n'a été pris en compte. Dans la configuration bimodale harmonique, c'est la matrice à grains ultrafins (« shell «) qui est la plus contrainte et les CG (« cores ») qui se déforment le plus.

2.5. Synthèse

2.5.1. Partie expérimentale

Les matériaux à distribution bimodale de tailles de grains peuvent être obtenus soit par métallurgie des poudres soit par traitements thermomécaniques (déformations plastiques sévères). Chaque méthode possède ses avantages et inconvénients, la première permet un très bon contrôle des fractions volumiques des populations de tailles de grains et de leur taille de grain moyenne associée. En revanche, la métallurgie des poudres requière de passer par un état divisé de la matière, associé à une plus grande réactivité. Une fois densifiés les échantillons présentent généralement des oxydes bien que peu d'études en fasse mention. Dans le cas spécifique des microstructures bimodales harmoniques, la métallurgie des poudres est nécessaire car il s'agit du seul procédé permettant à ce jour leur élaboration. Les matériaux bimodaux obtenus par déformations plastiques sévères sont exempts d'oxydes mais les di-

mensions des échantillons sont souvent limitées par le procédé utilisé.

Le sujet des microstructures bimodales a gagné en intérêt depuis les premières études réalisées sur le sujet [82]. Beaucoup d'études traitent de la présence d'une distribution bimodale de tailles de grains et la majorité des études comparent ainsi les différences de comportement mécanique entre matériaux uni- et bi-modaux. Pour ces matériaux, quel que soit le mode d'élaboration, les limites des domaines entre zones à grains « fins » et grains « grossiers » sont généralement mal définies. Par ailleurs, les échantillons bimodaux sont rarement comparés entre eux, de ce fait l'influence de la fraction volumique des deux populations de tailles de grains ainsi que des dimensions de tailles de grains est rarement étudiée.

Les matériaux bimodaux sont généralement sollicités en traction ou compression monotone et illustrent couramment une ductilité améliorée comparativement aux matériaux à grains ultrafins. Dans un souci d'amélioration des propriétés mécaniques, et à terme d'ingénierie des microstructures, il est essentiel de s'interroger sur les caractéristiques à optimiser pour améliorer les propriétés mécaniques de ces matériaux. Comment la fraction volumique, la distribution spatiale des CG, leur morphologie ou le contraste de tailles de grains affectent les propriétés mécaniques ? Et comment jouer sur ces paramètres pour trouver un compromis entre résistance mécanique et ductilité ?

Tel que précisé précédemment, les matériaux à grains ultrafins sont peu utilisés dans l'industrie à cause de leur formabilité limitée. Dans le cas de sollicitations simples, les matériaux à distribution bimodale de tailles de grains semblent prometteurs pour pallier aux limitations des matériaux à grains ultrafins. Ainsi pour étendre leur application à un cadre industriel, il semble essentiel de se tourner vers des chargements plus complexes. Les procédés de formage industriels sont généralement associés à des chargements multiaxiaux, cependant peu d'études traitent de l'avantage (ou désavantage) d'une distribution bimodale vis-à-vis de chargements biaxiaux ou de cisaillement comme mentionné dans l'étude de Bruder [194].

Les comportements des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains, ou plus généralement multimodale, sont encore mal compris et en particulier les interactions entre matrice à grains ultrafins et grains de taille conventionnelle. Pour essayer de répondre à cette question, il est nécessaire de se tourner vers la modélisation numérique qui permet d'accéder aux comportements locaux. De plus cette approche ne nécessite pas l'élaboration d'un matériau support. Ceci permet de mener des analyses extensives en contrôlant les caractéristiques des microstructures bimodales telles que le contraste de tailles de grains, la fraction volumique des populations et les distributions spatiales des grains de chaque population.

2.5.2. Partie numérique

De premières estimations des propriétés des matériaux bimodaux peuvent être faites par le biais des approches à champs moyens comme les travaux de Berbenni *et al.* [19] et de Ramtani *et al.* [184]. Dans ces travaux, l'effet de taille de grain est pris en compte à travers un terme de Hall-Petch. Bien que les simulations tiennent compte de la fraction volumique des

populations de tailles de grains et de leur distribution, elles ne donnent pas accès aux champs locaux.

Sur la base de modèle de plasticité cristalline déjà existants comme par exemple les modèles de Méric-Cailletaud [168, 169] ou de Teodosiu-Raphanel-Tabourot [167], il est courant qu'un terme de type Hall-Petch soit ajouté à la formulation de l'écrouissage dans le cas de modèles phénoménologiques [21], ou à l'évolution de la densité de dislocations dans le cas de modèles quasi-physiques [21, 141]. Ces modèles à champs complets permettent de prendre en compte de manière explicite la microstructure à travers la géométrie des grains, leur position et leur orientation cristallographique et de ce fait, conduisent à des champs plus représentatifs. Au sein de ces microstructures, les propriétés effectives comme la limite d'élasticité sont généralement déterminées mais les mécanismes de déformation sont généralement peu étudiés.

Des approches non-locales basées sur le gradient de déformation ou le gradient de variables internes permettent de rendre compte de manière intrinsèque des effets de tailles de grains [195]. Ces approches sont plus coûteuses en ressources de calcul ce qui limitent la dimension des microstructure représentées. D'autres modèles permettent d'ajouter des degrès de liberté aux nœuds du maillage comme les modèles de Cosserat utilisés par Forest *et al.* [189]. Ces approches permettent de décrire les micro-rotations du réseau cristallin. Cette fois encore, l'utilisation de ces modèles est limitée par leur coût en termes de ressources de calcul mais le développement de calculateurs de plus en plus puissants permet d'agrandir la dimension des microstructures simulées et d'améliorer la complexité des modèles utilisés.

Au-delà des modèles utilisés, les microstructures ont largement évolué au cours des dernières décennies. Initialement sous forme de polygones (ou polyèdres) réguliers, les microstructures ont évolué vers des géométries irrégulières avec l'utilisation des tessellations Voronoï. Les stratégies de maillage ont également évolué, permettant à présent de mailler ces polycristaux grâce à des éléments tétraédriques et ainsi éviter le crénelage des joints de grains dû à l'usage d'éléments hexaédriques. Le développement des tessellations de Laguerre-Voronoï et de logiciel adaptés à leur génération et maillage [157] a grandement facilité la réalisation de microstructures numériques comme les bimodales.

Numériquement, les microstructures sont plus faciles à générer qu'expérimentalement, ce qui facilite ainsi l'étude des différentes paramètres microstructuraux associées aux microstructures bimodales. Pourtant, peu d'études en plasticité cristalline traitent de l'influence de la fraction volumique des populations de tailles de grains, de leur distribution spatiale ou bien même du contraste de tailles de grains. Au-delà d'une question d'optimisation des microstructures bimodales, l'étude de ces paramètres permet également de décrire les mécanismes de déformation et d'écrouissage se déroulant dans ses matériaux et qui sont encore mal compris.

Alors que ces matériaux bimodaux semblent prometteurs d'un point de vue expérimental pour palier à la perte de ductilité des matériaux à grains ultrafins, peu d'études traitent du

comportement des microstructures bimodales vis-à-vis d'autres sollicitations mécaniques comme le cisaillement ou la traction biaxiale qui sont des chargements pouvant être retrouvés dans les procédés de formage industriels.

English below

2.5.3. Experimental overview

Materials with bimodal grain size distribution can be obtained either by powder metallurgy or by thermomechanical treatments (severe plastic deformations). Each method has its advantages and drawbacks, the first method allows a very good control of the volume fraction of the GS population and their related average GS. On the other hand, PM requires to work with powders, associated with a greater reactivity, one densified the samples generally presents oxides although few studies mention it. In the specific case of harmonic bimodal microstructures, PM is the only process allowing their elaboration to this day. Bimodal materials obtained by SPD are oxide-free but the dimensions of the samples are often limited by the process used.

The subject of bimodal microstructures has gradually gained in interest since the first studies on the subject [82]. Many studies deal with the presence of a bimodal grain size distribution and the majority of studies compare the differences in mechanical behavior between uni- and bi-modal materials. Regardless the elaboration route, the difference between fine and coarse grains range are generally poorly defined. Moreover, bimodal samples are rarely compared with each other, so the influence of the volume fraction of the two grain size populations as well as the grain size dimensions is rarely studied.

Bimodal materials are generally subjected to monotonic tension or compression and subsequently show improved ductility compared to ultrafine grain materials. In order to improve the mechanical properties and to finally achieve engineering of microstructures, it is essential to consider the various characteristics to be optimized to improve the mechanical properties of these materials. How does the volume fraction of the CG, their spatial distribution, their morphology and the GS contrast tune the mechanical properties? And how to adjust these parameters to find the best compromise between mechanical strength and ductility?

As previously mentioned, UFG materials are currently used in industry due to their poor formidability. In the case of uniaxial loadings, materials with bimodal GS distribution seem promising to overcome the limitations of UFG materials. Thus, to extend their use in industrial context, it seems essential to consider more complex loadings. Industrial forming processes are generally associated with multiaxial loadings; however, few studies address the benefit (or drawback) of a bimodal distribution with respect to biaxial or shear loading as mentioned in Bruder study [194].

The mechanical behavior of materials with bimodal GS distribution, or more generally multimodal, are still poorly understood and in particular the interactions between UFG and CG populations. To try to answer this, numerical modelling can be a powerful tool which allows

a simpler access to local behavior. Moreover, this approach does not require a support material. This enables extensive analysis by controlling the characteristics of bimodal microstructures such as GS contrast, volume fraction of each population and spatial distributions of the grains in each population.

2.5.4. Numerical overview

Mechanical properties of bimodal materials can be estimate through mean-field approaches such as the work of Berbenni *et al.* [19] and Ramtani *et al.* [184]. In these works, the grain size effect is considered through a Hall-Petch term. Although the simulations take into account the volume fraction of the grain size populations and their distribution, they do not give access to local fields.

On the basis of existing CPFE models such as the models of Méric-Cailletaud [168, 169] or of Teodosiu-Raphanel-Tabourot [167] to mention only those. A Hall-Petch term is generally added to take into account the GS effect [21]. This full-field modelling allows to explicitly account for the whole microstructure through the geometry of the grains, their position and their related crystallographic orientation. Even though, this modelling leads to more representative fields, only effective properties such as YS are generally determined but deformation mechanisms are generally not described.

Non-local approaches based on the strain gradient or the gradient of internal variables can account for GS effect without the need to use additional terms. These approaches are more demanding in terms of computational resources, which limits the size of the microstructure represented. Other approaches allow to describe rotation of each node of the mesh such as the Cosserat models used by Forest *et al.* [189]. These models allow to describe microrotations of the crystal lattice which can be further link to the presence of GND. Once again, their use is limited by computational resources but the development of more powerful station allows to increase the dimension of the simulated microstructures and to improve the complexity of the models used.

Numerically, the microstructures are easier to obtain than experimentally, which obviously facilitates the study of the various microstructural parameters associated with bimodal microstructures. However, few studies in CPFE deal with the influence of the volume fraction of the GS populations, their spatial distribution or even the GS contrast. Beyond a question of optimization of bimodal microstructures, the study of these parameters also makes it possible to describe the mechanisms of strain and strain hardening takin place in these specific materials and which are still poorly understood.

While these bimodal materials seem promising from an experimental point of view to overcome the loss of ductility of ultrafine grain materials. Few studies deal with the behavior of bimodal microstructures with respect to other mechanical loadings such as shear or biaxial tension which are loads that can be found in industrial forming processes.

3
Elaboration

Ce chapitre décrit dans un premier temps la caractérisation des poudres commerciales. Il s'ensuit une description du procédé d'élaboration ayant été mis en place grâce à des études antérieures [109, 110]. Plusieurs voies d'amélioration sont ensuite décrites de manière à réduire la fraction volumique d'oxydes résultante des différents processus d'élaboration. Différentes techniques d'analyses seront utilisées tout au long de ce chapitre permettant la caractérisation des échantillons élaborés à différentes étapes du procédé dans le but d'acquérir une meilleure compréhension des phénomènes se déroulant pendant les étapes de broyage et de frittage.

Comme illustré dans le chapitre précédent, les travaux de thèse de B. Flipon [21] ont permis de mettre en évidence une amélioration de la ductilité associée aux matériaux bimodaux et pour des fractions volumiques de CG relativement faibles. Les études expérimentales couplées à l'approche numérique ont montré que le couplage entre populations de tailles de grains (U)FG et CG était également plus important pour des contrastes de tailles de grains plus élevés. Outre la présence des oxydes au sein de ces matériaux bimodaux, il semble important de pouvoir adapter ce processus d'élaboration pour obtenir des contrastes de tailles de grains plus importants. Le travail expérimental de cette thèse avait donc pour vocation l'amélioration du procédé en lien avec ces deux aspects.

Tel qu'annoncé dans l'introduction, la démarche d'amélioration du procédé n'a pas pu être menée à son terme à cause des restrictions d'accès aux moyens expérimentaux faisant suite à la pandémie. Si bien que les élaborations d'échantillons optimisés, programmées au début de la thèse, n'ont pas été effectuées et que les objectifs initiaux ont dû être revus. Ce chapitre est le seul portant sur des analyses expérimentales et est construit de manière autosuffisante pour exposer les avancements qui ont pu être obtenus.

Sommaire

4.1. Génération de microstructures numériques 83
4.1.1. Algorithmes de génération 84
4.1.2. Génération de microstructures bimodales 87
4.2. Lois de comportement en plasticité cristalline 91
4.2.1. Modèle de plasticité cristalline 92
4.2.2. Paramètres matériau 94
4.3. Raffinement de maillage et conditions aux limites 97

4.4. Synthèse **98**

3.1. Caractérisation des poudres commerciales

Avant de décrire les processus d'élaboration dans lesquelles sont intégrées les poudres commerciales, ces dernières ont été caractérisées grâce à différentes techniques d'analyses physiques de manière à mieux comprendre les différents mécanismes opérant pendant le broyage puis pendant le frittage. Quatre poudres commerciales ont été utilisées dans cette étude, leur morphologie sont présentées en figure 3.10 et ces images ont été obtenues grâce à un JEOL 7900 à pointe FEG à 8 ou 10 kV :

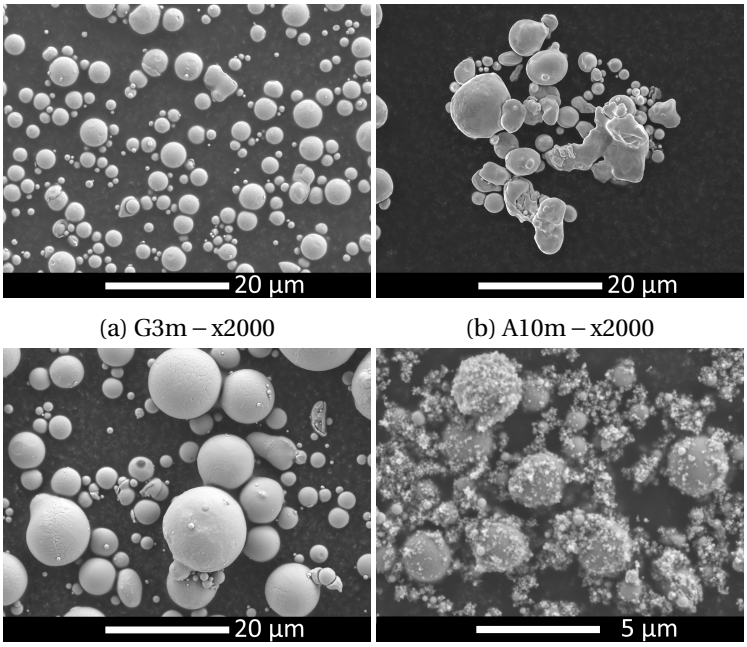
— La poudre appelée G3m, monocristalline de D_{50} [1] égal à 3 μm produite par GoodFellow par atomisation gaz (*cf.* figure 3.1a),
— La poudre appelée A10m, polycristalline de D_{50} égal à 10 μm élaborée par Atmix par atomisation à l'eau (*cf.* figure 3.1b),
— La poudre appelée G45m, polycristalline produite par GoodFellow par atomisation gaz (G45m) avec un diamètre de coupure de 45 μm (*cf.* figure 3.1c),
— La poudre appelée H150n, monocristalline de D_{50} égal à 150 nm élaborée par Guangzhou Hongwu Material (*cf.* figure 3.1d).

Les poudres G3m et G45m sont obtenues par atomisation gaz ce qui conduit à des morphologies sphériques (*cf.* figures 3.1a et 3.1c). La poudre produite par Atmix est également produite par atomisation mais à l'eau ce qui conduit à des particules moins sphériques (*cf.* figure 3.1b). Ce procédé conduit généralement à des poudres d'une moins grande pureté, et pour les métaux, à une oxydation plus importante. La poudre nanométrique H150 présente de très grosses particules mais également de particules très fines (*i.e.* des satellites), à la surface des grosses particules (*cf.* figure 3.1d).

La dimension des particules a été caractérisée par granulométrie laser sans usage d'un dispersant et en utilisant deux solvants différents, de l'éthanol et de l'isopropanol. Ces distributions granulométriques sont présentées en figure 3.2 et ont été obtenues grâce à un granulomètre laser MALVERN Mastersizer 2000 en voie liquide. Les valeur de D_{10}, D_{50} et D_{90} sont résumés dans le tableau 3.1.

En fonction du solvant employé et pour les différentes poudres, les distributions granulométriques sont très différentes. Ici les distributions granulométriques ont été analysées dans deux solvants (sans dispersant) : l'éthanol (*cf.* figure 3.2a) et l'isopropanol (*cf.* figure 3.2b). La poudre H150 présente dans le cas de l'éthanol une distribution trimodale mais ceci est un artefact dû à l'agrégation des particules de petites tailles qui sont alors perçues comme des particules de tailles plus importantes. Pour la même poudre, dans l'isopropanol, la distribution est bimodale avec un pic à 100 nm et un pic aux alentours de 3 μm. Un effet différent peut

1. Les valeurs de D_{10}, D_{50} et D_{90} correspondent respectivement au 10e, 50e et 90e centiles de la distribution granulométrique. Autrement dit le D_{50} correspond au diamètre médian.



(a) G3m – x2000 (b) A10m – x2000

(c) G45m – x2000 (d) H150n – x8000

FIGURE 3.1. – Observations au microscope électronique à balayage des différentes poudres commerciales (a) G3m, (b) A10m, (c) G45m et (d) H150n.

être observé pour la poudre G45m, la distribution associée à l'éthanol permet de de visualiser clairement le diamètre de coupure de 45 μm de la poudre G45m. Ce diamètre de coupure est moins visible dans l'isopropanol. Bien que les poudres G3m et G45m aient toutes deux étés élaborées par atomisation gaz, la composition chimique de surface semble être différente puisque l'agglomération est différente pour ces deux poudres et ces deux solvants.

Ces poudres ont également été caractérisées par diffraction des rayons X grâce à un BRUKER D8 en configuration Bragg-Brentano et équipé d'une cathode cobalt. Les diffractogrammes ont été réalisés avec un pas de $0,02°$ et une seconde par pas et sont présentés en figure 3.3. La fabrication des poudres par atomisation est grandement impactée par la vitesse de refroidissement et le débit de liquide, ceci peut conduire à des particules de tailles différentes, mono- ou poly-cristallines comme dans les cas G3m et G45m. Cette modification de la vitesse de refroidissement influence également, pour les aciers, la proportion austénite / martensite.

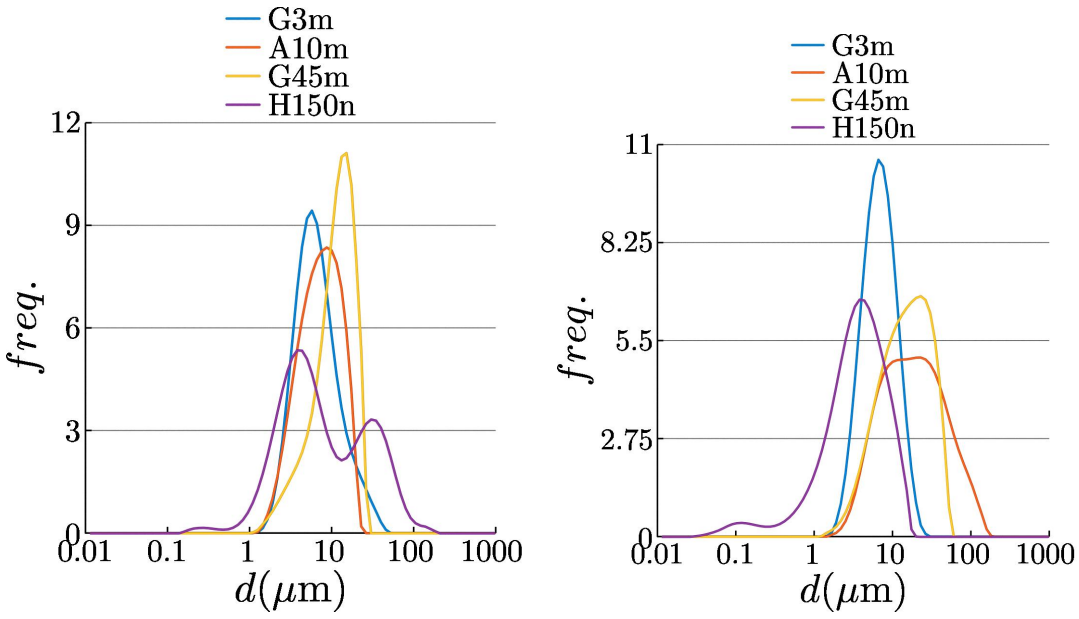


FIGURE 3.2. – Distributions granulométriques des quatre poudres commerciales sans dispersant et dans deux solvants (a) éthanol (96%) et (b) ispropanol.

	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	Span (μm)
G3m	2,87 ± 0,08 *	5,81 ± 0,03 *	15,95 ± 3,94 *	13,08 ± 4,03 *
	2,93 ± 0,60	5,68 ± 1,07	10,58 ± 2,29	7,65 ± 2,88
A10m	2,92 ± 0,07	7,03 ± 0,37	14,08 ± 0,51	11,16 ± 0,58
	5,07 ± 0,24	17,54 ± 1,92	64,25 ± 9,87	59,18 ± 10,11
G45m	4,24 ± 0,28	11,14 ± 0,35	18,48 ± 0,48	14,23 ± 0,76
	5,17 ± 0,94	16,96 ± 5,90	36,62 ± 7,24	31,45 ± 8,18
H150n	2,00 ± 0,44	5,86 ± 0,46	32,54 ± 12,02	30,53 ± 12,46
	0,78 ± 0,14	3,30 ± 0,12	9,65 ± 1,63	8,87 ± 1,76

Span $= D_{90} - D_{10}$

TABLEAU 3.1. – D_{10}, D_{50}, D_{90} et Span des distributions granulométriques obtenues par granulométrie laser des différentes poudres commerciales dispersées dans l'éthanol et l'isopropanol. Les valeurs sont obtenues grâce à trois mesures successives, excepté pour les valeurs indiquées par un $*$ qui portent seulement sur deux mesures.

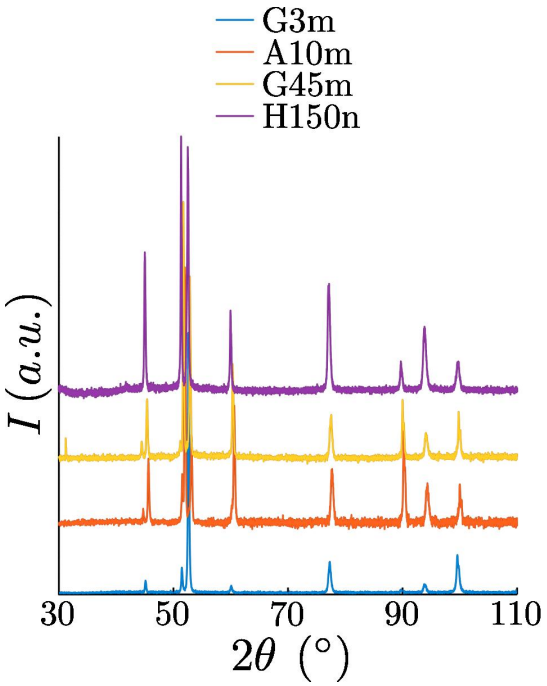


FIGURE 3.3. – Diffractogrammes par rayons X des quatre poudres commerciales.

3.2. Métallurgie des poudres et frittage SPS

3.2.1. Procédé d'élaboration des bimodaux

L'objectif de cette partie est de décrire, dans un premier temps, le processus complet d'élaboration des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains [21]. Ce procédé est basé sur le processus d'élaboration d'échantillon unimodaux en 316L utilisé au cours d'études précédentes [109, 110].

Le procédé d'élaboration des bimodaux requière deux poudres, l'une constituant les grains (U)FG et l'autre les « inclusions » de CG. Généralement la population de grain ultrafins est obtenue par broyage planétaire d'une poudre commerciale. Les deux poudres sont ensuite manuellement mélangées puis frittées grâce au SPS. Le processus complet est résumé au sein du schéma présenté en figure 3.4. Cette description du procédé permettra de mettre en évidence les limites de cette approche avant de décrire, dans une seconde partie, les différentes voies d'amélioration.

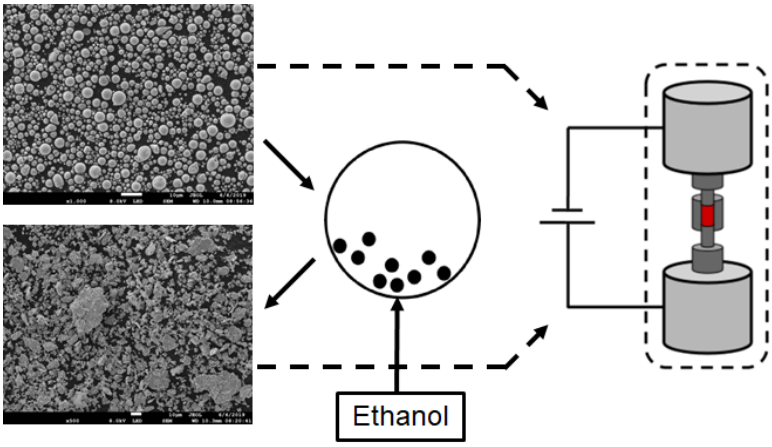


FIGURE 3.4. – Description schématique du processus d'élaboration regroupant une étape de broyage planétaire et une étape de frittage grâce au procédé SPS. La poudre G3m est présentée dans son état initial puis après broyage.

Broyage planétaire

L'étape de broyage est réalisée grâce à un broyeur planétaire FRITSCH Pulverisette 7 au CRISMAT à Caen, et cette étape de broyage est appliquée à la poudre commerciale G3m. Au sein de ce bol de broyage en WC sont introduites des billes de broyage, la poudre à broyer et un solvant, dans ce cas l'éthanol (Process Control Agent – PCA). Le rôle de ce solvant est de limiter l'échauffement du système au cours du broyage, sa présence influence également l'agglomération des particules de par sa viscosité, sa masse volumique ainsi que son état physique. Le processus de broyage est composé de 24 cycles de 5 minutes à 500 RPM, tous les cycles sont suivis d'une minute de pause de manière à limiter l'échauffement induit par le broyage puis le sens de rotation est inversé pour permettre une meilleure homogénéisation. Ces conditions ont été optimisées pendant une étude précédente [110] et ces conditions sont regroupées dans le tableau 3.2. Après l'étape de broyage, la poudre est séchée à l'air libre de manière à évaporer le solvant introduit dans le bol de broyage.

Contenu du bol de broyage			
Poudre (g)	Billes Φ (mm)	éthanol (g)	BPR [2]
24	10	18	10 : 1
Conditions de broyage			
Vitesse (RPM)	Temps de cycle (s)	Temps de pause (s)	Nb. de cycle
500	300	60	24

TABLEAU 3.2. – Conditions de broyage d'après [110].

Frittage SPS

Suite au broyage planétaire utilisé et à l'évaporation du solvant, la poudre est ensuite introduite dans une matrice cylindrique en graphite du diamètre souhaité et la poudre est frittée grâce à un SPS FCT type HP D25. Il est à préciser que le frittage SPS, contrairement aux méthodes de frittage conventionnelle (sans pression, ni courant appliqué), conduit à une meilleure densification de l'échantillon et qui plus est, plus rapide. La figure 3.5 représente un cycle de frittage SPS sur lequel peuvent être distinguées quatre étapes distinctes :

— Une première phase de maintien à pression constante sous vide et à température ambiante,
— Une phase de montée en température et en pression synchronisée avec une vitesse de montée en température de 100K.min^{-1},
— Un palier d'une durée de 300s à 1313K et 50MPa,
— Une descente en température et en pression synchronisée (jusqu'à impact de l'inertie thermique de l'enceinte du SPS) jusqu'à température ambiante et pression de maintien faible.

Les différentes paramètres du cycle de frittage, décrits grâce à la figure 3.5, sont listés dans le tableau 3.3. Ces conditions ont pu être optimisées lors d'une étude antérieure [109, 110]. Il est tout de même important de préciser que les paramètres de frittage ont été optimisés dans ces études pour des poudres commerciales. Or étudiant dans ce cadre le frittage de poudres ayant subi au préalable une étape de broyage, la surface spécifique, la morphologie ainsi que la réactivité de ces dernières est fortement impactée ce qui pourrait ainsi impliquer une nouvelle optimisation des paramètres de frittage pour ces poudres.

Souhaitant améliorer le procédé pour réduire la fraction volumique d'oxyde, il est essentiel de lister les sources potentielles d'oxydation. Premièrement, travaillant avec un acier inoxydable, les poudres sont recouvertes d'une fine couche d'oxyde protectrice ayant une composition chimique dépendante de la composition chimique des grains de poudre mais également des conditions dans lesquelles ont été fabriquées les poudres (atomisation au gaz, à l'eau ou autre). Les bols de broyages sont remplis avec le mélange poudre/solvant et les billes de broyages puis scellés sous atmosphère conventionnelle (composée de dioxygène et de vapeur d'eau). Pendant l'étape de broyage à proprement parler, la couche d'oxyde à la surface des particules est brisée et une nouvelle couche d'oxyde se reforme. Les particules sont déformées plastiquement pendant le processus de broyage, ainsi ces particules peuvent être repliées sur elles-mêmes plusieurs fois conduisant à l'emprisonnement des molécules de PCA. Ces dernières se décomposeront ainsi pendant l'étape de frittage et diffuseront sous

Montée en temp. (K.min^{-1})	Temp. du palier (K)	Pression du palier (MPa)	Temps du palier (s)
100	1313	50	300

TABLEAU 3.3. – Condition de frittage SPS d'après [110].

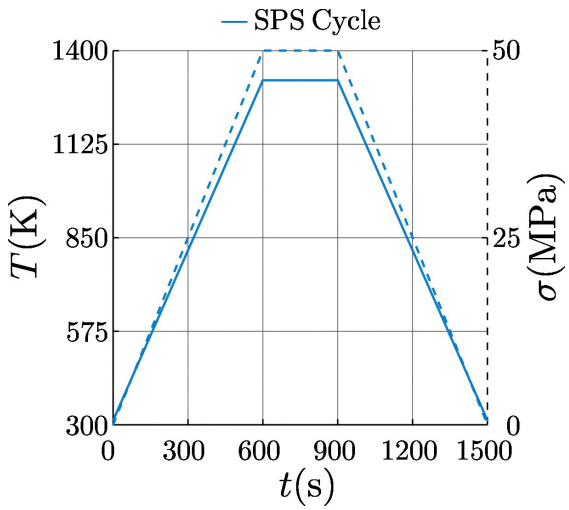


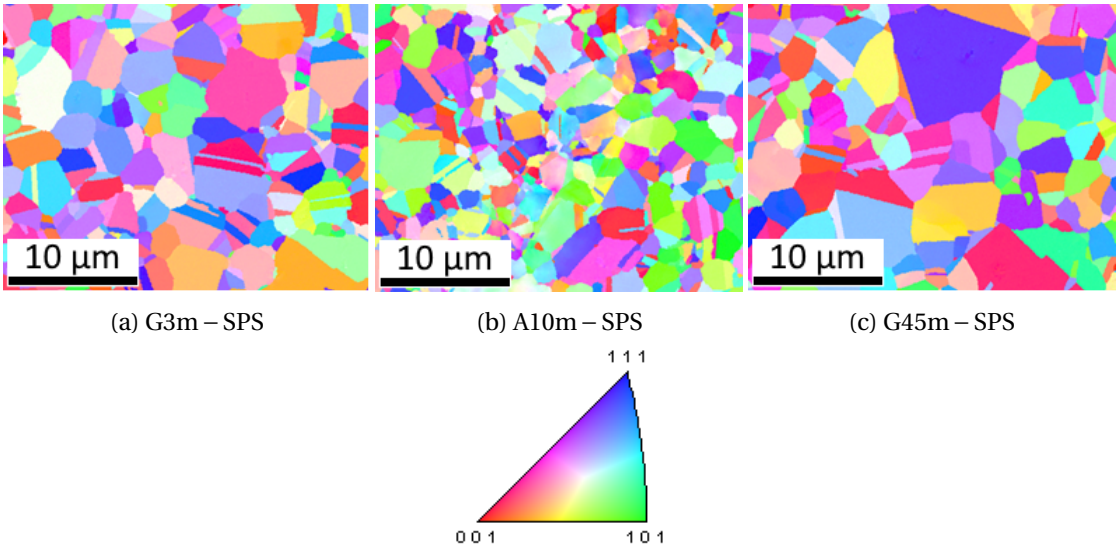
FIGURE 3.5. – Cycles de frittage SPS décrivant l'évolution de la température ainsi que la pression au long du cycle.

forme d'atomes en solution solide. De plus, les molécules de PCA peuvent également être dégradées pendant le broyage comme parfois souhaité en mécanosynthèse [196]. L'étape finale de frittage est seulement réalisée sous vide primaire ce qui peut conduire à une oxydation supplémentaire.

3.2.2. Frittage des poudres commerciales

Avant de décrire les possibles voies d'amélioration du procédé, il est essentiel de caractériser les microstructures des matériaux unimodaux obtenus par frittage SPS selon le cycle décrit dans le tableau 3.3. Suite au frittage, les échantillons ont été découpés, polis mécaniquement et finalement électropolis au A2 [3]. Les cartographies EBSD ont été réalisées grâce à un JEOL 7900 à 15 ou 20 kV en grossissement 4000, les cartographies sont présentées pour les différentes poudres en figure 3.6. Les résultats des caractérisations des échantillons élaborés à partir des poudres commerciales sont résumés au sein du tableau 3.4. Pour ces résultats, les masses volumiques ont été estimées par poussée d'Archimède dans de l'eau distillée. La densité a été par la suite estimée en prenant pour masse volumique de référence pour le 316L : 7.96 g.cm^{-3}. La microdureté a été réalisée sur un FUTURE-TECH Microhardness tester FM avec une masse de 300 g appliquée sur une pointe Vickers. Les valeurs moyennes et écarts types des densités et des microduretés ont été estimées grâce à 5 valeurs. Pour la cartographie EBSD associée à l'échantillon élaboré via la poudre nanométrique H150n, l'indexation des grains n'a pas pu être effectuée ne permettant pas la comparaison avec les autres microstructures. Les tailles de grains estimées via ces dernières sont proches pour les poudres G3m et G45m mais plus faible pour la poudre A10m. Pour ces trois échantillons, les valeurs de microdureté sont similaires, en revanche, pour la poudre H150n les valeurs sont plus éle-

3. A2 : eau distillée 90 mL, éthanol 730 mL, 2-butoxyéthanol 100 mL, acide perchlorique 80 mL.



(a) G3m – SPS (b) A10m – SPS (c) G45m – SPS

(d)

FIGURE 3.6. – Cartographies d'orientation des différents échantillons frittés à partir des poudres commerciales (a) G3m, (b) A10m et (c) G45m. Code couleur des cartographies correspondant au (d) triangle standard des matériaux CFC dans la direction ND.

vées, en moyenne 257H_v suggérant une taille de grains plus faible. Cependant l'incertitude sur cette valeur est également plus élevée ($\pm$73H_v), ce qui peut provenir de la présence de porosité vis-à-vis d'une plus faible densité (90,1%) ou d'une fraction d'oxydes plus importante. Pour les autres échantillons, les densités obtenues sont plus élevées (comprises entre 96,6% et 98,4%) et les incertitudes sur les valeurs de microdureté sont faibles. Ces échantillons ont également été caractérisés par diffraction des rayons X (*cf.* figure 3.7). Une première différence peut être remarquée par rapport aux poudres commerciales, le 316L est entièrement austénitique après le cycle de frittage. D'un point de vue plus général, les cartographies EBSD permettent de noter l'absence de texture et de confirmer la recristallisation des échantillons (peu de désorientation dans les grains).

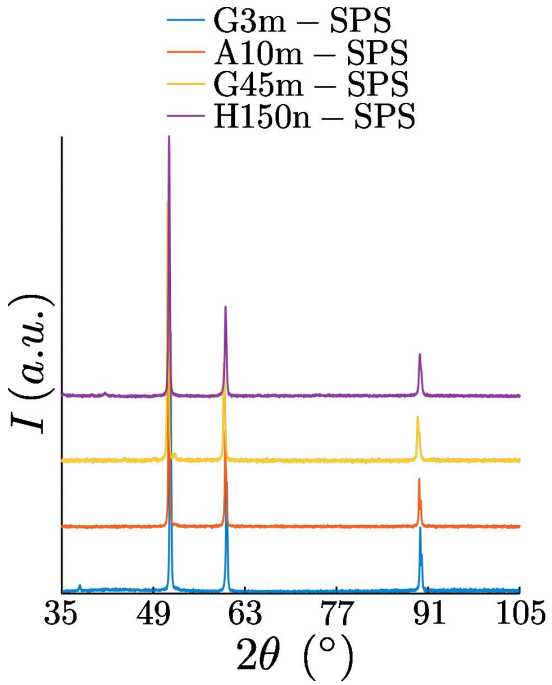


FIGURE 3.7. – Diffractogrammes par rayons X des échantillons frittés à partir des poudres commerciales selon le cycle représenté en figure 3.5.

Poudre – Process	Poudres $f_{\alpha'}$ d'après [68] (%)	Echantillons frittés Densité (%)	Dureté (H_V)	Taille de grains (EBSD) (μm)	$f_{\alpha'}$ d'après [68] (%)
G3m – SPS	92,7	98,4 ± 4,5	220 ± 4	2,0	1,6
A10m – SPS	15,0	99,7 ± 4,7	188 ± 8	0,90	0
		98,7 ± 6,3	204 ± 3	0,90	0
G45m – SPS	37,4	96,6 ± 9,3	183 ± 14	2,9	0,2
H150n – SPS	57,0	90,1 ± 3,35	257 ± 73	/	0

TABLEAU 3.4. – Densité, dureté et tailles de grains des échantillons frittés à partir des poudres commerciales.

3.3. Amélioration du procédé d'élaboration

Les oxydes sont des particules dures et fragiles, au sein de la microstructure, ils agissent comme des concentrateurs de contraintes et sont suspectés d'initier la rupture en fatigue. Pour pouvoir quantifier l'impact de la bimodalité de tailles de grains, des conditions optimales doivent être présentes. Il est alors nécessaire que les échantillons présentent une quantité d'oxyde aussi faible que possible ; ce qui nécessite une amélioration du procédé de manière à limiter la formation de ces oxydes au cours de l'élaboration.

3.3.1. Voies d'amélioration

On propose ainsi différentes solutions pour améliorer le procédé actuel de manière à réduire la fraction volumique d'oxyde. L'objectif secondaire de certaines voies d'amélioration est d'affecter la formation d'oxydes pour les rendre moins nocifs vis-à-vis de la ductilité, en modifiant leur morphologie, leur composition chimique ou leur localisation au sein de la microstructure. Dans un second temps, il a été montré pendant les travaux de thèse de B. Flipon [21] qu'un contraste de tailles de grains entre population (U)FG et CG favorise la ductilité. Il semble alors important de pouvoir piloter la dimension de ces CG et dans un second temps de contrôler leur distribution spatiale.

Modification de la vitesse de rotation La vitesse de rotation des bols de broyage influence directement la déformation plastique des particules de poudres. La réduction de la vitesse broyage conduit à une réduction de la déformation des particules mais également à une limitation de l'augmentation de la surface spécifique qui est supposée être un des facteurs clés pour limiter la présence d'oxydes dans les matériaux frittés.

Procédé avec passivation Il a été observé concernant la résistance à la corrosion qu'une étape de passivation après le broyage conduisait à une amélioration des propriétés vis-à-vis de la corrosion [8]. Une étape de passivation a ainsi été insérée dans le procédé après l'étape de broyage. Cette modification du procédé peut modifier la fraction volumique d'oxyde ainsi que sa composition chimique ou que sa morphologie. Cela pourrait conduire à une amélioration des propriétés mécaniques ou pourrait rendre les oxydes moins nocifs vis-à-vis de la ductilité.

Procédé sans broyage Cette modification du procédé consiste en la suppression de l'étape de broyage en remplaçant cette poudre broyée jouant le rôle de la matrice (U)FG par l'utilisation de la poudre nanométrique H150n. Cette suppression de l'étape de broyage pourrait réduire la quantité d'oxyde inhérente à cette étape, améliorer la répétabilité du procédé et conduire à une meilleure densification en utilisant des poudres uniquement sphériques.

Usage de particules de tailles plus importantes Dans le procédé d'élaboration des bimodaux, une certaine quantité de poudre est broyée et une autre quantité est conservée pour être par la suite mélangées avant frittage. L'usage de poudres avec des grains de dimensions

plus importantes permet de réduire la surface spécifique et la quantité d'oxyde associée. Il est également possible de réduire la surface spécifique sans trop impacter la taille de grains en utilisant des poudres polycristallines comme la poudre G45m. Cette réduction de la quantité d'oxyde est en particulier effective pour des poudres non broyées mais peut conduire aussi à une amélioration vis-à-vis des poudres broyées.

Procédé sous boîte à gants La réalisation du procédé complètement sous boîte à gants permet d'isoler les poudres d'une atmosphère contenant de l'oxygène. Ceci impacte en particulier les poudres soumises au broyage. Pour les poudres non broyées utilisées, par exemple, dans le procédé d'élaboration des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains, les surfaces des particules sont déjà oxydées et la modification de l'atmosphère n'a pas d'impact sur la quantité d'oxydes. Pour cette modification du procédé, chaque étape est réalisée sous boîtes à gant (BAG). La poudre ainsi que les billes sont initialement pesées à l'extérieur de la BAG puis introduites sous atmosphère protectrice. Sous BAG le bol de broyage est rempli des billes et de la poudre puis le PCA est ajouté grâce à une seringue (pour la mesure du volume). Le bol de broyage est ensuite scellé puis sorti de la BAG pour broyage. Une fois le broyage terminé, le bol est de nouveau introduit sous BAG puis y est ouvert, le PCA est évaporé dans le sas via un pompage lent. Le bol est ramené sous BAG pour séparer la poudre des billes via un tamis. La poudre est ensuite pesée puis introduite dans la matrice SPS préalablement dégazée dans le sas. La matrice remplie est placée dans une poche plastique permettant de la garder isolée de l'oxygène autant que possible, elle est finalement introduite dans le SPS puis le frittage est réalisé.

Procédé par agglomération La réalisation des échantillons bimodaux requiert l'usage de deux poudres, comme précisé précédemment, une portion est broyée, l'autre conservée, puis sont mélangées à nouveau avant le frittage SPS. Jusque-là cette étape de mélange était réalisée manuellement mais le mélange de poudres est une étape complexe, en particulier pour obtenir un mélange considéré comme « homogène ». Dans le cas particulier de l'élaboration des bimodaux, on souhaite mélanger deux poudres de morphologies radicalement différentes (l'une sphérique et l'autre sous forme de feuillets) ce qui rend cette étape d'autant plus délicate. Pour répondre à cette problématique, on propose de rajouter une étape de broyage très lente dans le but d'homogénéiser le mélange de poudres. Cette étape supplémentaire n'a pas pour objectif de déformer plastiquement les particules grossières mais d'agglomérer les particules de poudres broyées autour d'elles.

L'ensemble des conditions pour l'amélioration du procédé et des caractéristiques des échantillons obtenues sont résumées dans le tableau 3.5. Quatre échantillons bimodaux ont également été élaborés, les proportions (U)FG / CG ainsi que les caractéristiques des échantillons frittés sont regroupées dans le tableau 3.6.

Poudre – Process	Densité (%)	Dureté (H_v)	Taille de grains (EBSD) (μm)	$f_{\alpha'}$ d'après [68]
G3m – BM_{300} – SPS	$98,3 \pm 6,4$	245 ± 30	1,2	0
G3m – BM_{500} – SPS	$94,2 \pm 8,4$	468 ± 21	0,45	0
G3m – BM_{300} – HNO_3 – SPS	$99,5 \pm 5,5$	235 ± 10	1,4	0
G3m – BM_{500} – HNO_3 – SPS	$91,5 \pm 16,5$	480 ± 31	/	0
G45m – BM_{500} – SPS	$97,9 \pm 4,6$	281 ± 18	0,7	0
G45m – BM_{500} – HNO_3 – SPS	$98,0 \pm 5,0$	281 ± 14	0,67	0
G45m – $GBBM^{A}_{500}$ – SPS	$99,6 \pm 5,0$	421 ± 33	0,60	0
G45m – $GBBM^{H}_{500}$ – SPS	$99,3 \pm 4,3$	280 ± 8	0,85	0

BM_{XX} – Ball Milling à XX RPM, GBBM – Glove Box Ball Milling, ^{A} – acétonitrile, ^{H} : hexane

TABLEAU 3.5. – Densité, dureté et tailles de grains des échantillons unimodaux issus des différentes voies d'amélioration du processus d'élaboration.

Poudres – Process	Proportion (U)FG/CG	Densité (%)	Dureté (H_v)	Taille de grains (EBSD) (μm)
(H150n + G3m) – SPS	50/50	$97,4 \pm 9,3$	[192; 320]	[2; 8]
(H150n + G45m) – SPS	50/50	$96,5 \pm 7,7$	[170; 314]	[1,3; 10]
((G45m – BM_{500}) + G45m) – SPS	25/75	$97,7 \pm 6,4$	[210; 299]	[2; 9,5]
((G45m – BM_{500}) + G45m) – BM_{300} – SPS	75/25	$94,7 \pm 5,3$	[313; 427]	[0,4; 3,0]

TABLEAU 3.6. – Densité, dureté et tailles de grains des échantillons bimodaux.

3.3.2. Caractérisation des échantillons frittés

On se propose dans un premier temps d'étudier l'influence de la vitesse de rotation des bols de broyage sur la morphologie des poudres et sur les microstructures issues du frittage de ces poudres. Pour la poudre G3m, deux vitesses différentes ont été sélectionnées 300 et 500 RPM (vitesse jusque-là utilisée). Pour le même temps de broyage, la morphologie des particules est clairement affectée (*cf.* figures 3.8a et 3.8b). Pour 300 RPM les plus grosses particules semblent avoir été « aplaties » mais les plus petites semblent être intactes. En revanche, pour 500 RPM, l'ensemble des particules a été affecté par le broyage. Cette influence du broyage est également visible sur les cartographies EBSD présentées en figures 3.8c et 3.8d. Sans broyage, le frittage de la poudre commercial donne lieu à une taille de grains moyenne égale à $2,0\,\mu$m, après broyage à 300 et 500 RPM, les tailles de grains sont respectivement égales à 1, 2 μm et $0,45\,\mu$m. L'ajout d'une étape de broyage modifie la morphologie des particules et influence le frittage. Pour 300 RPM, la densité obtenue est égale à 98,3% (98,4% avec la poudre commerciale G3m), en revanche pour la 500 RPM, la densité obtenue est égale à 94,2%. Au-delà de la réduction de taille de grains, les diffractogrammes semblent montrer qu'un broyage plus intense conduit également à des fractions volumiques d'oxydes plus importantes (*cf.* figure 3.9a).

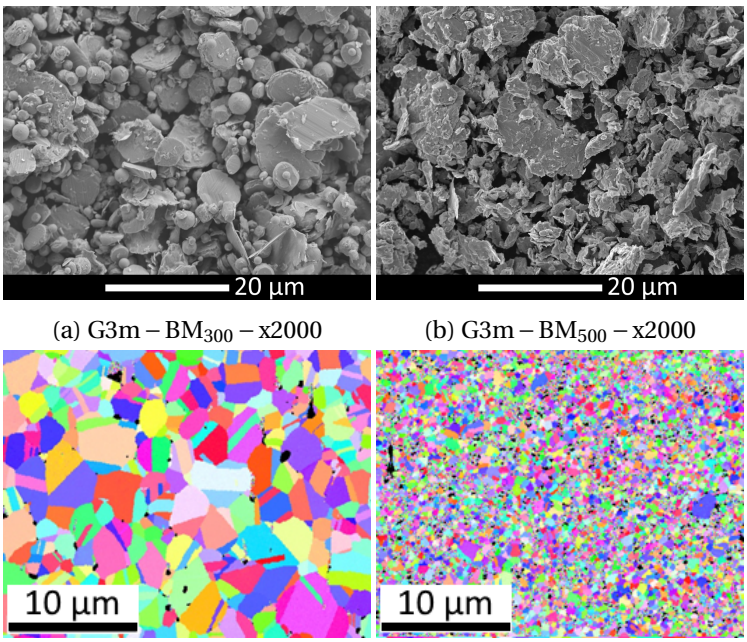
Par ailleurs, on peut également étudier l'influence de la passivation sur les poudres broyées après évaporation du PCA. Cette passivation est réalisée sur la poudre G3m après les deux conditions de broyage 300 et 500 RPM. Après le broyage, les oxydes présents à la surface des particules dépendent alors majoritairement de l'étape de broyage. Pour 300 RPM, les tailles de grains obtenues via les cartographies EBSD sont très proches ($1,2\,\mu$m et $1,4\,\mu$m avec passivation). Cependant, pour la poudre broyée 500 RPM et passivée, l'indexation des grains n'a pas pu être effectuée ne permettant pas la comparaison. L'étape de passivation ne semble pas réellement impacter les mécanismes de frittage. Pour 300 RPM, les densités sont égales à 99,5% et 98,3%, avec et sans passivation. Le constat est similaire pour 500 RPM, les densités obtenues avec et sans étape de passivation sont respectivement égales à 94,2% et 91,5%. Pour les mêmes conditions de broyage, les diffractogrammes obtenus ne présentent pas de nette différence vis-à-vis de la passivation. La quantité d'oxyde semblent surtout dépendre de l'intensité du broyage.

Par la suite, la poudre G45m a permis l'élaboration d'un échantillon unimodal suite à un broyage identique à celui appliqué à la poudre G3m dans l'étude [110]. Contrairement à la poudre G3m, la poudre G45m est polycristalline et les particules sont de dimensions plus importantes. Toutefois les échantillons frittés avec ces poudres commerciales présentent des tailles de grains proches lorsqu'elles sont broyées dans les mêmes conditions (*cf.* tableau 3.2) : $2,0\,\mu$m pour la poudre G3m et $2,9\,\mu$m pour la poudre G45m. Comme pour la poudre G3m, l'ajout d'une étape de passivation pour la poudre G45m broyée n'a pas d'impact sur les tailles de grains, la densité ou sur les valeurs de microdureté mesurées.

La poudre G45m a finalement été broyée sous atmosphère contrôlée sous BAG. L'éthanol étant fortement hygroscopique, l'acétonitrile et l'hexane ont été utilisés comme PCA. Ils ont

été choisis pour leur stabilité chimique et leur absence d'atome d'oxygène. Pour les mêmes conditions de broyage, l'usage de différents PCA semble avoir un impact sur la taille de grains, $0,6\mu$m pour l'acétonitrile et $0,85\mu$m pour l'hexane. Contrairement aux poudres G3m et G45m, les densités obtenues pour les échantillons frittés à partir des poudres broyées sous BAG sont très proches de 1. Pour l'échantillon élaboré grâce à la poudre broyée avec l'acétonitrile, plusieurs pics de diffraction sont observables sur le diffractogrammes signe de la présence de précipités, carbures ou oxydes. Ceci peut, en partie, expliquer la faible taille de grains associée à cet échantillon ($0,6\,\mu$m), les précipités peuvent entraver le mouvement des joints de grains pendant le frittage et dont limiter la coalescence des grains.

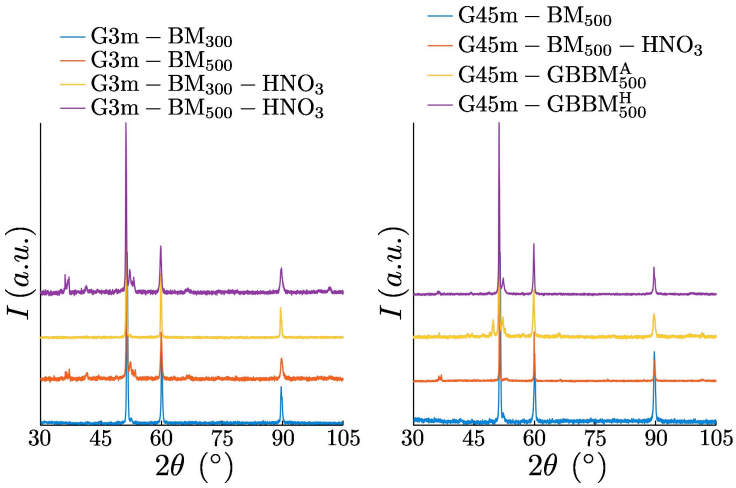
Quatre échantillons à distribution bimodale de tailles de grains ont également été élaborés et leurs caractéristiques sont résumées au sein du tableau 3.6. Deux intègrent la poudre nanométrique H150n pour remplacer l'utilisation d'une poudre broyée pour la matrice à grains ultrafins (*cf.* figures 3.10a et 3.10b). Deux autres échantillons ont été élaborés grâce à la poudre G45m dont une certaine portion a été broyée (*cf.* figures 3.10c et 3.10d). Pour le dernier échantillon une étape d'agglomération à 300 RPM a été rajoutée dans le but d'homogénéiser le mélange poudre commerciale/poudre broyée. Les densités des échantillons bimodaux élaborés grâce à la poudre H150n sont largement supérieures à celle obtenue pour l'échantillon unimodal (97,5% et 96,5% en comparaison à 90,1%), pour autant, les cartographies EBSD présentées en figures 3.10a et 3.10b présentent des zones n'ayant pas été indexées et pouvant correspondre à des porosités ou des oxydes. Les valeurs maximales de microdureté proviennent de la présence d'oxydes, les valeurs maximales obtenues pour les échantillons bimodaux (320 et $314H_v$) sont similaires à celles de l'unimodal ($257 \pm 73H_v$). Ces valeurs similaires suggèrent la présence des mêmes particules d'oxydes dans les échantillons uni- et bi-modaux. Les valeurs de microduretés minimales (192 et $170H_v$) proviennent des populations de grains issues des poudres G3m et G45m et sont également proches de celles obtenues pour les échantillons unimodaux respectifs, $220 \pm 4H_v$ pour la poudre G3m et $183 \pm 14H_v$ pour la poudre G45m. Pour ces deux échantillons, les tailles de grains sont relativement similaires, autant pour la matrice que pour les CG. Les CG proviennent des poudres G3m et G45m ayant des dimensions de particules radicalement différentes mais l'une est monocristalline et la seconde polycristalline. Pour l'échantillon bimodal élaboré selon le procédé décrit en partie 3.2.1, la densité, 97,7%, est équivalente à celles des deux bimodaux élaborés avec la poudre H150n, et les valeurs de microdureté minimales et maximales, 210 et $299H_v$, sont respectivement similaires aux cas G45m ($183 \pm 14H_v$) et G45m broyée ($281 \pm 18H_v$). Pour le dernier échantillon, élaboré par agglomération, la densité mesurée (94,7%) est inférieure à celles des autres échantillons bimodaux, cependant les valeurs de microduretés sont largement supérieures. Par ailleurs la cartographie EBSD présentée en figure 3.10d rend compte d'une bimodalité de tailles de grains trés marquée. En comparaison aux autres échantillons bimodaux, les tailles de grain de la matrice UFG et des CG sont de dimensions plus faibles.



(a) G3m – BM_{300} – x2000 (b) G3m – BM_{500} – x2000

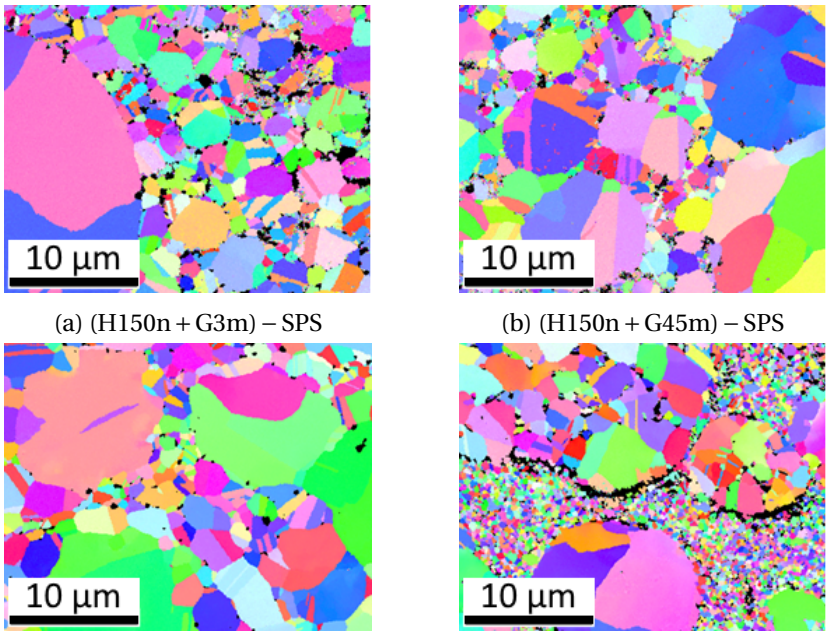
(c) G3m – BM_{300} (d) G3m – BM_{500}

FIGURE 3.8. – (a,b) Observations au microscope électronique à balayage de la poudre commerciale G3m broyée à (a) 300 RPM et (b) 500 RPM. (c, d) Cartographies d'orientation résultant du frittage des poudres respectivement présentés en (a) et (b). Code couleur des cartographies EBSD issu du triangle standard présenté en figure 3.6d



(a) (b)

FIGURE 3.9. – Diffractogrammes par rayons X des échantillons issus des différentes voies d'amélioration du processus d'élaboration.



(a) (H150n + G3m) – SPS (b) (H150n + G45m) – SPS

(c) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – SPS (d) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – BM_{300} – SPS

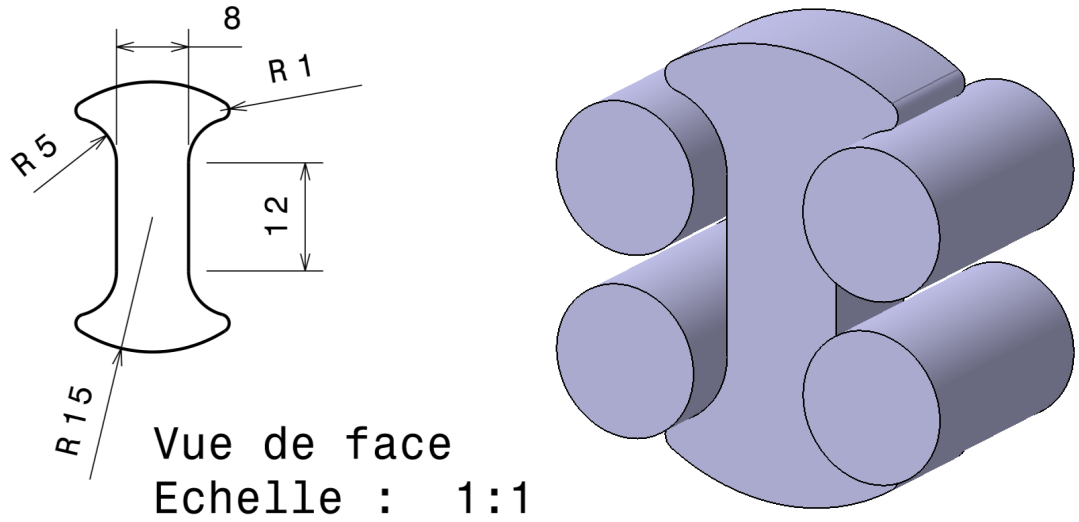
FIGURE 3.10. – Cartographies d'orientation des échantillons bimodaux (a) (H150n + G3m) – SPS, (b) (H150n + G45m) – SPS, (c) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – SPS et (d) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – BM_{300} – SPS. Code couleur issu du triangle standard présenté en figure 3.6d.

3.4. Tentative d'essais mécaniques

L'élaboration des matériaux, réalisée au CRISMAT, a été impactée par la pandémie, ce qui n'a pas permis de compléter la campagne d'essai. Cette partie est dédiée à la description des essais qui dû être réalisés si tous les échantillons avaient pu être obtenus.

L'élaboration des échantillons à distribution bimodale de tailles de grains par métallurgie des poudres est un procédé long et complexe. Au cours des travaux de thèse de B. Flipon [21], des pastilles de diamètre 50 mm avaient été frittées par SPS. Ces pastilles devaient être assez épaisses pour usiner trois éprouvettes dans l'épaisseur, ce qui nécessite le contenu de 4 bols de broyage (96 g de poudre) et représente environ 2 jours d'élaboration.

L'amélioration de ce procédé pour limiter l'oxydation des poudres a conduit à réaliser le procédé sous boîte à gants rendant le procédé d'autant plus chronophage. Pour limiter le temps d'élaboration, le choix s'est porté sur l'élaboration de pastilles de diamètre 30 mm pour la réalisation d'éprouvettes plus épaisses dont un exemple est présenté en figure 3.11a. Ces éprouvettes avaient pour objectif d'être sollicitées en traction selon le montage décrit en figure 3.11b. Pour cette configuration, pour éviter les problématiques de serrage liées aux éprouvettes plates, la charge est appliquée à l'éprouvette par le biais de cylindres positionnés aux niveaux des congés de l'éprouvette. Ces essais devaient être couplés à de la corrélation d'images numériques et de l'émission acoustique pour approfondir la compréhension des mécanismes de déformation et de l'endommagement de ces matériaux bimodaux.



(a) (b)

FIGURE 3.11. – (a) Exemple d'éprouvette à usiner à partir de pastilles de diamètre 30 mm obtenues par frittage SPS et (b) éprouvette soumise à une traction uniaxiale par le biais de 4 rouleaux.

Une fois le comportement de ces éprouvettes caractérisées en traction, la campagne d'élaboration suivante devait porter sur l'élaboration de pastilles pour la réalisation d'éprouvettes pour des sollicitations de fatigue.

3.5. Synthèse

Plusieurs voies d'amélioration ont été poursuivies au cours de ce chapitre dans l'objectif de réduire la fraction volumique d'oxydes et améliorer le contraste de tailles de grains. Ces différentes conditions d'élaboration sont regroupées dans le tableau 3.7. L'amélioration du procédé a conduit à réaliser le procédé complet sous boîte à gants, permettant ainsi d'isoler autant que possible la poudre préalablement broyée et donc très réactive. Sous boîte à gants, deux nouveaux PCA ont été choisis pour leur stabilité chimique : l'acétonitrile et l'hexane. Ce dernier semble conduire à des échantillons frittés contenant moins d'oxydes. Cependant la quantité d'oxydes résiduelle provient de la présence d'une couche d'oxyde à la surface des particules. L'utilisation de particules plus grossières (*i.e.* avec une surface spécifique plus faible) permet de diminuer cette fraction volumique d'oxydes. Sans l'utilisation d'un traitement supplémentaire permettant de retirer cette couche d'oxyde, cette quantité minimale dépendra directement de la surface spécifique des poudres commerciales ainsi que de l'épaisseur de cette couche d'oxyde à la surface des particules.

Au cours de ces travaux, des échantillons bimodaux ont pu être élaborés en associant deux poudres commerciales. Bien que permettant de supprimer l'étape de broyage et d'améliorer la répétabilité de ce procédé, les microstructures obtenues ne présentent pas une bimodalité aussi marquée que pour l'échantillon intégrant l'étape d'agglomération. L'ajout de cette étape semble conduire à des microstructures prometteuses de par la différence de tailles de grains entre populations (U)FG et CG. Les oxydes jouent le rôle de concentrateurs de contrainte lors d'une sollicitation mécanique ce qui les rend préjudiciables, mais ils peuvent également entraver le mouvement des joints de grains lors du frittage ce qui permet l'obtention d'une matrice à grains ultrafins. L'élaboration devra alors être réalisée sous BAG pour améliorer la densité et vérifier les tailles de grains moyennes.

English below

In this chapter, several ways of improvement were followed to reduce the oxide volume fraction and to improve the GS contrast. These different process conditions are grouped in the table 3.7. In order to limit oxidation of the milled powders as much as possible, the whole process was realized under glove box. In this environment, two new PCA were chosen for their chemical stability : acetonitrile and hexane. The latter lead to sintered samples with less oxides. However, the residual amount of oxides comes from the early presence of an oxide layer on the surface of steel particles. The use of coarser particles was also investigated to reduce the specific surface thus the initial volume fraction. Without any additional treatment, this minimum amount of oxides will directly depend on the commercial powders.

Poudres commerciales	Paramètres de broyage								Résultats		
	BM_{300}	BM_{500}	$BM^{C_2H_6O}$	BM^{CH_3CN}	$BM^{C_6H_{14}}$	HNO_3	GBBM		Densité (%)	Dureté (H_V)	Taille de grains (EBSD) (μm)
H150n									$90,1 \pm 3,35$	257 ± 73	/
G3m	•		•						$98,4 \pm 4,5$	220 ± 4	2,0
	•		•			•			$98,3 \pm 6,4$	245 ± 30	1,2
			•						$99,5 \pm 5,5$	235 ± 10	1,4
		•	•						$94,2 \pm 8,4$	468 ± 21	0,45
		•	•			•			$91,5 \pm 16,5$	480 ± 31	/
A10m									$99,7 \pm 4,7$	188 ± 8	0,90
									$98,7 \pm 6,3$	204 ± 3	0,90
G45m			•						$96,6 \pm 9,3$	183 ± 14	2,9
		•	•						$97,9 \pm 4,61$	281 ± 18	0,7
		•	•			•			$98,0 \pm 5,0$	281 ± 14	0,67
		•		•			•		$99,6 \pm 5,0$	421 ± 33	0,60
		•			•		•		$99,3 \pm 4,3$	280 ± 8	0,85

DRX – Diffraction des Rayons X, EBSD – Electron BackScattering Diffraction, BM – Ball Milling, GBBM – Glove Box Ball Milling

TABLEAU 3.7. – Paramètres et résultats de caractérisation des divers échantillons unimodaux en lien avec les différentes voies d'amélioration.

Bimodal samples were also elaborated by combining two commercial powders with different GS distributions. Although this allow to remove the milling step and improve the repeatability of the process, the GS contrast and the bimodality were not as substantial comparatively to the sample with agglomeration step. This addition step seems to lead to promising microstructures due to the great GS contrast between UFG and CG population. Oxides particles act as stress risers during mechanical testing, which makes them detrimental. However, they can also impede the movement of grain boundaries during sintering, which helps to obtain an ultrafine grain matrix. For this agglomeration sample, the elaboration process has to be conducted under glove box to improve the density and to check the mean GS.

4
Modélisation numérique

La modélisation numérique du comportement mécanique des matériaux à distribution bimodale fait appel dans cette étude, à la génération de microstructures numériques caractéristiques. Ce chapitre présente ainsi dans un premier temps les différents algorithmes nécessaires à cette génération de microstructures ainsi que les différentes catégories de microstructures ayant pu être utilisées au cours de ces travaux. Une fois les microstructures créées, il est nécessaire d'affecter des propriétés mécaniques aux grains. Une description de la loi de comportement utilisée est ensuite proposée. Celle-ci a été modifiée de manière à intégrer une longueur interne afin de pouvoir reproduire l'effet de distribution de tailles de grains. Cette longueur interne peut être représentée par la taille de grains mais également par une distance au joint de grain le plus proche. Le principe d'identification des paramètres matériau est décrit brièvement puis ces derniers sont résumés dans des tableaux en dernière partie de ce chapitre.

Sommaire

5.1. La nécessité de développer des nouveaux outils d'analyses 101
5.2. Description des outils numériques 105
5.2.1. Moments des distributions 105
5.2.2. Le covariogramme comme outil de description spatial 106
5.2.3. Classification 107
5.3. Résultats caractéristiques uni- et bi-modaux 110
5.4. Synthèse 120

4.1. Génération de microstructures numériques

De manière à pouvoir étudier le couplage entre la population de grains (U)FG et les CG, il est nécessaire d'avoir à disposition des microstructures sur lesquelles pourront être effectuées des modélisations numériques. Comme explicité dans la revue bibliographique, des méthodes s'appuient sur l'acquisition de microstructures expérimentales par EBSD [123–125], EBSD successifs [128, 129], ou DCT [126, 127]. Le processus de reconstruction associé à des étapes de nettoyage et le maillage sont bien généralement complexes [125] ce qui limite leur utilisation. Finalement le choix s'est plutôt porté sur la génération de microstructures numériques uni- et bi-modales car il s'agit d'un moyen efficace pour explorer les relations microstructures-propriétés sans la nécessité de posséder un matériau support. Ces mi-

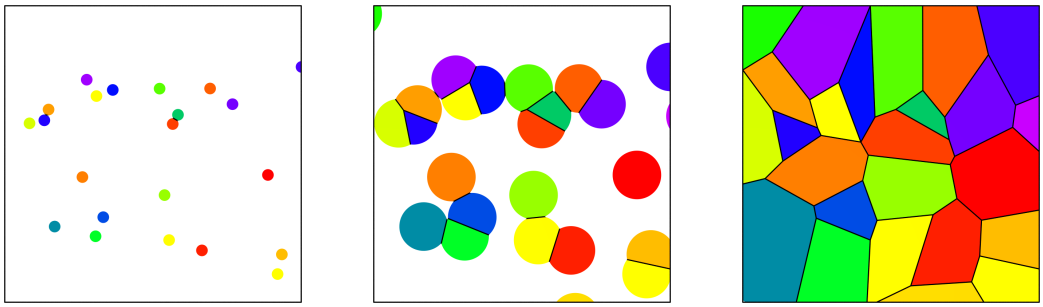
crostructures numériques ne sont certes pas représentatives de microstructures réelles mais elles présentent des morphologies de grains simples facilitant la mise en évidence des couplages et la modélisation peut également intervenir en amont de l'expérimentation pour se focaliser sur l'élaboration des matériaux qui semblent présenter le plus d'intérêt.

4.1.1. Algorithmes de génération

Avant toute description d'algorithmes, il est tout d'abord nécessaire de définir quelques notations mathématiques utilisées. Ces dernières sont issues des travaux de Quey *et al.* [142, 156] et Flipon *et al.* [143]. La tessellation est générée au sein d'un domaine spatiale $D \in \mathbb{R}^n$ de dimension n. Pour le cas d'un plan, $n = 2$, on travaille dans un domaine à 2 dimensions. Si l'on note un groupe de points E dans D, alors $E = \{G_i(\underline{x_i})\}$ avec G_i un germe et $\underline{x_i}$ son vecteur position associé. On définit également une distance $d^e(A, B)$ comme étant la distance euclidienne entre les points A et B. Pour la génération de microstructures numériques, différents algorithmes peuvent être utilisés et ces derniers sont présentés dans les parties suivantes.

Tessellation de Voronoï

La tessellation de Voronoï est la tessellation la plus simple, tous les germes débutent leur croissance au même instant et les fronts de croissance se propagent de manière isotrope à une vitesse constante [197] (*cf.* figure 4.1a). Lorsque deux fronts de croissance se rencontrent, ils forment ainsi une droite en 2D ou un plan en 3D (*cf.* figure 4.1b). Lorsque la croissance de tous les germes est terminée (*cf.* figure 4.1c), la tessellation est composée de polygones (en 2D) ou polyèdres (en 3D) convexes, dont chacun provient d'un germe. Cependant les différentes microstructures pouvant être générées grâce à cette tessellation sont relativement limitées car le seul moyen de contrôler la taille et la forme de grains est de jouer sur la position des germes.



(a) (b) (c)

FIGURE 4.1. – Visualisation du processus associé à la tessellation de Voronoï (a) initialisation des positions des germes, (b) croissance isotrope des germes à vitesses égales et (c) tessellation de Voronoï finale.

Dans le cas d'une tessellation de Voronoï, étant donné un ensemble de germes G_j, un cristal C_i issu d'un germe G_i est décrit par à la relation suivante :

$$C_i = \left\{ P(\underline{x}) \in D \quad \middle| \quad d^e(P, G_i) < d^e(P, G_j) \,, \quad \forall i \neq j \right\} \tag{4.1}$$

Le cristal C_i est alors défini comme l'ensemble des points $P(\underline{x})$ du domaine de vecteur position $\underline{x}$ pour lesquels la distance (en l'occurrence euclidienne) entre le point P et le germe G_i est inférieure à la distance entre le point P et tout autre germe.

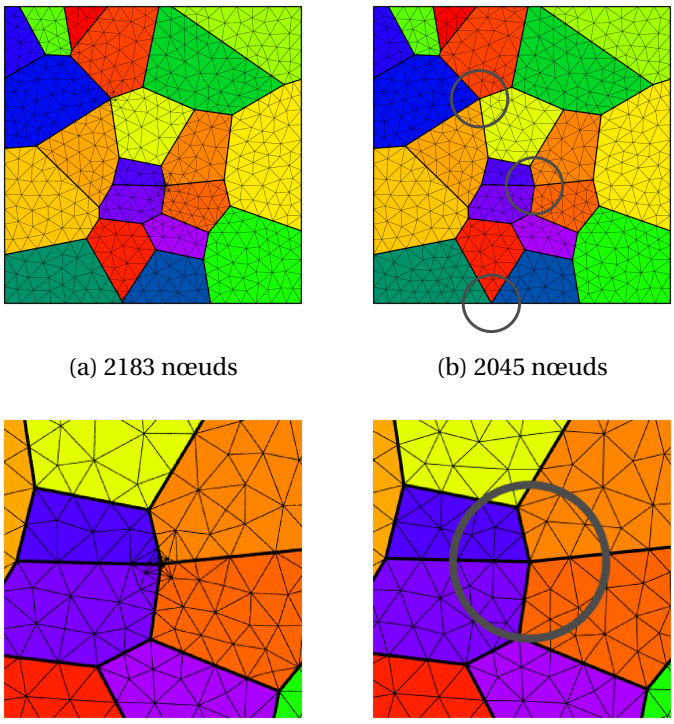
Dans le cas particulier d'une croissance de cristaux depuis l'état liquide avec une germination instantanée et une croissance isotrope à vitesse uniforme, les microstructures obtenues sont semblables à celles obtenues grâce à la tessellation de Voronoï. La tessellation de Voronoï semble alors être un algorithme adapté pour représenter l'échelle granulaire de certains alliages issus d'une solidification ou d'une recristallisation. Cette tessellation a notamment été utilisée dans certains travaux puis associée à un maillage éléments finis ou FFT [151, 198].

La microstructure ainsi générée doit être maillée de manière à pouvoir réaliser des calculs éléments finis. Cependant il peut arriver que certaines arêtes ou faces soient de faibles dimensions et conduisent à des éléments de mauvaise qualité en maillage libre (tétraédrique) ou alors à des raffinements excessifs dans le but de conserver une qualité d'élément suffisante. Il sera ainsi nécessaire de réaliser une étape de régularisation qui a été implémentée au logiciel Neper [142, 157]. Cette étape permet de supprimer ces arêtes et donc de limiter la quantité de nœuds et d'éléments. Les figures 4.2c et 4.2d présentent toutes deux la même tessellation 2D une fois maillée, avec cependant la présence d'une étape supplémentaire de régularisation pour la figure 4.2d, permettant de réduire le nombre de nœuds de 2183 à 2045. Cette étape de régularisation permet de diminuer le nombre de nœuds et cet impact est d'autant plus importante pour des microstructures 2D-extrudées et 3D. En 3D, elle apporte la robustesse de l'opération de maillage, elle réduit considérablement le temps de réalisation du maillage et elle permet réduire d'un facteur de l'ordre de 2 le nombre de nœuds [157].

Tessellation de Laguerre-Voronoï

La tessellation de Laguerre-Voronoï est basée sur une modification de la notion de distance. Bien que toujours isotrope, il est dorénavant possible d'ajouter un poids à chaque germe. Comme démontré dans l'article de R. Quey et T. Renversade [147], cet algorithme permet de reproduire des distributions de tailles de grains et de sphéricité en contrôlant la position des germes mais également des poids leur étant assignés. Ainsi on peut observer la différence entre une microstructure générée par l'algorithme de Voronoï (*cf.* figure 4.3a) et deux tessellations obtenues par l'algorithme de Laguerre-Voronoï (*cf.* figures 4.3b et 4.3c) dont les poids appliqués aux germes diffèrent entre les deux microstructures. Pour ces trois microstructures, les poids de chaque grain ont été représentées grâce à des disques.

Pour une tessellation de Laguerre-Voronoï, pour un ensemble de germes G_j auxquels sont assignés des poids w_j, un cristal C_i issu d'un germe G_i pour un poids w_i est décrit par à la relation suivante :



(a) 2183 nœuds (b) 2045 nœuds

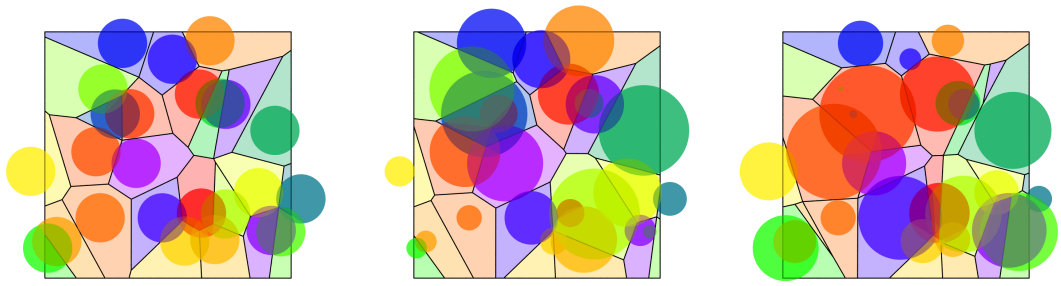
(c) (d)

FIGURE 4.2. – Exemple de génération de deux microstructures à 20 grains maillées (a) sans régularisation des petites arêtes et (b) avec régularisation localisées au niveau des cercles noirs. (c,d) Zoom respectivement réalisés sur les maillages (a) et (b) au niveau du cercle noir central. Tessellations réalisées grâce au logiciel Neper [157].

$$C_i = \left\{ P(\underline{x}) \in D \quad \middle| \quad d^e(P, G_i)^2 - w_i < d^e(P, G_j)^2 - w_j \ , \quad \forall i \neq j \right\} \tag{4.2}$$

Pour la tessellation de Laguerre-Voronoï, le cristal C_i est alors défini comme l'ensemble des points $P(\underline{x})$ du domaine de vecteur position $\underline{x}$ pour lesquels la distance entre le point P et le germe G_i à laquelle est retranchée le poids w_i associé au germe G_i, est inférieure à la distance entre le point P et tout autre germe à laquelle il faut soustraire le poids du germe considéré.

L'algorithme de Laguerre-Voronoï étant à présent décrit, ce dernier est ensuite appliqué à la génération de microstructures à distribution bimodale de tailles de grains dans le but de mettre en évidence les couplages entre les populations de grains (U)FG et CG et les mécanismes de déformation.



(a) (b) (c)

FIGURE 4.3. – Différence entre (a) tessellation de Voronoï et (b,c) tessellation de Laguerre-Voronoï avec différents poids associés, tessellations générées grâce au logiciel Neper [142, 157]. L'étape de régularisation donne lieu pour deux des trois cercles à un sommet commun pour 4 cellules.

4.1.2. Génération de microstructures bimodales

Méthode de génération conventionnelle d'après [20]

Les germes de la future matrice (U)FG sont générés à partir d'une simple grille (*cf.* figure 4.4a) puis ces positions sont randomisées (*cf.* figure 4.4b). Les germes des CG sont ensuite générés selon le même processus puis les distances entre germes (U)FG et CG sont calculées. Le contraste de tailles de grains $\mathcal{R}$ entre les deux populations de taille de grains étant un paramètre d'entrée, la taille de grains souhaitée pour les CG est connue. Ainsi tous les germes (U)FG sont supprimés pour une distance aux germes des CG inférieure au rayon des CG souhaité (*cf.* figure 4.4c). Une tessellation de Laguerre-Voronoï est ensuite réalisée (*cf.* figure 4.4d), à laquelle des poids différents sont attribués aux (U)FG (poids identiques pour tous les grains de la matrice et le rapport des poids (U)FG et CG correspond au contraste de tailles de grains $\mathcal{R}$ souhaité). La tessellation est finalement maillée (*cf.* figure 4.4e) de manière à pouvoir simuler son comportement mécanique.

Génération de microstructures bimodales à facteur d'échelle

Ces microstructures ont pour objectif de mettre en évidence l'influence du contraste de tailles de grains $\mathcal{R}$ sur les couplages entre les populations CG et (U)FG. Pour chaque contraste de tailles de grains souhaité, les dimensions des microstructures sont calculées à partir de la taille de grain(U)FG et de la fraction volumique de CG. Cette méthode offre la possibilité d'un meilleur contrôle des paramètres microstructuraux associés aux microstructures bimodales. Les grilles associées permettent ensuite de générer les positions des grains (U)FG (*cf.* figures 4.5b et 4.5e). Ces germes sont ensuite randomisés et ceux positionnés à une distance des germes des CG inférieure au rayon des CG souhaité sont ensuite supprimés (*cf.* figures 4.5c et 4.5f). Les tessellations de Laguerre-Voronoï peuvent donc être réalisées pour

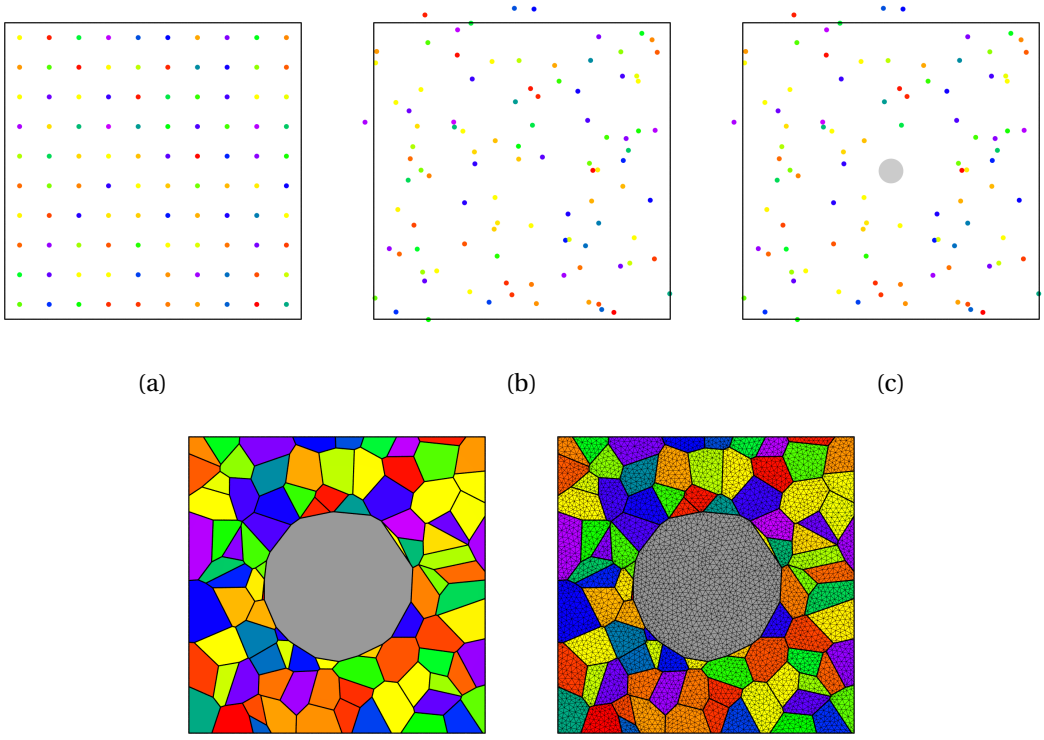


FIGURE 4.4. – Génération de microstructure à distribution bimodale de tailles de grains (d'après Flipon *et al.* [20]) : (a) génération des germes des grains de la matrice (U)FG grâce à une grille, (b) randomisation des germes autour de leur position initiale, (c) ajout des positions des CG et suppression des germes des grains de la matrice (U)FG dans un certain rayon autour du (ou des) germes des CG, (d) tessellation de Laguerre-Voronoï et (e) maillage de la tessellation précédemment obtenue.

chaque ensemble de germes (*cf.* figures 4.5d et 4.5g).

Génération de microstructures bimodales à maillage commun

Cette méthode de génération permet de représenter plusieurs microstructures par un même maillage. Ceci permet de comparer le comportement d'une microstructure bimodale à celui d'une microstructure unimodale qui aurait la même matrice (U)FG. La comparaison des comportements locaux est alors d'autant plus aisée que le maillage est commun aux deux microstructures.

La génération de ce type de microstructure débute de façon similaire à la génération de microstructures à distribution bimodale de tailles de grains conventionnelle (*cf.* partie 4.1.2). Les germes des (U)FG sont obtenus par randomisation de positions générées grâce à une

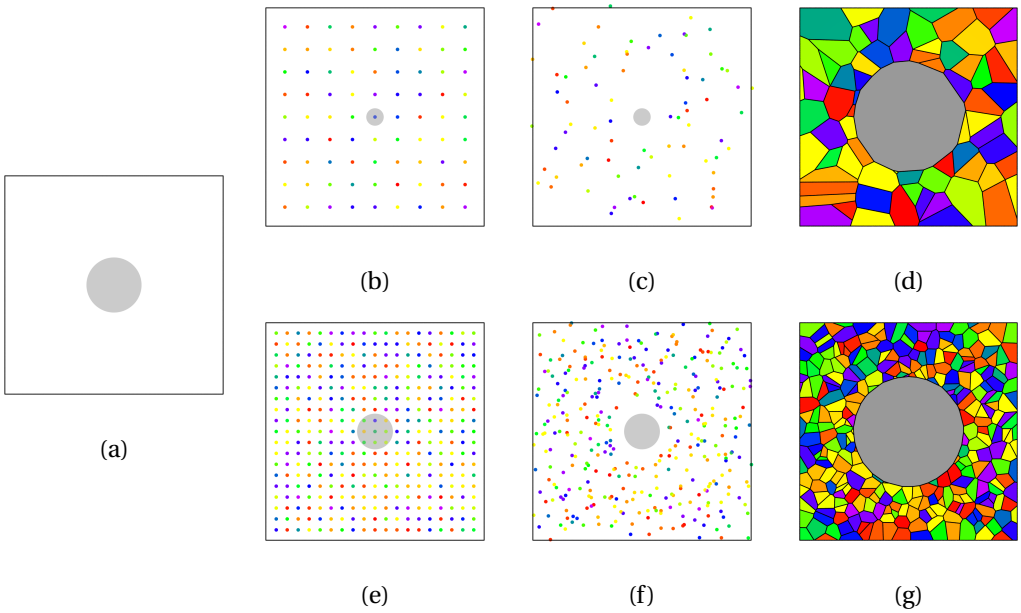


FIGURE 4.5. – Génération de microstructures à facteur d'échelle : (a) génération des germes des CG et calcul des dimensions du domaine pour que la fraction volumique des CG corresponde, (b,e) génération des germes des grains de la matrice (U)FG grâce à une grille pour les contrastes $\mathcal{R}$ souhaités, (c,f), randomisation des germes de la matrice (U)FG autour de leur position initiale et suppression des germes dans un certain rayon autour du (ou des) germes des CG (d,g) microstructures obtenues.

grille. L'objectif de cette génération particulière de microstructure est de rendre compte de l'impact direct du CG au sein d'une matrice (U)FG en générant deux microstructures pour lesquelles la matrice (U)FG est identique. Ainsi, pour que cette comparaison soit plus aisée, il est préférable que les deux microstructures aient le même maillage. Deux tessellations sont alors réalisées, la première composée uniquement de la matrice (U)FG telle qu'elle existerait sans la présence du ou des CG (*cf.* figure 4.6b) et la seconde correspondant à la microstructure bimodale souhaitée incluant tous les CG (*cf.* figure 4.6f). Pour qu'un seul maillage puisse représenter les deux microstructures, il est alors nécessaire de pouvoir regrouper les informations des deux tessellations au sein d'une seule microstructure. Ainsi les joints de grains des différents CG sont ajoutés au sein des grains de la matrice (U)FG grâce à une tessellation dite multi-échelles, les joints de grains du CG sont représentés en blanc (*cf.* figure 4.6c). La tessellation est ensuite maillée puis les différentes propriétés matériaux sont finalement affectées, selon l'appartenance de l'élément à la matrice (U)FG ou à la population de CG (*cf.* figures 4.6d et 4.6g).

La génération des différentes tessellations au sein de ce processus ne doit pas faire intervenir d'étape de régularisation, cette étape pourrait modifier la position des joints de grains et conduire à une matrice (U)FG différente entre la microstructure unimodale et la micro-

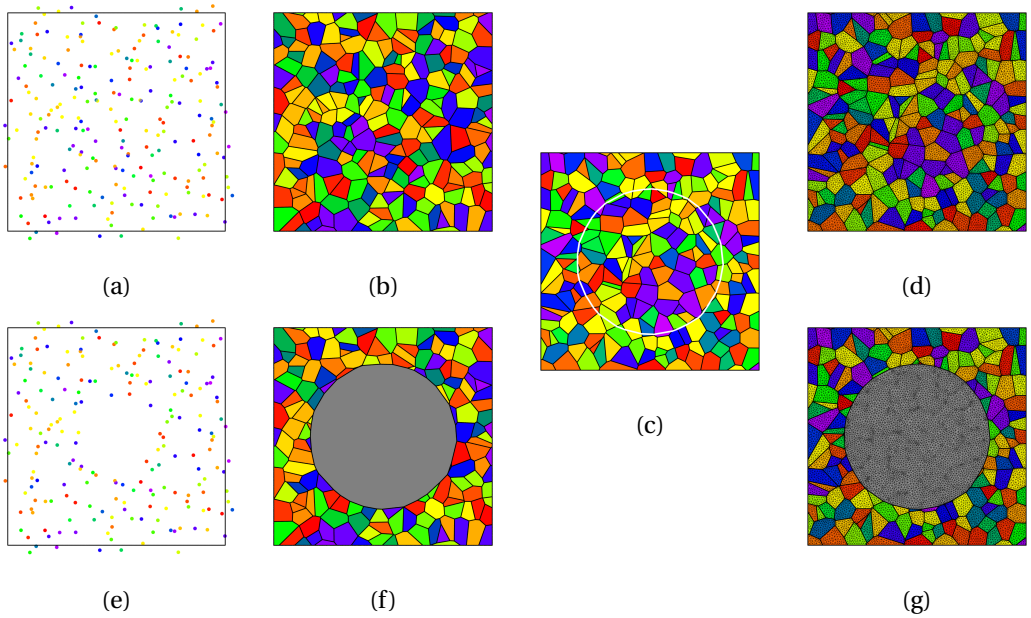
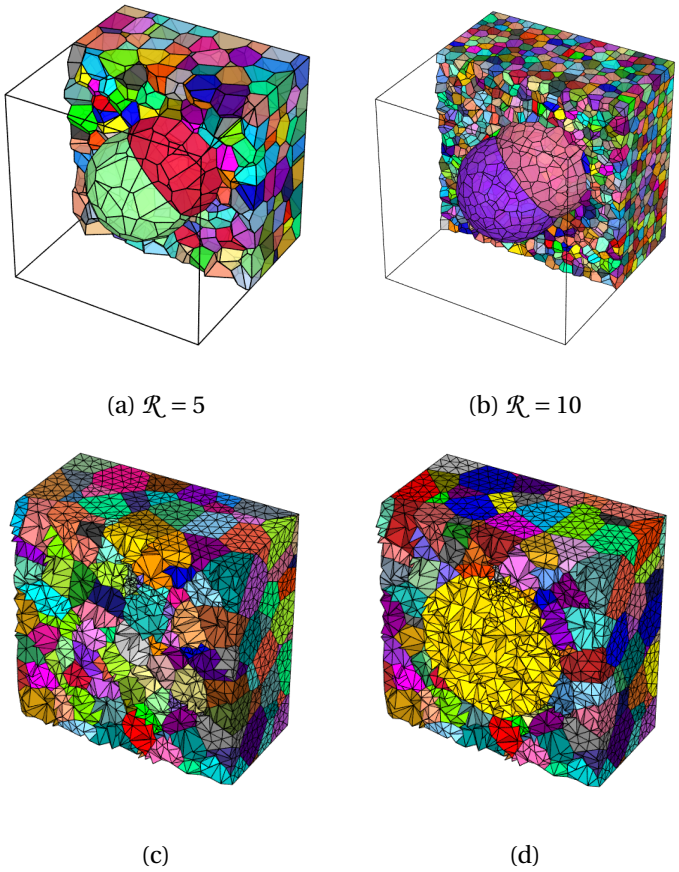


FIGURE 4.6. – Génération de microstructures bimodales à maillage commun : (a) Position des germes des grains de la matrice (U)FG, (b) Tessellation de Laguerre-Voronoï associée pour la matrice (U)FG, (c) Tessellation multi-échelles intégrant les joints des CG au sein des grains de la matrice (U)FG, (d) Maillage et attribution des propriétés aux grains pour obtenir une microstructure unimodale (U)FG, (e) Position des germes des grains de la matrice (U)FG avec suppression des germes dans un certain rayon équivalent au rayon souhaité pour les CG, (f) Tessellation de Laguerre-Voronoï pour le matériau contenant la matrice (U)FG et les CG et (g) Attribution des propriétés aux grains de manière à obtenir un matériau bimodal à un CG.

structure bimodale. Ainsi pour éviter tout problème de raffinement excessif du maillage, la tessellation ne doit pas comporter d'arêtes ou de faces de petites dimensions. Le choix de la méthode d'optimisation s'est alors tourné vers un algorithme génétique plutôt qu'à la création erratique de microstructures jusqu'à obtenir un maillage convenable. De manière à limiter le temps de traitement, l'optimisation sera uniquement réalisée sur les tessellations sans la réalisation du maillage. Pour de plus amples informations, cet algorithme est décrit en annexe A.1.

Ces différentes méthodes de génération bien qu'illustrées pour des microstructures 2D-extrudées permettent également de générer des microstructures 3D avec un ou plusieurs CG. Des exemples de microstructures 3D bimodales à facteur d'échelle sont présentés en figures 4.7a et 4.7b. Deux autres exemples portent sur les microstructures 3D à maillage commun en figures 4.7c et 4.7d.



(a) $\mathcal{R} = 5$ (b) $\mathcal{R} = 10$

(c) (d)

FIGURE 4.7. – Exemples de microstructures bimodales 3D (a,b) à facteur d'échelle avec 2 CG et (c,d) à maillage commun avec un seul CG.

4.2. Lois de comportement en plasticité cristalline

Une fois les microstructures numériques définies, il est nécessaire d'affecter un modèle de comportement au matériau. Pour les agrégats polycristallins, plusieurs possibilités sont envisageables. Il est alors nécessaire de sélectionner la méthode la plus appropriée et la plus pertinente pour rendre compte des mécanismes de déformation et des couplages entre populations (U)FG et CG.

Une première possibilité consiste à traiter chaque population de taille de grains comme une phase à part entière à laquelle est attribuée des propriétés mécaniques effectives (isotropes et homogènes). Cette modélisation, dite macro-homogène, permet alors, pour des fractions volumiques de CG modérées (inférieures à 20%), d'accéder aux propriétés macroscopiques pour un temps de calcul relativement limité [21]. Concernant la répartition spatiale des contraintes, cette modélisation permet d'obtenir des zones de sous- et de surcontrainte caractéristiques du comportement des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains. Toutefois l'hété-

rogénéité des contraintes et des déformations est largement sous-estimée car elle ne provient ni de l'orientation cristallographique ni de leur morphologie mais simplement du contraste de propriétés.

Ainsi la plasticité cristalline en champs complets permet de prendre en compte chaque grain constituant l'agrégat polycristallin de manière indépendante, avec son orientation cristallographique ainsi que ses propriétés mécaniques. Il semble que la prise en compte de ses caractéristiques soit nécessaire de manière à mieux représenter les hétérogénéités locales de comportement au sein du matériau considéré.

Pour plus d'information, la justification du choix de la plasticité cristalline est expliquée dans les travaux de thèse de B. Flipon [21] et dans l'article de Flipon *et al.* [20].

4.2.1. Modèle de plasticité cristalline

Parmi les modèles locaux, c'est le modèle de Méric-Cailletaud [168, 169, 199] qui a été choisi. Ce modèle de description de l'écrouissage repose sur une approche phénoménologique et permet de transposer le modèle macroscopique de Chaboche [200] à l'échelle des systèmes de glissement d'un monocristal [199] et le glissement sur chaque système dépend du facteur de Schmid. Cette formulation repose sur l'hypothèse des petites perturbations et n'est donc valable qu'aux faibles niveaux de déformation ($\leq 5\%$).

Le modèle de Méric-Cailletaud est couramment utilisé pour la simulation de problèmes mécaniques [20, 201, 202], permettant ainsi d'accéder aux comportements à des échelles locales, et ce, pour des temps de calcul relativement limités en comparaison aux modèles non locaux. Un des avantages significatifs de ce modèle repose également sur son faible nombre de paramètres dépendant du matériau, en opposition aux modèles quasi-physiques, ce qui facilite l'identification des différents paramètres.

Le comportement viscoplastique décrit par l'équation 4.3 est composé d'une terme liant la vitesse de glissement plastique ($\dot{\gamma}^s$), d'un système de glissement donné s, à sa cission résolue critique ainsi qu'aux termes d'écrouissages isotrope (r^s) et cinématique (x^s). Le glissement plastique sur le système s débute lorsque sa cission résolue τ^s, calculé à partir du tenseur de Schmid (m^s) et du tenseur des contraintes macroscopiques (σ) (*cf.* équation 4.4), atteint une valeur critique τ_c^s.

$$\dot{\gamma}^s = \left(\frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right)^n sign(\tau^s - x^s) \tag{4.3}$$

Dans cette équation, les termes K et n permettent de décrire le comportement visqueux du matériau à travers une loi de type Norton. La cission résolue sur un système de glissement s est définie par l'équation 4.4.

$$\begin{aligned} \tau^s &= m^s : \sigma \\ m^s &= \frac{1}{2} \left[\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s \right] \end{aligned} \tag{4.4}$$

Dans cette dernière équation, $\underline{n}^s$ et $\underline{l}^s$ représentent respectivement la normale au plan de glissement ainsi que la direction de glissement.

L'écrouissage isotrope est décrit par l'équation 4.5 avec p la déformation plastique cumulée. A l'échelle des systèmes de glissement, le terme r_0 correspond à la cission critique résolue initiale tandis que les coefficients Q et b permettent de décrire respectivement la saturation ainsi que la non-linéarité de l'écrouissage. h^{su} est une matrice décrivant les différentes interactions pouvant exister entre les systèmes de glissement. Cette équation permet ainsi de lier l'écrouissage isotrope d'un système s à l'écrouissage des autres systèmes u.

$$\begin{gathered} r^s = r_0 + Q \sum_{u=1}^{N} h^{su} \left(1 - e^{-bp^u}\right) \\ \text{avec} \quad \dot{p}^u = \left|\dot{\gamma}^u\right| \end{gathered} \tag{4.5}$$

L'écrouissage cinématique x^s est décrit par l'équation suivante 4.6, au sein de laquelle x^s est défini sur chaque système de glissement s représentant ainsi les interactions à plus longue distance entre les dislocations et la microstructure [3].

$$\begin{gathered} x^s = C\alpha^s \\ \text{et} \quad \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - D\dot{p}^s\alpha^s \end{gathered} \tag{4.6}$$

De manière à simplifier l'identification des paramètres, considérant, dans un premier temps uniquement des chargements monotones, l'écrouissage cinématique x^s n'est pas nécessaire et sera considéré comme nul.

Le modèle de Méric-Cailletaud ainsi décrit ne comporte aucun terme permettant de reproduire l'effet de taille de grains. Il est nécessaire de modifier ces équations de manière à ce qu'elles intègrent une longueur interne permettant ainsi de répondre à la problématique visant à simuler le comportement de matériaux à distribution bimodale de tailles de grains. Il existe ainsi plusieurs possibilités pour définir cette longueur interne ; elle peut être basée sur la taille du grain considéré ou correspondre à une distance au joint de grain. La méthode la plus simple permettant de prendre en compte la dépendance à la taille de grains sur la contrainte d'écoulement est l'ajout d'un terme de type Hall-Petch au sein de la relation de l'écrouissage isotrope. Cette modélisation a notamment été utilisée dans les travaux de thèse de B. Flipon [21] mais également dans d'autres études issues de la littérature [19, 186]. Ainsi l'équation 4.7 comporte un terme traduisant une augmentation de la cission résolue critique initiale en fonction de la taille de grain avec : k^* un coefficient d'écrouissage constant dépendant du matériau d'étude et d une longueur interne.

$$\begin{gathered} r_{gs}^s = R_0^* + Q \sum_{u=1}^{12} h^{su} \left(1 - e^{-bp^u}\right) \\ \text{avec} \quad R_0^* = r_0^* + \frac{k^*}{\sqrt{d}} \end{gathered} \tag{4.7}$$

Ainsi le terme r_0^* représente la cission résolue critique d'un grain de taille infinie.

Cette longueur interne peut correspondre à une taille de grains équivalente, cette dernière est estimée en considérant les grains comme cylindriques dans le cas des microstructures 2D-extrudées ou sphériques dans le cas des microstructures 3D.

La longueur interne peut aussi être représentée par la distance au joint de grain le plus proche, comme adopté dans les travaux de S. Lefebvre [187]. Ainsi la contrainte d'écoulement sera modifiée par l'ajout d'un terme de type Hall-Petch traduisant le durcissement local lié aux GND à proximité des joints de grains. Cette méthode a été développée au cours des travaux de thèse de B. Flipon [21]. Une analyse détaillée de l'effet du choix de la longueur interne sur le comportement à différentes a été effectué dans [203]. La méthode calcul a été améliorée de manière à réduire le temps de calcul.

On précisera cependant qu'un raffinement de maillage pourrait conduire à une cission résolue critique qui tendrait vers l'infini. Pour pallier à ce problème, une distance limite aux joints de grains d_{seuil} a été appliquée, au-delà de cette distance, on considère que l'augmentation de la cission résolue critique n'a plus de sens physique et n'est donc pas considérée (*cf.* équation 4.8).

$$R_0^* = r_0^* + \frac{k^*}{max\left(\sqrt{d}, \sqrt{d_{seuil}}\right)} \tag{4.8}$$

Pour ces deux longueurs internes, la modélisation est radicalement différente. Si la longueur interne représente une taille de grains équivalente, alors le durcissement sera homogène par grain. En revanche, si la longueur interne correspond à la distance au joint de grain le plus proche, alors le comportement est différent d'un élément à l'autre, quand bien même les éléments appartiennent au même grain.

4.2.2. Paramètres matériau

Processus d'identification

De manière à pouvoir rendre compte du comportement mécanique des microstructures numériques d'étude, il est initialement nécessaire d'identifier les paramètres matériau associés aux lois matériau utilisées. Cette identification de paramètres doit alors être réalisée de façon à reproduire un comportement proche de la réalité. Ainsi on décrira au sein de cette partie, de manière brève, la démarche ayant été suivie pour identifier les paramètres du modèle de Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grains. Pour cela l'identification s'effectuera en deux temps, une première identification des paramètres ne traduisant pas les effets de taille de grains, puis une seconde identification concernant les paramètres du terme de type Hall-Petch.

La première hypothèse suggère que le matériau étudié possède une élasticité isotrope, ce qui conduit au choix des paramètres d'élasticité généralement associés à un acier inoxydable austénitique :

- Module de Young : $E = 200$ GPa,

- Coefficient de Poisson : $\nu = 0,3$.

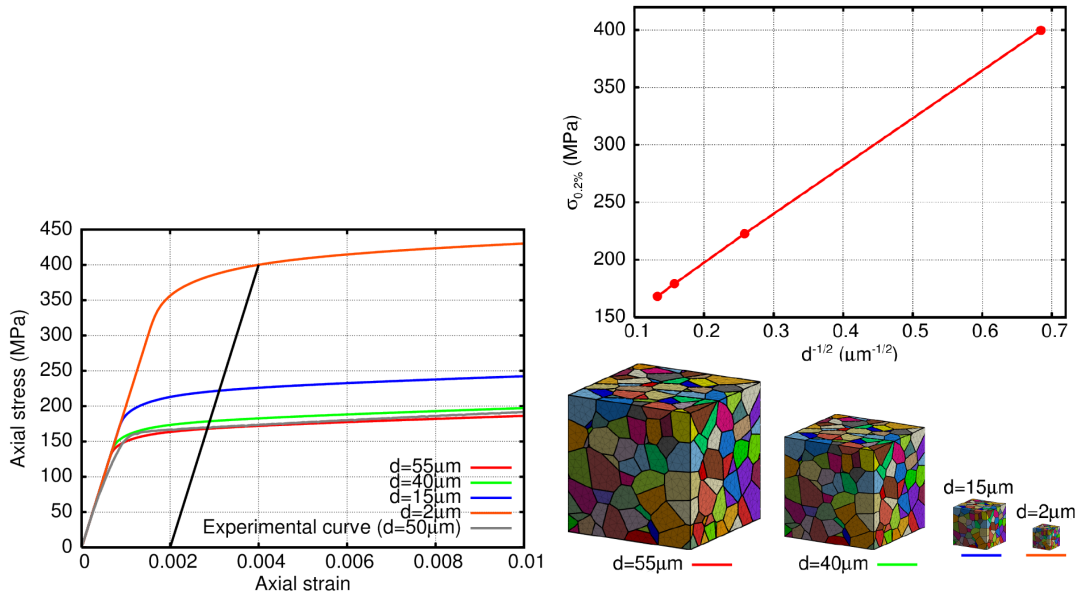
Au sein du modèle de Méric-Cailletaud, les paramètres Q, b, h^{su}, K et n sont communs à tous les grains quelle que soit la taille du grain considéré. Les paramètres Q et b décrivant la saturation de l'écrouissage isotrope, ces derniers ont été identifiés grâce à une courbe de traction expérimentale obtenue à l'aide d'un essai de traction monotone sur une éprouvette d'acier 316L avec une taille de grains de 50 microns (très faible durcissement lié à la taille de grains). Le comportement visqueux du matériau est décrit par une loi de Norton via les paramètres K et n qui ont été fixés de manière à limiter la sensibilité du modèle à la vitesse de déformation.

Une fois les paramètres n'intervenant pas dans l'effet de taille de grains identifiés, il est alors nécessaire d'identifier les paramètres propres au terme de type Hall-Petch présent au sein des équations de l'écrouissage isotrope (*cf.* équation 4.7). Ce terme nécessite l'identification de deux paramètres matériau : k^* qui est un coefficient d'écrouissage et d_{gs} qui correspond à la taille du grain considéré. Comme mentionné précédemment, de manière à faciliter le calcul de la taille de grain, les grains sont considérés comme cylindriques dans le cas des microstructures 2D-extrudées ou sphériques dans le cas des microstructures 3D. L'identification du paramètre k^* est présenté en figure 4.8, elle a été réalisée grâce aux valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ obtenues par simulation numérique d'agrégats polycristallins pour quatre tailles de grains (*cf.* figure 4.8a). Le paramètre k^* correspond à la pente du graph de Hall-Petch obtenue par régression linéaire présentée en figure 4.8b.

L'identification des paramètres du modèle de Méric-Cailletaud a été réalisée au cours des travaux de thèse de B. Flipon, cette identification est détaillée au sein de son manuscrit [21].

Paramètres matériau identifiés sous chargement monotone

Les paramètres matériau ont été identifiés sous chargement monotone lors de travaux antérieurs [21], ils sont présentés dans différents tableaux selon la modification qui a été apportée au modèle de Méric-Cailletaud 4.1 et 4.2. Les paramètres de la matrice d'interactions h^{su} proviennent du travail de Méric *et al.* sur du cuivre monocristallin [204]. De plus, l'influence de ces paramètres est supposée secondaire par rapport à celle de la distribution de tailles de grains.



(a) (b)

FIGURE 4.8. – Processus d'identification de k^* : (a) Courbes macroscopiques de polycristaux numériques permettant la détermination de $\sigma_{0,2\%}$ et (b) Graphe de Hall-Petch établi grâce aux $\sigma_{0,2\%}$ et tailles de grains des microstructures numériques présentées. La pente de ce graphe correspond au paramètre k^*, la valeur obtenue est comparée à la valeur expérimentale pour valider l'identification (d'après [21]).

Paramètres d'élasticité					
E (GPa)			ν		
200			0,3		
Termes viscoplastique globaux					
	Q (MPa)	b	K (MPa.s$^{\frac{1}{n}}$)	n	
	10	9,06	9	24	
h_{SH} h_1	h_{CP} h_2	h_{HL} h_3	h_{CS} h_4	h_{GJ} h_5	h_{LC} h_6
1,00	4,40	4,75	4,75	4,75	5,00
Termes viscoplastique locaux					
d_g (μm)		r_0^* (MPa)		k^* (MPa.μm$^{-1/2}$)	
propre au grain		34,3		200	

TABLEAU 4.1. – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains.

Paramètres d'élasticité					
E (GPa)			ν		
200			0,3		
Termes viscoplastique globaux					
	Q (MPa)	b	K (MPa.s$^{\frac{1}{n}}$)	n	
	10	9,06	9	24	
h_{SH}	h_{CP}	h_{HL}	h_{CS}	h_{GJ}	h_{LC}
h_1	h_2	h_3	h_4	h_5	h_6
1,00	4,40	4,75	4,75	4,75	5,00
Termes viscoplastique locaux					
d_{gb} (μm)		r_0^* (MPa)		k^* (MPa.μm$^{-1/2}$)	
propre à l'élément		34,3		70	

TABLEAU 4.2. – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec un effet de distance aux joints de grains.

4.3. Raffinement de maillage et conditions aux limites

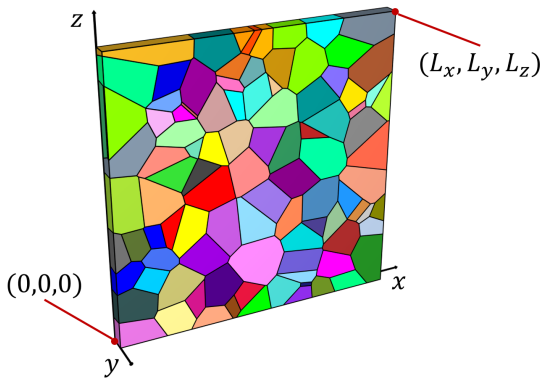
Des éléments finis tétraédriques quadratiques à intégration complète (c3d10) ont été utilisés dans le cadre de ces travaux de thèse pour mailler les différentes microstructures issues des tessellations. L'étude de convergence a été réalisée au cours de travaux précédents permettant d'obtenir des résultats macroscopiques sans effet de maillage et conduisent à une représentation fine des champs à l'échelle intergranulaire.

Au cours de ses travaux de thèse, B. Flipon a été amené à simuler le comportement de polycristaux 3D et 2D-extrudés [21]. Les conditions aux limites imposées aux microstructures 3D sont similaires à celles d'un essai de traction simple. Toutefois les microstructures 2D-extrudées représentent une tranche d'une microstructure 3D, et dans ce cas, le nombre de grains n'est plus représentatif dans l'épaisseur de la tranche ce qui requiert l'ajout d'une contrainte cinématique sur les deux surfaces normales à l'épaisseur. Cette condition correspond à un déplacement normal à la face qui doit rester uniforme en tous points de la face (Multiple Points Constraint – MPC).

Dans le cadre des travaux présentés au sein de ce manuscrit, les polycristaux 2D-extrudés ont également été soumis à des tractions biaxiales et à du cisaillement. Les conditions aux limites ayant été utilisées pour une traction simple ont été adaptées aux autres chargements. Les caractéristiques de ces différentes conditions aux limites sont données dans le tableau 4.3 et peuvent être interprétées grâce à la figure 4.9.

	Traction simple	Traction biaxiale	Cisaillement
$x = 0, y = 0$ et $z = 0$	Déplacement bloqué en x, y		
$x = 0, y = 1$ et $z = 0$	Déplacement bloqué en y		
$x = 0$	MPC		
$x = L_x$	MPC		
$y = L_y$	/	Déplacement imposé en y	/
$z = 0$	Déplacement bloqué en z		
$z = L_z$	Déplacement imposé en z		Déplacement imposé en y

TABLEAU 4.3. – Conditions aux limites appliquées aux microstructures 2D-extrudées pour les différents chargements.



(a)

FIGURE 4.9. – Coordonnées des nœuds au sein d'une microstructure pour l'application des conditions aux limites.

4.4. Synthèse

Au sein de ce chapitre, différents algorithmes de génération de microstructures à distribution bimodale de tailles de grains ont été détaillés. Ces microstructures numériques ont pour objectif de permettre l'étude des couplages entre populations de tailles de grains (U)FG et CG dans un cadre simplifié. Les algorithmes permettent de contrôler les positions des CG pour faire varier leur fraction volumique ou le contraste de tailles de grains.

En comparaison, les microstructures expérimentales présentent des morphologies de grains plus complexes, et, selon leur mode d'élaboration, peuvent également contenir des oxydes ou des porosités rendant l'étude du couplage entre populations de tailles de grains plus complexe à cause de la présence d'autres phénomènes. Des processus additionnels pourront par la suite être appliqués à ces microstructures numériques pour les rendre plus représentatives de microstructures expérimentales.

Une fois les microstructures numériques générées, elles sont ensuite maillées puis des pro-

priétés mécaniques sont affectées aux éléments. Le choix s'est porté sur le modèle de Méric-Cailletaud pour son faible nombre de paramètres et les temps de calculs relativement limités en comparaison aux approches non locales. Pour prendre en compte l'effet de taille de grains dans le comportement mécanique de chaque grain, le modèle de Méric-Cailletaud a été modifié via l'ajout d'un terme de type Hall-Petch pour la définition de la cission résolue critique. Les résultats de ces calculs seront analysés par la suite grâce à différents outils, dont le fonctionnement est décrit au sein du chapitre suivant. Pour compléter cette description, ces outils seront appliqués à des microstructures uni- et bi-modales pour établir des résultats caractéristiques avant leur application à des microstructures plus complexes.

English below

In this chapter, different algorithms to generate bimodal microstructures have been presented. These algorithms allow to control positions of the CGs, their volume fraction and the GS contrast. This type of microstructure will be used to study the couplings between (U)FG and CG populations.

In comparison to numerical microstructures, experimental ones are far more complex (grain boundaries geometry) and may also contain oxides or porosities if elaborated through powder metallurgy. In order to make numerical microstructures more representative, additional processes could be applied to the microstructure to add new features such as oxides, porosities or grain boundaries.

Once the microstructures are generated, they are meshed and mechanical properties are attributed to the elements of the mesh. Méric-Cailletaud crystal plasticity model was chosen for its low number of parameters and the relatively limited computation time with respect to non-local approaches. This model has been modified to consider the grain size strengthening through the definition of the critical resolved shear stress. Finite element results will be investigated through different numerical tools and their operation will be detailed in the following chapter. To complete their description, typical results will be presented from uni- and bi-modal microstructures.

5
Outils d'analyse

A partir de microstructures uni- et bi-modales simples, dont la génération est détaillée dans le chapitre précédent, ce chapitre permet de définir des outils d'analyse spécifiques à l'étude des matériaux polycristallins et de souligner les différences de comportement en lien avec la distribution de tailles de grains. Ce chapitre décrit leur application dans le cadre de microstructures simplifiées. Il permet de mettre en évidence des premières modifications de comportement caractéristiques qui seront ensuite analysées en détails dans les chapitres suivants.

Sommaire

6.1. Polycristaux unimodaux **124**
6.1.1. Comportement mécanique en traction monotone 125
6.1.2. Champs locaux 125
6.1.3. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 128
6.2. Microstructures bimodales à un CG central **133**
6.2.1. Comportement en traction monotone 134
6.2.2. Comportement par population de tailles de grains 135
6.2.3. Etude des distributions 136
6.2.4. Champs de déformations et contraintes 139
6.2.5. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 142
6.3. Analyses de microstructures complexes **145**
6.3.1. Comportements en traction monotone 146
6.3.2. Répartition spatiale des déformations et contraintes 147
6.3.3. Comportement par population de tailles de grains 150
6.3.4. Evolution des moments des distributions 154
6.3.5. Variabilité des comportements des CG 155
6.3.6. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 157
6.4. Synthèse **162**

5.1. La nécessité de développer des nouveaux outils d'analyses

Les modèles de plasticité en champs complets permettent de prendre en compte indépendamment chaque grain par son orientation cristallographique, sa géométrie et sa position dans l'agrégat. Les champs obtenus présentent des hétérogénéités locales rendant complexe

le traitement des différents résultats de simulation. De plus, ces résultats peuvent également être traités à différentes échelles, de manière macroscopique (sur l'ensemble du polycristal), de manière mésoscopique (sur une certaine partition du polycristal), à l'échelle microscopique qui correspond à l'échelle des grains, ou finalement à l'échelle locale représentée par les éléments.

Pour effectuer une première mise en évidence de l'influence de la bimodalité sur les comportements macroscopiques et locaux observés, deux microstructures sont employées, l'une unimodale et l'autre bimodale à un CG central. Ces deux microstructures possèdent un maillage commun, établi grâce au processus présenté au cours du chapitre précédent (*cf.* section 4.1.2). Au-delà du maillage, les populations de grains (U)FG sont également communes aux deux microstructures.

La figure 5.1 propose une analyse comparative des comportements de ces deux polycristaux sur la base des analyses généralement réalisées dans le cadre de simulation numérique. Pour ces deux microstructures, les comportements en traction monotone sont représentés en figure 5.1a et permettent de constater la réduction de l'état de contrainte liée à l'introduction d'un CG dans une matrice (U)FG. Ces comportements moyens sont accompagnés des distributions de déformation (*cf.* figure 5.1b) et de contraintes axiales (*cf.* figure 5.1c) locales (moyennées par élément) pour 1% de déformation totale. Au-delà des comportements en traction monotone, les distributions de déformation et de contraintes associées à la microstructure bimodale présentent des valeurs faibles au regard de celles illustrées pour la microstructure unimodale (U)FG. Pour les déformations élevées, la densité de probabilité correspondant à la microstructure bimodale est significativement plus élevée que celle de l'unimodale. L'ensemble des distributions semble ainsi être affectée par le caractère bimodal de la distribution de tailles de grains. Ceci permet alors de s'interroger sur plusieurs points. Comment comparer efficacement plusieurs distributions entre elles ? Comment décrire l'évolution d'une distribution au cours du chargement ?

Pour le même niveau de déformation considéré pour les distributions, les champs de déformation axiale (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) et de contrainte axiale (*cf.* figures 5.1f et 5.1g) sont présentés. Pour une population (U)FG identique, l'étude de ces champs permet, à première vue, de remarquer la modification des phénomènes de localisation due à la présence du CG. Concernant les déformations, des valeurs faibles sont observables à la verticale du CG et des valeurs plus élevées au sein de bandes orientées à $\pm 45°$ prenant pour origine le CG. Pour les contraintes, des valeurs de contraintes basses sont également observées à la verticale du CG mais la répartition des valeurs hautes ne correspond pas à celle des déformations. Ces contraintes élevées sont positionnées à l'équateur du CG. La modification de la répartition des déformations et des contraintes soulève deux questions supplémentaires. Comment quantifier l'intensité et la répartition spatiale des phénomènes de localisation ? Comment décrire l'influence du CG sur la répartition spatiale des déformations et des contraintes ?

Pour expliquer l'influence du CG au sein de la matrice (U)FG, il semble nécessaire de s'intéresser aux phénomènes locaux, leur intensité comme leur répartition spatiale et ce de ma-

nière quantitative. Différents outils ont été ainsi développés dans l'objectif de répondre à ces différentes questions.

Parmi tous ces outils, nous ne retenons dans le corps du texte que ceux qui ont in fine été utilisés pour les analyses de la plasticité présentées dans ce manuscrit. Les autres ont été décrits en annexe. On notera en particulier que la notion de taux d'agrégation est présentée en annexe A.2 et permet de caractériser le niveau d'agrégation des CG au sein d'une microstructure. Cette proportion originale semble prometteuse mais la durée limitée de cette thèse n'a pas permis son exploitation. Cela pourra faire l'objet d'analyses dans le futur.

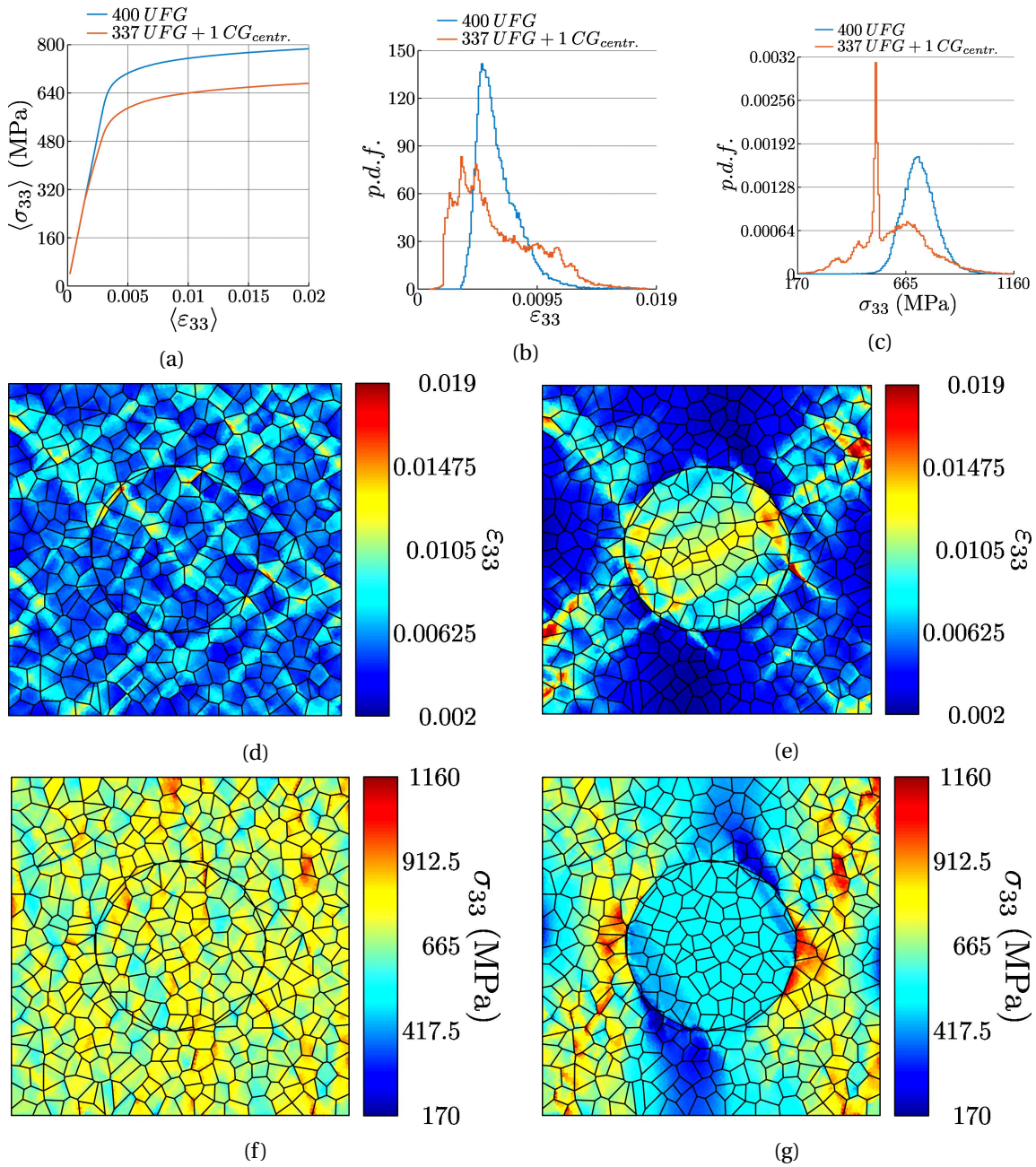


FIGURE 5.1. – Analyse de l'effet d'insertion d'un CG au centre d'un polycristal (U)FG : (d,f) le polycristal unimodal (U)FG et à droite (e,f) son correspondant bimodal avec le même maillage et la même microstructure de matrice (U)FG (les polyèdres à l'intérieur du CG reçoivent la même orientation cristallographique de telle sorte à constituer le CG). Ils sont soumis à une déformation axiale verticale de 1%. (a) courbes de traction macroscopiques, (b,c) distribution de déformation et contrainte (respectivement) axiales (moyennées par élément). (d,e) et (f,g) présentent respectivement les champs de déformation et de contrainte.

5.2. Description des outils numériques

La présentation de premiers résultats numériques a permis de mettre en évidence la modification des déformations et des contraintes (valeurs et répartition spatiale) due à la présence du CG. Pour mettre en évidence les interactions entre les populations (U)FG et CG, il est nécessaire de développer des outils capables de mieux comparer les distributions entre elles et de caractériser la répartition spatiale des déformations et contraintes au sein des microstructures. De plus l'utilisation d'une modélisation à champs complets nous permet également d'étudier l'impact de l'agrégation des CG sur la répartition des déformations et des contraintes, phénomène qui ne serait pas observable avec un modèle macro-homogène.

5.2.1. Moments des distributions

La comparaison de résultats issus de simulations numérique fait généralement appel à des distributions comme les figures 5.1b et 5.1c. Pour faciliter cette opération, ces distributions sont généralement résumées à une ou deux valeurs qui sont généralement la moyenne (ou la médiane) et l'écart-type (ou la variance). Plutôt que de comparer des distributions dans leur ensemble, les moments permettent de résumer les distributions et de rendre cette comparaison plus aisée.

Description des moments

Les distributions sont généralement résumées par le moment d'ordre 1 (μ) et d'ordre 2 centré (μ^2), plus couramment appelés moyenne et variance dont les valeurs se calculent de la manière suivante :

$$\mu_X = \mathbb{E}(X) \tag{5.1}$$

$$\mu_X^2 = var(X) = \sigma_X^2 = \mathbb{E}\left(X^2\right) - \mathbb{E}(X)^2 \tag{5.2}$$

Où $\mathbb{E}$ et σ représentent respectivement l'espérance et l'écart-type d'une variable aléatoire.

Il existe aussi d'autres descripteurs permettant une analyse plus approfondie des distributions à travers l'emploi des moments d'ordres plus élevés. On se restreindra dans ce manuscrit à l'étude des moments d'ordre 3 et 4 ayant pour noms respectifs l'asymétrie $\tilde{\mu}^3$ et le kurtosis $\tilde{\mu}^4$. Pour faciliter la compréhension, le signe de l'asymétrie est représenté en figure 5.2a pour différentes distributions et différentes valeurs de kurtosis sont illustrées en figure 5.2b. L'asymétrie traduit l'équilibre entre les queues de la distribution. En d'autres termes, un coefficient d'asymétrie nul décrit une distribution symétrique, un coefficient d'asymétrie positif indique que la distribution comporte des valeurs étalées vers les grandes valeurs (*cf.* figure 5.2a). Le kurtosis traduit la représentativité des queues de la distribution en comparaison au reste de la distribution. Pour exemple, une distribution normale est caractérisée par une valeur de kurtosis égale à 0, une distribution de Laplace par une valeur de 3 et une distribution uniforme par une valeur de $-1,2$ (*cf.* figure 5.2a).

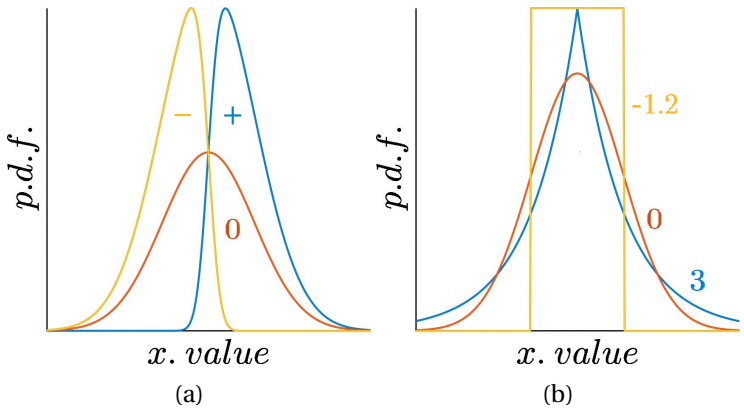


FIGURE 5.2. – Exemples de distributions et influence sur les valeurs des moments d'ordre 3 et 4 : (a) signe de l'asymétrie et (b) valeurs caractéristiques de kurtosis.

L'asymétrie ($\tilde{\mu}^3$: moment centré réduit d'ordre 3) et le kurtosis ($\tilde{\mu}^4$: moment centré réduit d'ordre 4) sont calculés, pour une variable aléatoire X de moyenne μ et d'écart-type σ par les équations 5.3 et 5.4 :

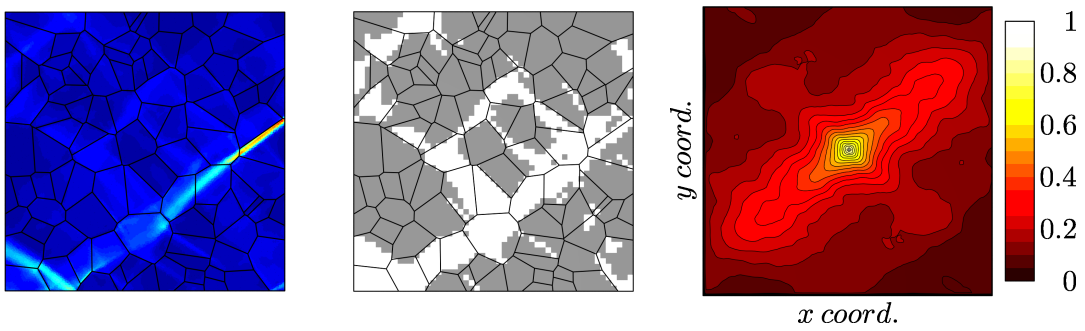
$$\tilde{\mu}_X^3 = \mathbb{E}\left[\left(\frac{X-\mu_X}{\sigma_X}\right)^3\right] \tag{5.3}$$

$$\tilde{\mu}_X^4 = \mathbb{E}\left[\left(\frac{X-\mu_X}{\sigma_X}\right)^4\right] \tag{5.4}$$

En plus de l'utilisation courante de la moyenne et de la variance, l'asymétrie et le kurtosis vont permettre une comparaison plus approfondie des distributions.

5.2.2. Le covariogramme comme outil de description spatial

Le fonctionnement du covariogramme est similaire à celui de l'autocorrélation, à ceci près qu'il s'applique à des données binarisées. L'autocorrélation (ou covariance à deux points) est la corrélation croisée d'un signal (ou d'une image) par lui-même. Cet outil permet de mesurer la similitude entre deux signaux et plus largement de détecter des régularités. Le covariogramme a notamment été utilisé dans un cadre expérimental au sein des travaux de P. Doumalin [205, 206]. Cet outil a permis la mise en évidence de résultats caractéristiques des champs de déformation : une croix avec des branches orientées à ±45° de l'axe de sollicitation est obtenue représentant ainsi le cisaillement maximal. Ce type d'analyse a été étendu à la localisation des déformations dans les trois dimensions de l'espace d'un milieu polycristallin 3D traité en plasticité cristalline [207].



(a) (b) (c)

FIGURE 5.3. – Description du processus permettant l'établissement du covariogramme (a) Champ de déformation axiale obtenu sur une microstructure unimodale (b) Champ de déformation axiale seuillé à sa moyenne (c) covariogramme associé et isovaleurs correspondantes. La direction de traction est verticale.

Etablissement du covariogramme

Pour décrire l'établissement d'un covariogramme, considérons le champ de déformation axiale de la figure 5.3a. Ce champ est binarisé grâce à un seuil (défini par l'utilisateur) et correspondant dans ce cas à la déformation imposée conduisant à la figure 5.3b. Pour chaque pixel du covariogramme de coordonnées (x, y), le champ binarisé est translaté de x pixels horizontalement et y pixels verticalement. Pour chaque translation, la similarité est calculée en comptant le nombre de pixels blancs (correspondant à des déformations supérieures à la déformation imposée) communs entre le champ translaté et le champ à sa position initiale. Pour faciliter la lecture du covariogramme, des lignes d'isovaleurs sont calculées à partir des valeurs des pixels.

Le maillage des tessellations est un processus complexe généralement réalisé grâce à des éléments tétraédriques ce qui conduit à un maillage non structuré. Pour faciliter la réalisation du covariogramme, une grille est réalisée au préalable pour restructurer le champ scalaire. Cette grille est associée à un paramètre d'échantillonnage. Plus sa valeur sera élevée, plus le covariogramme associé décrira finement les phénomènes de localisation. La méthode d'interpolation ainsi que les hypothèses sous-jacentes sont détaillées en annexe A.4.

Le covariogramme constitue un outil permettant de mettre en évidence la présence de motifs de localisation. Ceci permet une estimation des dimensions moyennes de ces motifs et par extension une comparaison des différentes microstructures vis-à-vis des phénomènes de localisation.

5.2.3. Classification

La présence d'un ou plusieurs CG au sein d'une matrice (U)FG affecte le comportement des grains de la matrice (U)FG. Les champs de déformation et de contraintes présentés au début

de ce chapitre (*cf.* figures 5.1e et 5.1g) permettent de mettre en évidence cette influence sans toutefois identifier les zones de la matrice (U)FG les plus fortement affectées. La classification de données est associée à un processus permettant de répartir des données (nuages de points ou autres) en différentes classes et, contrairement au traitement manuel de données est parfaitement impartial. Ces algorithmes sont généralement basés sur différentes hypothèses influençant directement la qualité et la nature des classifications.

Avant de réaliser à proprement parler la classification des données, il est nécessaire de préparer ces données. Dans le présent manuscrit, cette étape correspondra à une standardisation des données, ce choix est détaillé en annexe A.6 pour le cas des K-moyennes.

La majorité des algorithmes de classification font appel à des notions de distance. Habituellement la distance euclidienne est utilisée, toutefois d'autres notions de distance peuvent également être utilisées. Les classes obtenues par l'algorithme sont alors directement impactées par ces notions de distances, divers exemples sont donnés en annexe A.7.

Les K-moyennes et K-médianes

On cherche, au cours du processus, à minimiser une fonction coût donnée par l'expression 5.5 où K est le nombre de classes, N_j l'ensemble des observations appartenant à la classe k et c^k le centroïde de la classe k :

$$C_k = \sum_{k=1}^{K} \sum_{i=1}^{N_j} \| x_i^k - c^k \| \tag{5.5}$$

On initialise tout d'abord le processus en sélectionnant aléatoirement le premier centroïde parmi les observations à disposition. Les centroïdes suivants sont sélectionnés aléatoirement parmi les observations dont la probabilité est égale à leur distance aux centroïdes précédemment attribués. Les observations sont attribuées à la classe dont le centroïde est le plus proche. On utilisera dans ce manuscrit la distance euclidienne mais on peut également d'autres notions de distance pour effectuer cette répartition. Une fois toutes les observations réparties, on recalcule les centroïdes en moyennant les coordonnées des différentes observations au sein des classes (ou en calculant la médiane). Puis le processus est répété jusqu'à convergence des centroïdes. Un exemple de classification par les K-moyennes en 2 classes est présenté en figure 5.4. En considérant ici deux variables, la déformation et la contrainte axiale dont les distributions sont représentées en figures 5.4a et 5.4d, les K-moyennes permettent de déterminer 2 classes au sein du nuage de points présenté en figure 5.4b. Cette classification alors peut s'illustrer spatialement au sein de la microstructure associée comme en figure 5.4c.

On peut également trouver un nombre de classes optimal grâce à différents paramètres. On se focalisera dans ce travail sur l'index de Dunn (à maximiser). Ce critère de qualité correspond au rapport de la distance minimale interclasse (établi grâce à la distance entre centroïdes c^j

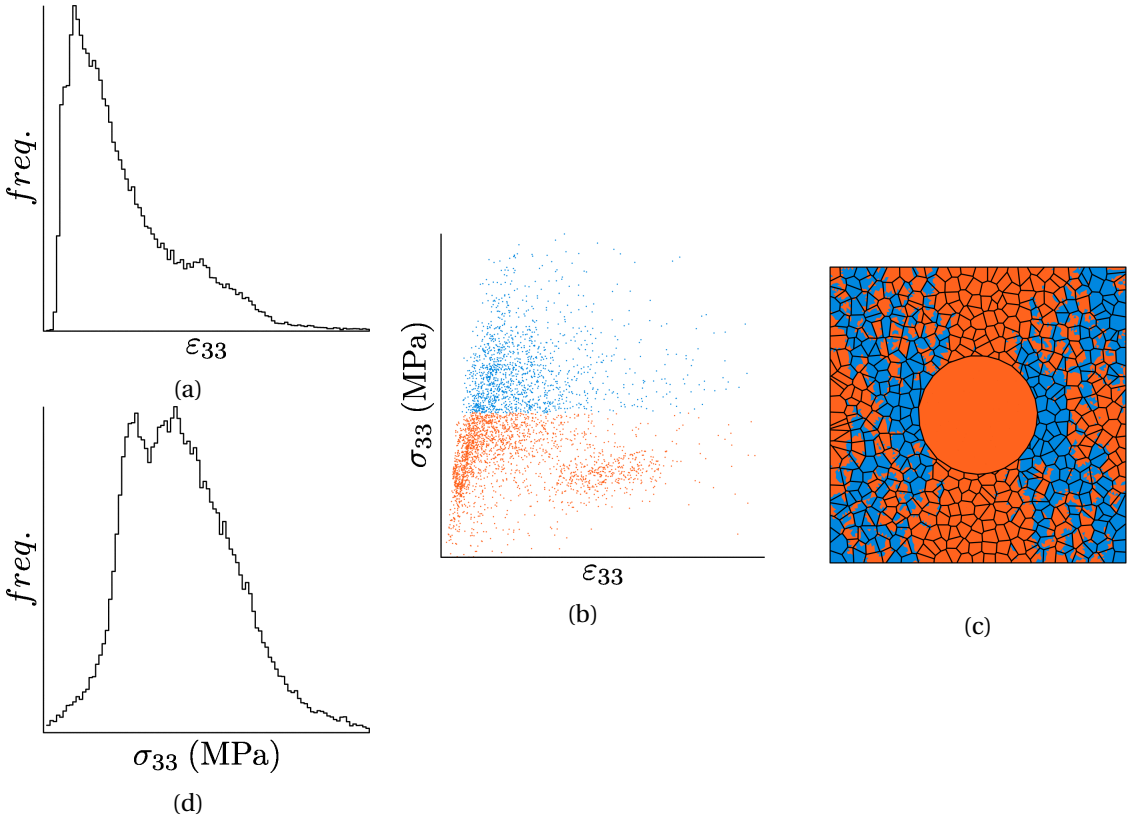


FIGURE 5.4. – Illustration du processus de classification grâce aux K-moyennes des réponses par élément (en termes de déformation et de contrainte axiale) dans un polycristal bimodal à un CG central sollicité en traction. (a,d) distributions des valeurs, (b) leur représentation en nuage de points dans un diagramme déformation - contrainte et (c) répartition spatiale des 2 classes au sein de la microstructure, en respectant le code couleur de (b).

et $c^{j'}$ deux à deux) divisée par la distance maximale intraclasse (déterminée par la distance maximale entre deux observations x_i^j et $x_{i'}^j$ appartenant à la même classe) :

$$DI_k = \frac{\min\limits_{j,j' \in [1,k]} \| c^{j'} - c^j \|}{\max\limits_{j' \in [1,k]} \left(\max\limits_{i,i' \in [i,n_j]} \| x_i^j - x_{i'}^j \| \right)} \tag{5.6}$$

Ainsi on calculera l'index de Dunn [208] pour différents nombres de classes et on choisira la classification ayant l'index de Dunn le plus élevé. Il existe également d'autres critères permettant une détermination du nombre optimal de classe basé sur des critères différents comme l'index de Davies-Bouldin [209] ou le coefficient de silhouette [210], ces différents critères sont détaillés en annexe A.8.

5.3. Résultats caractéristiques uni- et bi-modaux

Des résultats issus de deux polycristaux différents ont été présentés en début de chapitre, incluant leur comportement macroscopique accompagnés des champs et distributions de contrainte et de déformations axiales. En observant uniquement les courbes de traction macroscopiques de polycristaux uni- et bi-modaux il est complexe de mettre en évidence les différences cruciales de comportement (*cf.* figure 5.1a). Cependant les distributions (*cf.* figures 5.1b et 5.1c) illustrent clairement l'influence du caractère bimodal de la taille de grains sur les comportements locaux pour une population (U)FG commune aux deux microstructures. Ces résultats sont appuyés par les champs de déformation (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) et de contraintes axiales (*cf.* figures 5.1f et 5.1g) qui présentent également des distributions spatiales différentes et influencées par la présence du CG central. Comme précisé précédemment, la comparaison des champs ou des distributions de manière objective est complexe. Ceci nécessite de pouvoir résumer ces champs ou distributions de manière à faciliter leur comparaison.

Cette partie a ainsi pour objectif de démontrer l'apport des outils numériques décrits dans la section 5.2. On s'intéressera aux différences de comportement de ces deux polycristaux et plus particulièrement aux résultats caractéristiques pouvant être apportés par ces outils une fois appliqués à ces polycristaux.

Les comportements en traction monotone des microstructures uni- et bi-modales présentés en figure 5.1a sont de nouveaux représentés en figure 5.5a mais pour une gamme de déformations plus faibles (jusqu'à 0,52% de déformation imposée). A ces résultats s'ajoutent le comportement en traction par population de tailles de grains du polycristal bimodal dissocié entre matrice (U)FG et CG central. En comparaison au polycristal unimodal (U)FG, la courbe de traction du polycristal bimodal présente une double pente. Le changement de pente est dû à l'entrée en plasticité précoce du CG par rapport à la matrice (U)FG (à partir de 0,14% de déformation totale) puis la matrice (U)FG entre en plasticité vers 0,28% de déformation totale (similaire au niveau de déformation observé pour le polycristal unimodal (U)FG). A partir

du déclenchement de la plasticité du CG central et pour l'intervalle considéré (jusqu'à 0,52% de déformation imposée), l'écart de comportement entre matrice (U)FG et son homologue unimodal est d'autant plus important que le niveau de déformation considéré est élevé.

Moments Pour compléter l'étude de ces valeurs moyennes, les distributions de contrainte ont été résumées grâce à leur variance $\overline{\mu}^2$ et leur asymétrie $\tilde{\mu}^3$ pour les mêmes échantillons et la même gamme de déformation. Ces moments sont respectivement présentés en figures 5.5b et 5.5c.

La variance est initialement nulle au sein des deux polycristaux car tous les grains ont un comportement élastique isotrope. Pour le polycristal unimodal (U)FG, la variance augmente à partir de 0,28% de déformation totale lorsque des premiers grains entrent en plasticité et s'écartent ainsi du comportement moyen du polycristal. Pour le polycristal bimodal, à partir de 0,14% de déformation totale la variance augmente simultanément pour le CG central et la matrice (U)FG. Au niveau de déformation considéré, seul le CG central est entré en plasticité ce qui donne lieu à une redistribution des contraintes au sein de la matrice (U)FG et qui s'exprime par une augmentation de la variance. La matrice (U)FG demeure élastique et la variance évolue linéairement jusqu'à l'apparition de la plasticité 0,28% de déformation totale).

Comme la variance, l'asymétrie est initialement nulle et sa valeur évolue lorsque des grains commencent à s'écrouir. Au sein du polycristal unimodal, l'asymétrie diminue à partir de 0,28% de déformation totale, signe que des premiers grains entrent en plasticité. Cette valeur d'asymétrie négative démontre la présence de faibles valeurs de contraintes au sein de la distribution. Ces faibles valeurs de contraintes correspondent aux grains écrouis pour lesquels la contrainte n'évolue plus linéairement avec la déformation. Au cours de la sollicitation en traction, l'asymétrie augmente, associée à l'écrouissage des grains restants jusqu'à évoluer linéairement avec la déformation une fois tous les grains du polycristal écrouis.

Au sein du polycristal bimodal et à partir de 0,14% de déformation totale, l'asymétrie évolue simultanément au sein du CG central et de la matrice (U)FG. Au sein du CG central, des valeurs de contraintes plus élevées peuvent être observées à proximité de l'interface (U)FG / CG ce qui explique la valeur négative de l'asymétrie. Cette valeur diminue par la suite car des valeurs de contraintes plus importantes apparaissent au centre du CG. Pour la matrice (U)FG, l'asymétrie diminue et évolue de manière linéaire jusqu'à 0,25% de déformation totale, niveau de déformation pour lequel des grains commencent à s'écrouir. Contrairement au comportement moyen ou à la variance, l'asymétrie permet de déterminer plus clairement le niveau de déformation pour lequel débute la plasticité des premiers grains. Ce niveau de déformation est inférieur à celui observé pour le polycristal unimodal (U)FG (0,28% de déformation totale). Cette différence est due à la redistribution des contraintes associées à la plasticité du CG.

En comparaison aux courbes de traction, la variance et l'asymétrie des distributions de contrainte permettent de caractériser la variabilité des comportements autour de la moyenne et de déterminer la chronologie des évènements au cours de la sollicitation.

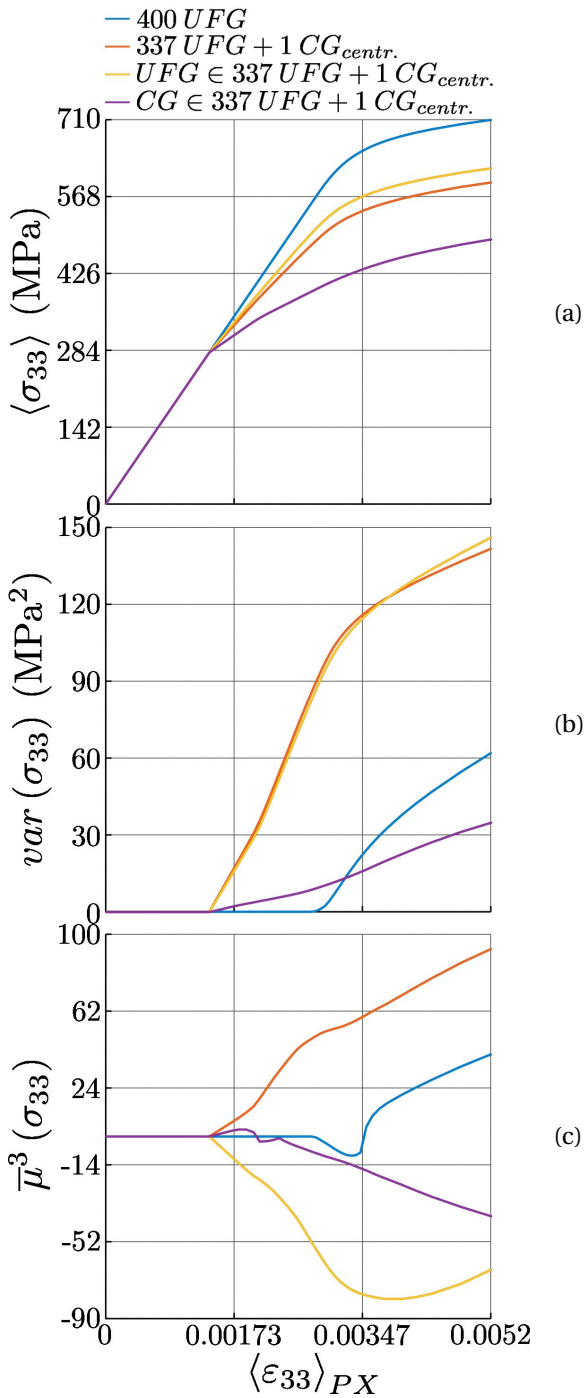


FIGURE 5.5. – (a) Analyse du comportement en traction monotone d'un polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (polycristaux respectivement présentés en figures 5.1d et 5.1e) : (a) courbes de traction macroscopiques, (b,c) variance ($\overline{\mu}^2$) et asymétrie ($\overline{\mu}^3$) des contraintes axiales locales. Les grandeurs représentées sont issues de chaque polycristal dans leur globalité et pour chaque population de tailles de grains (en jaune et en violet) pour le polycristal bimodal.

Boîtes à moustaches En plus de l'utilisation des moments, et pour faciliter l'étude des distributions, il est possible d'utiliser des boîtes à moustaches comme celle présentée en figure 5.6. Ces dernières permettent également de résumer les distributions mais d'une manière plus visuelle. Ceci facilite la comparaison simultanée de plusieurs valeurs caractéristiques comme la moyenne et la médiane par exemple. Chaque boîte s'étend du premier au troisième quartile et les moustaches s'étendent respectivement jusqu'au 5e et 95e centiles. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles sont également renseignés (en bleu) permettant de mettre en évidence la présence de valeurs extrêmes. Les positions relatives de la moyenne et de la médiane permettent également de déterminer l'asymétrie. Si la moyenne est supérieure à la médiane alors l'asymétrie est positive, dans le cas contraire elle est négative.

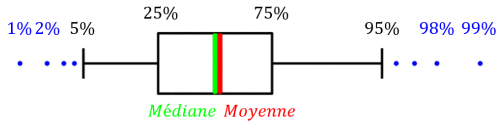


FIGURE 5.6. – Exemple de boîte à moustaches : la boîte et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles sont représentés par des points bleus aux extrimités des moustaches.

Le diagramme présenté en figure 5.7 a été établi pour les polycristaux présentés en figures 5.1d et 5.1e grâce aux distributions des contraintes axiales pour deux niveaux de déformation. Pour le premier niveau de déformation, 0,24%, le comportement du polycristal unimodal demeure élastique et le CG est entré en plasticité. Au second niveau de déformation, 0,33%, la plasticité a débuté au sein du polycristal unimodal. Pour les deux niveaux de déformation, les boîtes à moustaches permettent de mettre en évidence que 75% des éléments présents dans la matrice (U)FG du polycristal bimodal sont moins contraints que la contrainte moyenne observée au sein du polycristal unimodal. Toutefois des valeurs plus extrêmes de contraintes peuvent également être observées, 5% des contraintes au sein de la matrice (U)FG du polycristal bimodal sont supérieures à 99% des contraintes de son homologue unimodal. Le diagramme permet également de confirmer l'asymétrie des distributions de contrainte déterminées grâce au moment d'ordre 3.

Covariogrammes Ces analyses sur les distributions ont permis de mettre en évidence la redistribution des contraintes due à la plasticité précoce du CG central ainsi que la réduction de l'état de contrainte moyen au sein de la matrice (U)FG. Cependant ces différentes analyses n'intègrent pas de notion de distribution spatiale. Utilisé en complément des analyses précédentes le covariogramme permet de mettre en évidence les dimensions moyennes des phénomènes de localisation. Ici, on s'intéresse à la localisation des déformations et aux phénomènes de réduction des contraintes illustrés en figure 5.1. Pour faciliter l'analyse, les

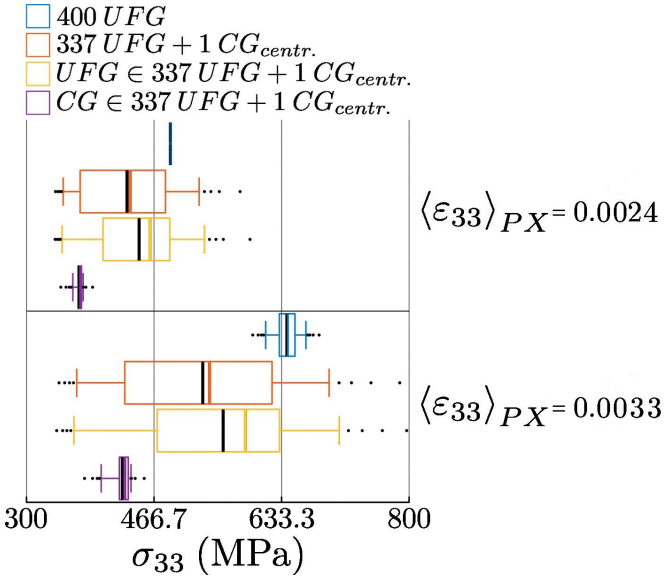


FIGURE 5.7. – Boîtes à moustaches établies grâce aux distributions de contrainte axiale au sein des deux polycristaux d'étude (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) en distinguant les populations de tailles de grains au sein du polycristal bimodal. Les niveaux de déformations représentés par les boîtes à moustaches sont de haut en bas égaux à $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,24\%$ et $0,33\%$.

champs seront seuillés à leur moyenne, en utilisant les valeurs supérieures à la moyenne pour les déformations et inférieures à la moyenne pour les contraintes.

Les champs de déformation seuillés sont présentés en figures 5.8a et 5.8c pour l'unimodal (U)FG et le bimodal respectivement. Au sein de la microstructure unimodale (U)FG, les déformations se localisent sous la forme de bandes orientées à $\pm 45°$ dont la largeur correspond au diamètre d'un grain. Au sein de la microstructure bimodale (*cf.* figure 5.8c), la déformation se localise également sous la forme de bandes orientées à $\pm 45°$ au sein de la matrice (U)FG mais leur répartition spatiale est affectée par le CG qui permet d'accommoder une partie des déformations. Les covariogrammes présentés en figures 5.8b et 5.8d permettent d'estimer les longueurs moyennes des bandes de localisation : en choisissant la courbe d'isovaleurs $0,4$, on mesure des bandes de longueurs moyennes $1,17\,\mu$m pour le cas unimodal (U)FG et $3,55\,\mu$m à $-45°$ et $3,98\,\mu$m à $45°$ pour le cas polycristal bimodal. Les bandes de localisation sont donc en moyenne 3 à $3,4$ fois plus longues que dans le cas bimodal.

Concernant la distribution spatiale des contraintes, des canaux de basse contrainte ont déjà été identifiés en figure 5.1g pour le polycristal bimodal. Au sein du polycristal unimodal (U)FG, on peut, grâce au champ seuillé (*cf.* figure 5.9a) aisément mettre en évidence des bandes similaires d'une largeur correspondant au diamètre d'un grain soit $0,5\,\mu$m. Pour le polycristal bimodal (*cf.* figure 5.9c), cette largeur correspond au diamètre du CG, soit 10 fois plus importante que dans le cas unimodal. Toutefois, bien que la largeur des canaux soit (dans les cas présents) facilement estimable, la hauteur des canaux l'est beaucoup moins. De ce point

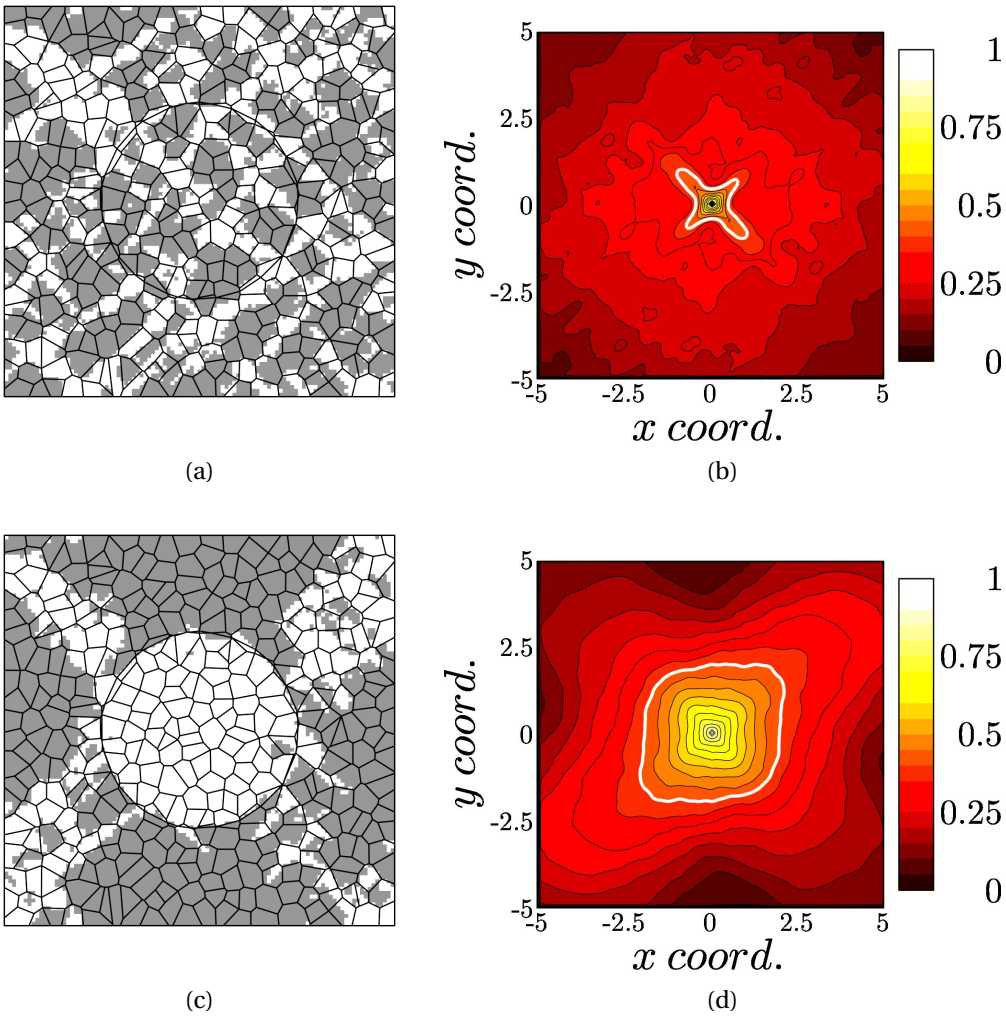


FIGURE 5.8. – Analyse de la localisation de déformation axiale sur le polycristal unimodal (U)FG et son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e). (a,c) Champs seuillés à la valeur de déformation imposée ($\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,72\%$). (c,d) Covariogrammes associés (établis à partir des valeurs supérieures au seuil) avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs $0,4$. La direction de traction est verticale.

de vue le covariogramme permet une lecture plus directe (*cf.* figures 5.9b et 5.9d). Dans le cas unimodal la hauteur moyenne des canaux est égale à $2,4\,\mu$m soit environ 5 grains alors qu'elle occupe toute la hauteur de la microstructure bimodale en prenant la courbe d'isovaleurs $0,5$ de corrélation croisée.

Classifications En compléments des analyses précédentes, on présente dans les figures 5.10 et 5.11 les classifications des éléments établies sur la base de leur réponse moyenne en contrainte et déformation axiale avec la méthode des K-médianes. Deux niveaux de déformations imposée sont considérés : $0,31\%$, où certains éléments ont encore un comportement élastique (*cf.* figure 5.10) et $0,72\%$ où le régime plastique est généralisé 5.11.

Ces résultats établis sur la base des contraintes et déformations axiales au sein des éléments à $0,31\%$ de déformation totale et classées grâce à l'algorithmes des K-médianes. Une classification en 2 classes a tout d'abord été réalisée sur l'unimodal (U)FG (*cf.* figure 5.10a) puis sur le polycristal bimodal (*cf.* figures 5.10b). Au sein de ces deux polycristaux, les deux classes obtenues représentent des différences de comportement similaires. La classe rouge représente les grains entrés en plasticité et la classe bleue ceux ayant encore un comportement élastique. Avec l'ajout d'une troisième classe (*cf.* figures 5.10c et 5.10d), la classe qui représente les grains écrouis (en jaune à présent) est conservée et les deux autres classes représentent respectivement, les zones de surcontrainte (en rouge) et de réduction des contraintes (en bleu) induites par la présence des grains écrouis. Les champs établis grâce à 3 classes permettent de visualiser aisément les canaux de basse contrainte qui ont pour source les grains écrouis (en jaune). La largeur de ces canaux (en bleu) semble être directement influencée par la taille du grain écroui.

Cependant pour des classifications réalisées une fois tous les grains écrouis, la répartition spatiale des classes est radicalement différente (*cf.* figure 5.11). Le choix de 2 classes permet d'obtenir un résultat similaire aux champs de déformation seuillés utilisés pour les covariogrammes. Ces deux classes permettent, pour les deux polycristaux, de mettre en évidence la localisation de la déformation à $\pm 45°$ (*cf.* figures 5.11a et 5.11b). Lorsque 3 classes sont utilisées pour le polycristal unimodal (U)FG, la classe jaune représente toujours la localisation de la déformation mais les deux autres classes sont plus difficilement interprétables. En revanche, pour le polycristal bimodal le champ présenté en figure 5.11d permet d'observer plus nettement les différences phénomènes : en jaune, la localisation de la déformation, en bleu, les zones de basse contrainte et en rouge, les zones de surcontrainte.

Pour les microstructures uni- et bi-modales, ces différentes analyses ont permis de mettre en évidence l'origine des canaux de basse contrainte : les grains écrouis. Ces phénomènes sont observables au sein des deux polycristaux mais la largeur de ces canaux dépend de la dimension des zones écrouies et donc de la taille du ou des grains écrouis. Dans le cas du polycristal bimodal, bien que la matrice (U)FG conserve un comportement élastique après le déclenchement de la plasticité du CG, la répartition des contraintes est fortement affectée. Des zones de surcontrainte sont observables, positionnées à l'équateur au CG et ces zones vont être les premières à s'écrouir au sein de la matrice (U)FG. Ces résultats sont confirmés

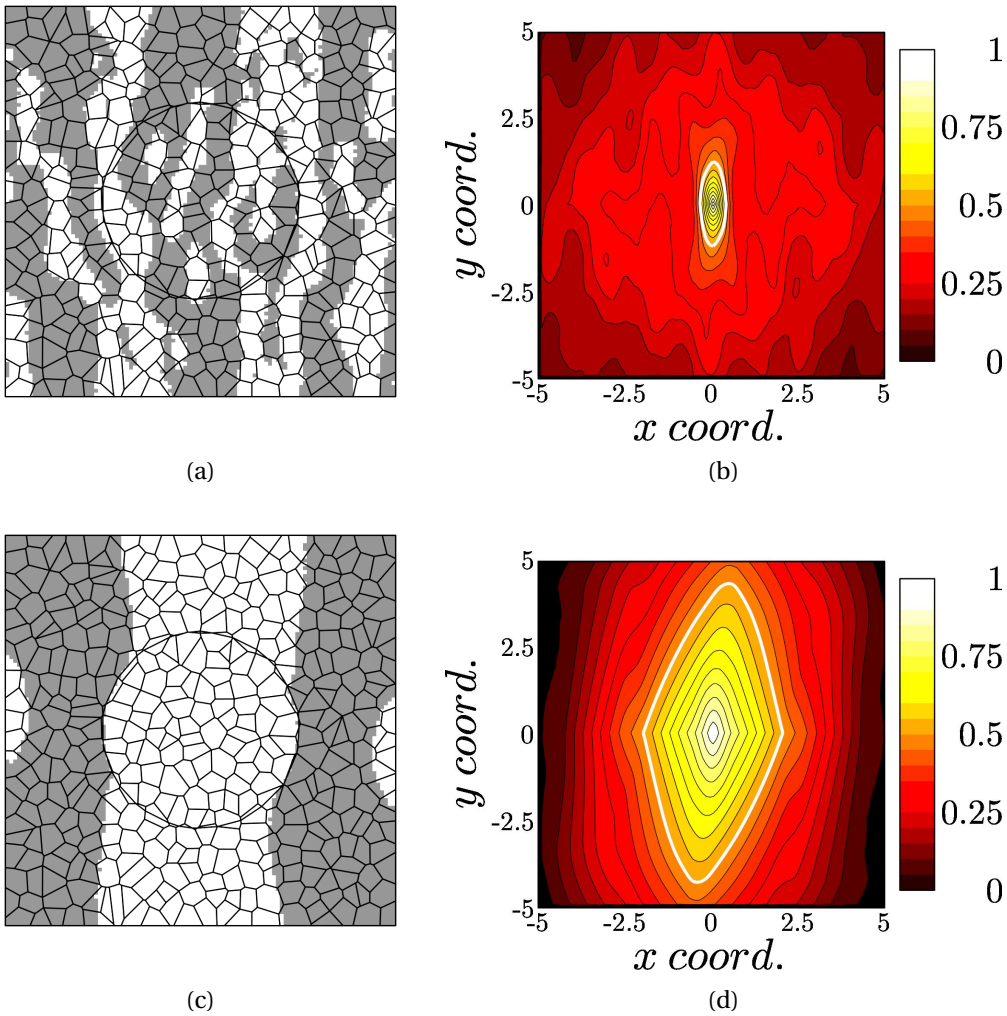


FIGURE 5.9. – Analyse de la localisation de contrainte axiale sur le polycristal unimodal (U)FG et son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e). (a,c) Champs seuillés à leur valeur de contrainte moyenne à 0,31% de déformation imposée. (c,d) Covariogrammes associés (établis à partir des valeurs supérieures au seuil) avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs 0,5. La direction de traction est verticale.

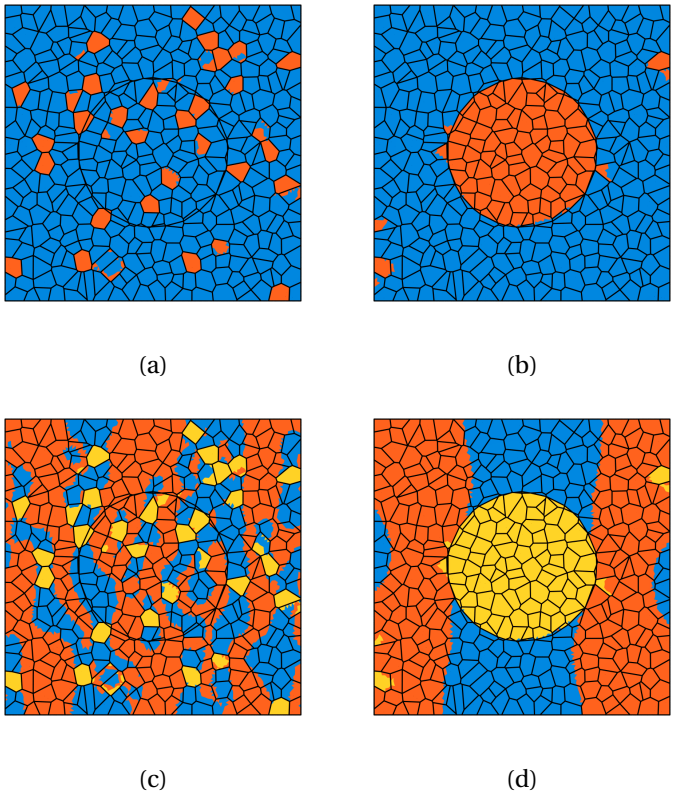


FIGURE 5.10. – Classifications en 2 (a,b) et 3 classes (c,d) des éléments du polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) sur la base de leur état de contrainte et déformation axiale pour une traction à 0,31%, d'après la méthode des K-médianes. La direction de traction est verticale.

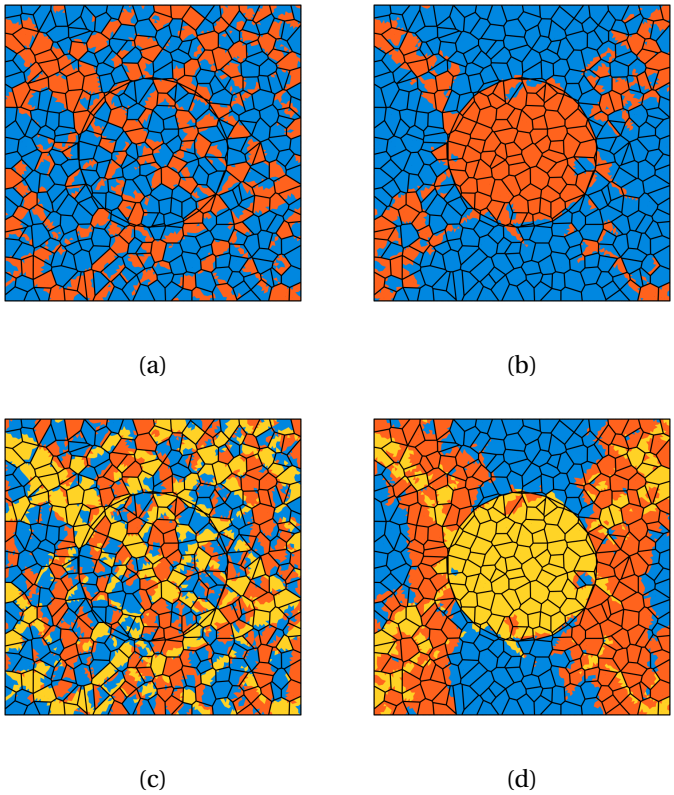


FIGURE 5.11. – Classifications en 2 (a,b) et 3 classes (c,d) des éléments du polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) sur la base de leur état de contrainte et déformation axiale pour une traction à $0,72\%$, d'après la méthode des K-médianes. La direction de traction est verticale.

par les classifications réalisées au sein des figures 5.10b et 5.10d qui classent ces zones avec le CG.

La présence du CG impacte également les phénomènes de localisation de la déformation. En effet, comme souligné par les covariogrammes, la longueur des bandes de localisation est exacerbée par la présence du CG au sein de la matrice (U)FG. Par ailleurs, les classifications tendent à montrer l'importance de la localisation de la déformation une fois la plasticité généralisée, comme présenté avec les figures 5.11.

5.4. Synthèse

Au sein de ce chapitre, des premiers résultats ont été présentés portant sur deux microstructures, l'une unimodale et l'autre bimodale à un CG central, construites en conservant la même matrice (U)FG pour plusieurs microstructures et en utilisant le même maillage (*cf.* section 4.1.2). L'analyse des comportements en traction monotone permet la mise en évidence de différentes cinétiques d'écrouissage par le biais des changements de pente des courbes de traction. Cependant cette analyse reste limitée car elle porte seulement sur les comportements moyens. Des distributions et des champs ont également été présentés en première partie mais leur comparaison reste majoritairement qualitative. Ces résultats et leurs analyses ont ainsi souligné la nécessité de développer de nouveaux outils pour l'analyse des résultats numériques et ces derniers ont été décrits dans une partie de ce chapitre (*cf.* section 5.2). Un éclairage supplémentaire est également présent dans les annexes citées comprenant les hypothèses sur lesquelles sont basées ces différents outils et les limites de ces derniers inhérentes à leur utilisation.

L'analyse des comportements par population de tailles de grains et des moments permet de comparer de manière plus effective l'évolution des distributions. L'entrée en plasticité prématurée du CG modifie la répartition des contraintes ce qui conduit notamment à la création de canaux de basse contrainte à la verticale des CG. Des zones de surcontrainte surviennent également ce qui cause une plasticité prématurée de certains grains (U)FG par rapport à leur comportement observé dans le polycristal unimodal. L'usage des champs seuillés et des classifications a permis de décrire la répartition spatiale des phénomènes de réduction de contrainte. Pour le premier niveau de déformation considéré, la plasticité n'est pas généralisée au sein du polycristal unimodal et des canaux de basse contrainte sont également visibles. Par la suite, la dimension des motifs a ensuite été estimée par le biais des covariogrammes. Lors de l'entrée en plasticité du CG, la matrice (U)FG est encore élastique et la répartition des déformations est également affectée. Par la suite la localisation des déformations s'effectue, comme pour le polycristal unimodal, sous la forme de bandes orientées à $\pm 45°$. Ces bandes prennent pour origine le CG, et leur répartition spatiale au sein de la matrice (U)FG est modifiée. Le CG accommode une grande proportion des déformations, clairement visible sur les champs seuillés, ceci conduit donc à une dimension des motifs de localisation plus importante via le covariogramme. Pour le polycristal unimodal à des niveaux de déformations plus importants, les classifications présentent une répartition spatiale des classes différentes suggérant ainsi un pilotage des comportements basé sur la répartition des déformations. Pour le

polycristal bimodal, des canaux de basse contrainte demeurent et sont toujours visibles sur les différentes analyses.

Les différents outils ont finalement été appliqués aux données issues de ces deux microstructures, permettant ainsi de définir des résultats caractéristiques associés à des microstructures simples. Ainsi ces résultats serviront de référence au sein de ce manuscrit. Le prochain chapitre portera ainsi sur les traitements de différents résultats issus de microstructure plus complexes grâce à l'utilisation des différents outils et à leurs combinaisons.

English below

In this chapter, first results were presented concerning two microstructures, one being unimodal and one being bimodal, and sharing the same (U)FG matrix and the same mesh (*cf.* section 4.1.2). The macroscopic tensile behaviours highlight the different hardening stages through the slope change of the tensile curves. However, this analysis remains limited because it only focuses on the average behaviours. Fields and distributions have also been presented at the beginning of this chapter, but their comparison was mainly qualitative. The limited conclusion drawn from these results have shown the need to develop new tools for the analysis of numerical results. Different tools and their operation were detailed in the section 5.2. For some tools, additional details can be found in appendices, including assumptions and limitations.

Use of moments combined the analysis of the behaviour by GS population allows a more effective comparison of the evolution of distribution. The CG hardens prematurely which modifies the spatial stress distribution, this leads to the establishment of low-stress channels from the CG along the tensile direction. Over-stress zones also occur conducing to premature plasticity of some (U)FG compared to their expected behaviour in unimodal polycrystal. The use of thresholded fields and classification allowed us to describe the spatial distribution of low-stress channels. For the first considered strain level, the unimodal microstructure is not fully plastic and low-stress channels are visible as for the bimodal microstructure. The dimensions of the phenomena were then estimated by means of covariograms. With the CG plasticity, the strain spatial distribution is also affected. Subsequently, the strain localizes is in the form of band ±45° oriented, as for the unimodal sample. These bands come from the central CG and their spatial distribution within the (U)FG matrix is then modified. The higher strain in the CG is clearly visible on the thresholded fields, this then leads to a larger estimation of the dimension via the covariogram. At a higher strain level, classifications applied to the unimodal microstructure show different spatial distribution of the classes which suggests various behaviours initiated from the strain distribution. For the bimodal sample, low-stress channels remain at the same strain level.

The different tools presented in this chapter were finally applied to these two microstructures. This allows to define characteristic results associated with simple uni- and bi-modal microstructures. These results will be further used as reference in this work. The next chapter will focus on the treatment of different results from more complex microstructures using the different tools and their combinations.

6

Analyse du comportement mécanique de polycristaux uni- et bi-modaux

Un grand nombre d'études numériques portent déjà sur le comportement des matériaux à distribution bimodale de tailles de grains [20, 151]. Cependant, la majorité de ces études apportent seulement des propriétés effectives comme la limite d'élasticité [19] ou l'écrouissage macroscopique [183, 184]. Le gain de ductilité associée à ces matériaux est rarement étudié à travers les mécanismes de déformation ou d'écrouissage [20]. L'objectif de ces travaux de thèse est de mettre en évidence le couplage entre les populations de grains (U)FG et CG au sein de microstructures bimodales. Pour cela, le modèle de Méric-Cailletaud [168, 169, 199] a été modifié pour prendre en compte l'effet de taille de grains à travers l'ajout d'un terme supplémentaire de type Hall-Petch. L'originalité des travaux présentés au sein de ce manuscrit réside dans l'analyse des phénomènes locaux à travers leur intensité comme leur répartition spatiale et ce de manière quantitative. Dans le chapitre précédent, l'utilisation d'outils spécifiques a permis d'établir des résultats caractéristiques pour un polycristal bimodal à un CG central. Lors de l'entrée en plasticité prématurée du CG, les distributions spatiales des déformations et des contraintes au sein de la matrice (U)FG (encore élastique) sont affectées donnant lieu à des canaux de basse contrainte à la verticale des CG (le long de la direction de sollicitation). Cette redistribution des contraintes conduit localement à une entrée en plasticité prématurée de certains grains de la matrice (U)FG.

Dans ce chapitre, les différences de comportement en traction monotone entre polycristaux unimodaux (U)FG et CG seront mis en évidence et leur activité plastique sera caractérisée sur la base de l'activation des systèmes de glissement. Par la suite, plusieurs microstructures bimodales à un CG central seront traitées pour différentes fractions volumiques de CG. Les microstructures bimodales à un CG central constituent un cadre simplifié pour l'étude du couplage entre les populations de grains (U)FG et CG mais limitent, par définition, l'influence de la distribution spatiale des CG. Des microstructures à 9 CG seront également utilisées selon deux configurations, une à CG isolés et une à CG partiellement agrégés.

Les descripteurs associés aux différents polycristaux présentés dans ce chapitre et le suivant sont détaillés au sein du tableau 6.1. Le code couleur utilisé au sein de ce tableau sera utilisé tout au long de la présentation des résultats. L'ensemble des simulations numériques ayant été réalisées dans le cadre de ces travaux sont regroupés dans différents tableaux en annexe A.9.

Nom	Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam. grains (μm) (U)FG	Diam. grains (μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG	Contraste $\mathcal{R}$	Fract. vol. f_{CG}
$Uni-FG$	10	400	/	0,5	/	aléa.	/	/	0%
$Uni-CG$	100	/	400	/	5	/	aléa.	/	100%
$Bi-1CG-f20$	10	335				aléa.			19,67%
$Bi-1CG-f13$	12,5	561	1	0,5	5	aléa.	aléa.	10	12,56%
$Bi-1CG-f9$	15	836				aléa.			8,73%
$Bi-9CG-f16$	33	3645	9	0,5	5	aléa.	aléa.	10	16,28%
$Bi-9CG-f29$	24	1632				aléa.			29,15%
$Bi-4CG-R5$	9,5	281			2,5	aléa.		5	22,47%
$Bi-4CG-R15$	28,5	2534	4	0,5	7,5	aléa.	aléa.	15	22,08%
$Bi-4CG-R25$	47,5	7019			12,5	aléa.		25	22,03%

TABLEAU 6.1. – Polycristaux uni- et bi-modaux analysés au cours de ce chapitre et du suivant et leurs paramètres associés.

Sommaire

7.1. Influence du contraste de tailles de grains **166**
7.1.1. Présentation des microstructures et comportements en traction monotone 166
7.1.2. Comportement par population de tailles de grains 168
7.1.3. Champs de déformations et de contraintes 169
7.1.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 173
7.2. Influence de la sollicitation mécanique **177**
7.2.1. Polycristaux unimodaux 177
7.2.2. Comportements macroscopiques de polycristaux bimodaux 182
7.2.3. Champs de déformations et de contraintes équivalentes 182
7.2.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique 186
7.3. Synthèse **192**

6.1. Polycristaux unimodaux

Au cours du chapitre précédent, le comportement d'un polycristal a pu être analysé grâce à différents outils numériques comme le covariogramme ou la classification. Afin de mieux appréhender les modifications du comportement en lien avec le caractère bimodal de la distribution de tailles de grains, le comportement des polycristaux uni- et bi-modaux doivent être correctement comparés. Pour cela, ce chapitre présentera dans un premier temps l'analyse des polycristaux unimodaux. Les polycristaux bimodaux présentés dans ce chapitre comportent deux populations de tailles de grains, une matrice (U)FG et un ou plusieurs CG de tailles moyennes respectives $0,5\,\mu$m et $5\,\mu$m.

6.1.1. Comportement mécanique en traction monotone

Les résultats présentés en figure 6.1 font apparaître les comportements mécaniques macroscopiques de deux polycristaux unimodaux avec deux tailles de grains moyennes correspondant à $0,5\mu$m pour les (U)FG et 5μm pour les CG. Ces courbes macroscopiques permettent de visualiser l'influence du terme supplémentaire de type Hall-Petch visant à prendre en compte l'effet de taille de grains. Pour ces deux polycristaux, on peut constater un écart de $R_{p_{0,2\%}}$ d'environ 400 MPa. Cette figure illustre également un écrouissage similaire pour les deux tailles de grains.

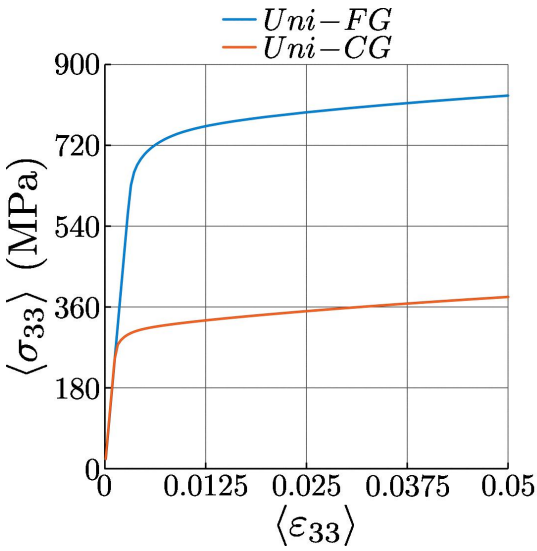


FIGURE 6.1. – Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de deux polycristaux unimodaux (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) jusqu'à 5% de déformation totale.

6.1.2. Champs locaux

Les champs de déformation et de contraintes axiales sont respectivement présentés en figures 6.2 et 6.3. Afin de comparer ces champs, ces derniers sont établis pour des déformations plastiques macroscopiques identiques ($\langle\varepsilon^p_{33}\rangle = 0,01$) et en utilisant des échelles indépendantes pour chaque microstructure.

Les champs de déformation axiale permettent d'observer la localisation des déformations à $\pm 45°$, et ce pour les deux microstructures unimodales en accord avec [205]. Ces champs présentent la même localisation de la déformation avec une intensité de cette localisation plus élevée pour le polycristal (U)FG du fait d'une déformation macroscopique plus élevée pour une déformation plastique globale donnée. La comparaison des distributions de déformation axiale (*cf.* figure 6.2c) permet de constater une similarité malgrè un certain décalage.

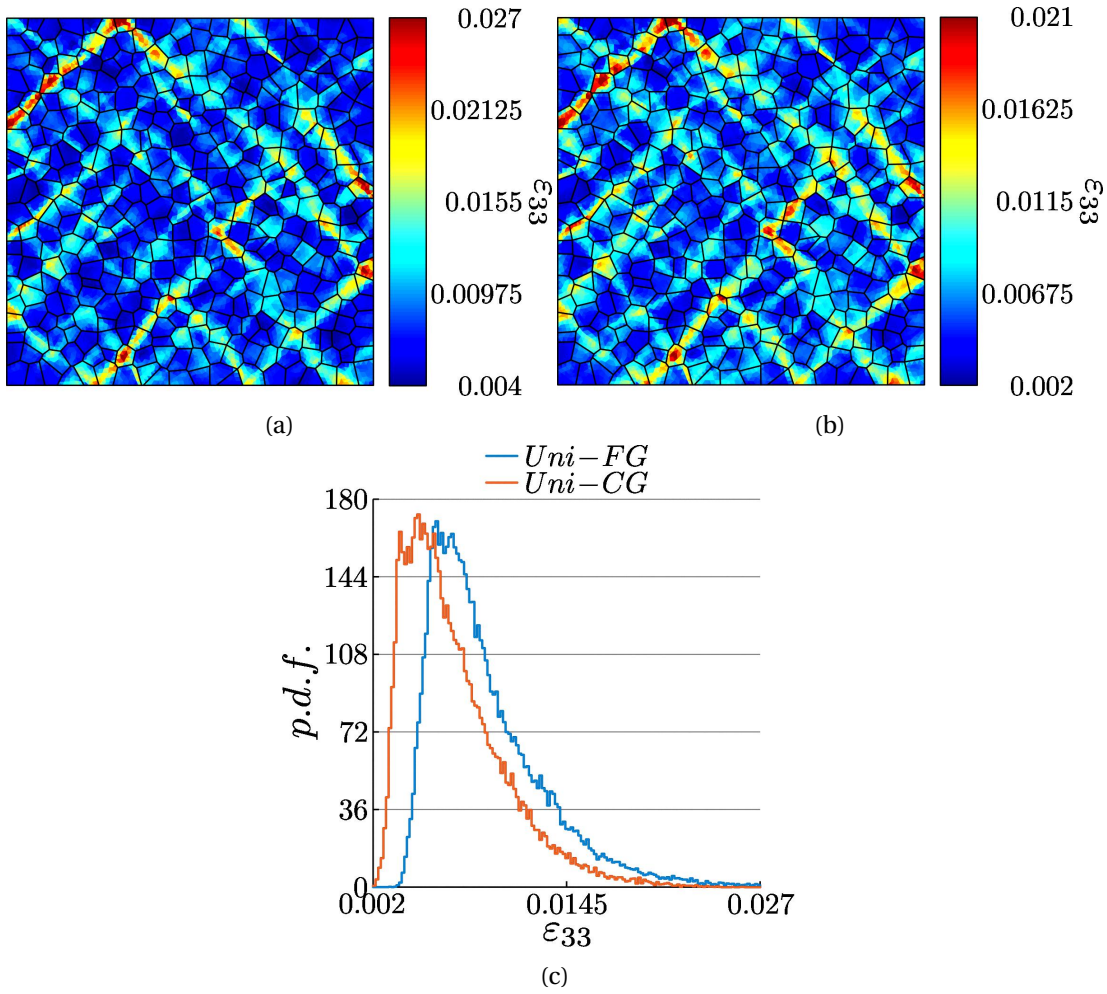


FIGURE 6.2. – Champs de déformation axiale à $\langle \varepsilon^p_{33} \rangle = 0,01$ d'un polycristal (a) (U)FG, (b) CG et (c) distribution associées. La direction de traction est verticale.

Comme les champs de déformation axiale, les champs de contrainte des deux polycristaux (*cf.* figure 6.3) présentent une certaine similarité. Des bandes verticales traversant plusieurs grains semblent s'organiser de manière verticale. Cependant, contrairement aux distributions de déformation, les distributions de contrainte (*cf.* figure 6.3c) sont radicalement différentes entre les microstructures (U)FG et CG.

Les champs des polycristaux unimodaux représentent les mêmes motifs de localisation. En effet, bien que les limites d'élasticité des grains soient différentes, la morphologie et l'orientation cristallographique des grains sont identiques. La gamme des valeurs de contraintes est plus large pour l'unimodal (U)FG. En effet, pour des (U)FG ($0,5\,\mu$m), une variation de volume entre deux grains entraîne une variation de limite d'élasticité plus importante que pour des CG ($5\,\mu$m). Ceci conduit ainsi, comme observé sur l'histogramme en figure 6.3c, à une

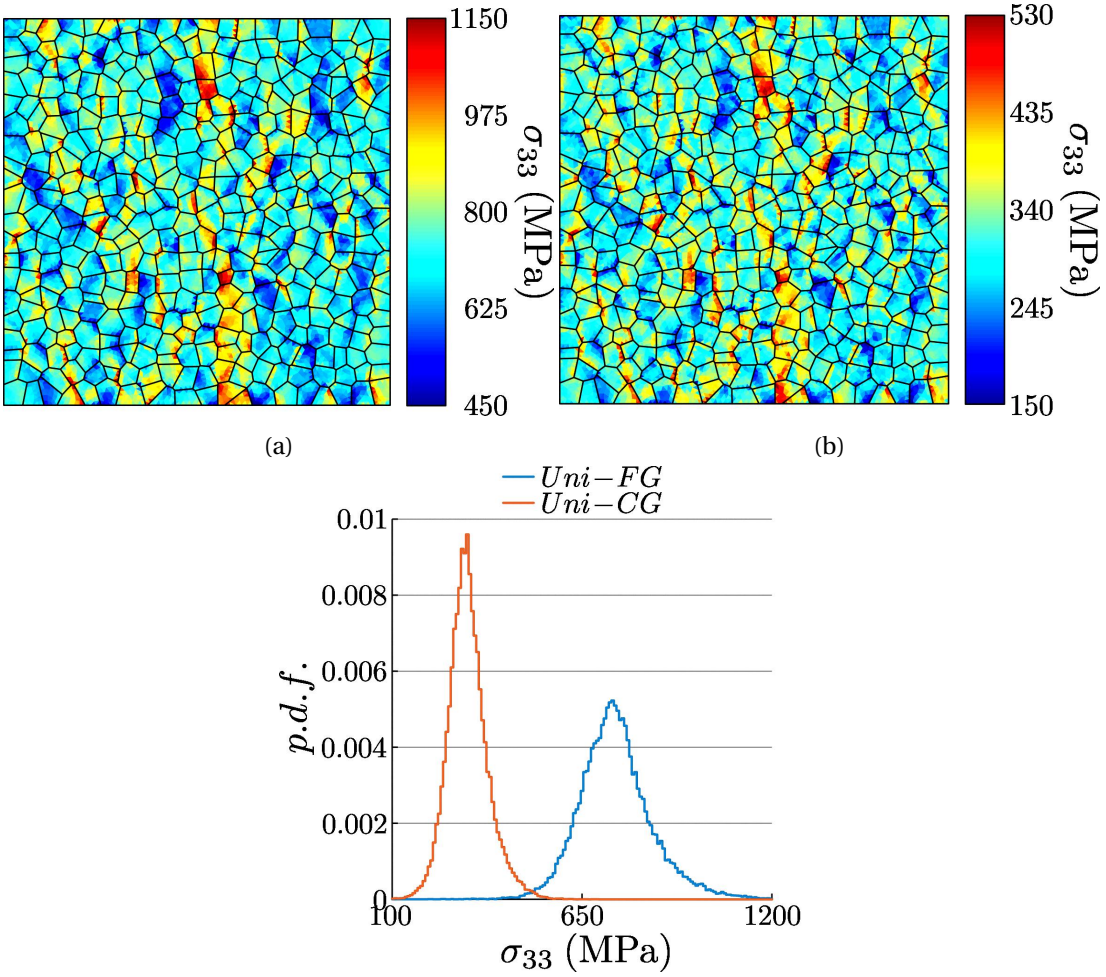


FIGURE 6.3. – Champs de contrainte axiale à $\langle \varepsilon_{33}^{p} \rangle = 0,01$ d'un polycristal (a) (U)FG, (b) CG et (c) distributions associées. La direction de traction est verticale.

variabilité des contraintes plus importante pour le polycristal unimodal (U)FG.

6.1.3. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique

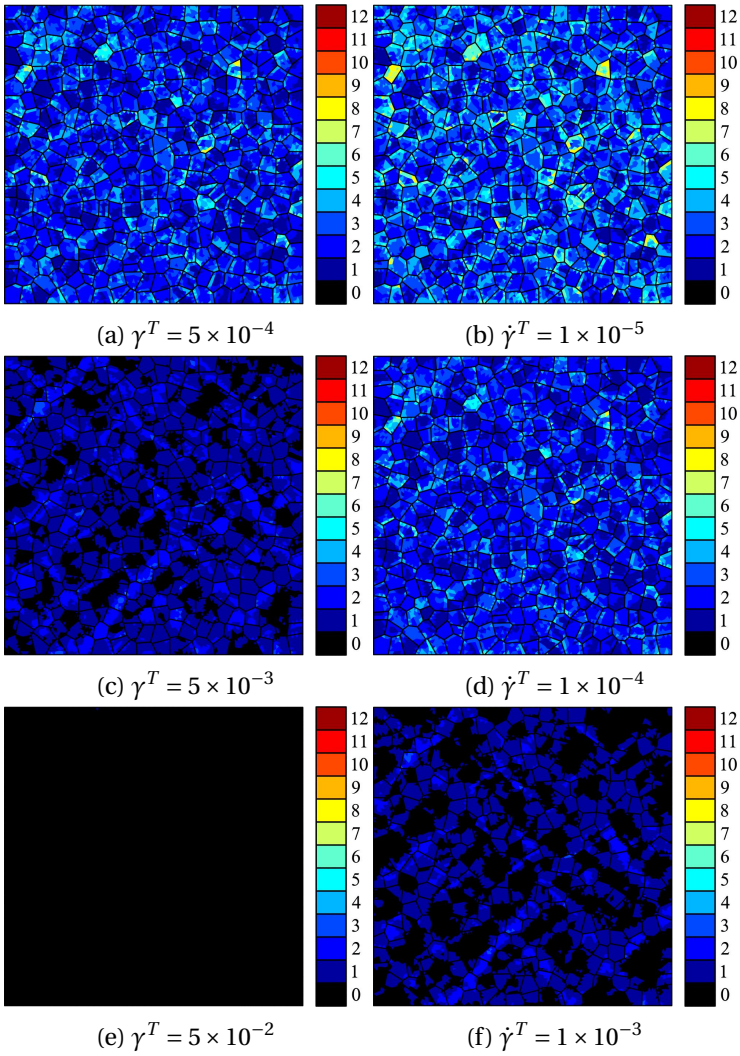
Pour étudier les différences de comportement entre deux polycristaux unimodaux, on s'intéresse à l'activité plastique au sein de ces polycristaux. Sur chaque système de glissement s, au sein de chaque élément, une valeur de glissement plastique γ^s est disponible. Ainsi le comportement d'un élément peut être considéré comme plastique si au moins un de ses systèmes de glissement est actif. Ceci requiert l'établissement d'un critère pour considérer un système de glissement s comme actif. Ce critère peut évidemment porter sur le glissement plastique γ^s, mais il semble également intéressant de considérer un second critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

La recherche des valeurs seuils les plus pertinentes s'appuie sur 3 considérations principales :

- Pour une déformation plastique globale de 1%, il a été montré expérimentalement sur un échantillon de 316L que la microstructure était entièrement écrouie. Pour cette même déformation plastique, la plasticité doit transparaître comme généralisée au sein des polycristaux unimodaux,
- Le nombre maximal de systèmes de glissement pouvant être activés simultanément est de 5 correspondant à la valeur maximale donnée par Taylor [211],
- La déformation se localise en bandes orientées à ±45° [205], probablement comme l'activation des systèmes de glissement, les deux étant par ailleurs reliés.

Dans l'objectif de comparer différents seuils, des champs illustrant le nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs sont présentés en figure 6.4 pour une déformation plastique globale de 1% pour un polycristal unimodal CG. Les différents champs établis grâce aux seuils les plus faibles $\gamma^T = 5 \times 10^{-4}$ (*cf.* figure 6.4a) et $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-5}$ (*cf.* figure 6.4b) illustrent un nombre de systèmes de glissement simultanément activés trop important (8 localement). Pour les seuils les plus élevés $\gamma^T = 5 \times 10^{-2}$ (*cf.* figure 6.4e) et $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-3}$ (*cf.* figure 6.4f), la plasticité n'apparait pas comme généralisée pour la déformation plastique considérée. Les seuils intermédiaires, $\gamma^T = 5 \times 10^{-3}$ et $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-4}$ conduisent respectivement aux champs présentés en figure 6.4c et 6.4d. Ces champs présentent des motifs de localisation sous forme de bandes orientées à ±45°. De plus, pour la déformation plastique considérée, les champs illustrent un nombre maximal de systèmes de glissement simultanément actifs égal à 5 et dans le cas du critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}$, la plasticité apparaît comme généralisée. Les seuils correspondant à $\gamma^T = 5 \times 10^{-3}$ et $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-4}$ correspondent aux meilleurs compromis vis-à-vis du nombre de systèmes simultanément actifs et de la représentation de la plasticité. En conséquence ils seront retenus pour la suite des analyses. Une présentation extensive de l'influence des seuils sur les champs des systèmes de glissement considérés comme actifs est faite en annexe A.10.

A partir de ces seuils, les champs d'activation des systèmes de glissement sont présentés en figure 6.5 pour 3 niveaux de déformation imposée, $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,25$, $0,5$ et 1%. Pour cette figure, les champs déterminés avec le seuil basé sur le glissement plastique γ^s sont présentés à gauche (6.5a, 6.5c et 6.5e) et ceux avec la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ à droite (6.5b, 6.5d et 6.5f).



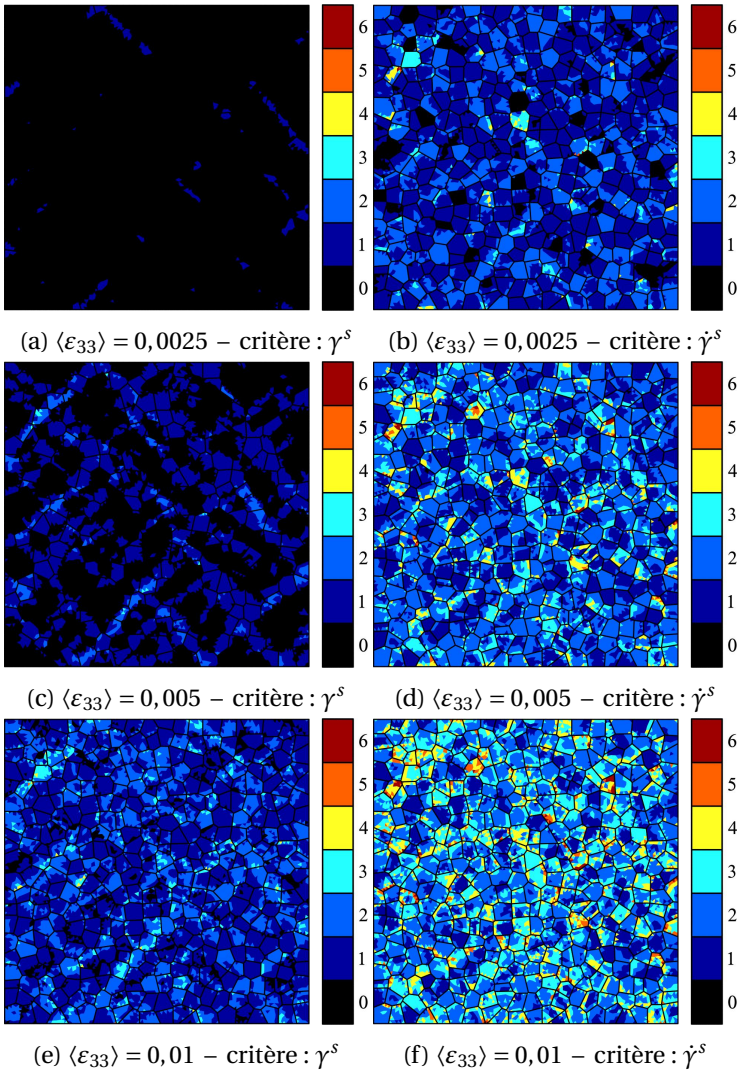
(a) $\gamma^T = 5 \times 10^{-4}$ (b) $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-5}$

(c) $\gamma^T = 5 \times 10^{-3}$ (d) $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-4}$

(e) $\gamma^T = 5 \times 10^{-2}$ (f) $\dot{\gamma}^T = 1 \times 10^{-3}$

FIGURE 6.4. – Champs d'activation des systèmes de glissement au sein d'un polycristal unimodal CG pour une déformation plastique globale de $\langle \varepsilon_{33}^p \rangle = 1\%$. Activation des systèmes de glissement au sein des éléments pour différents seuils appliqués sur (a,c,e) le glissement plastique γ^s et (b,d,f) la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. La direction de traction est verticale.

Le choix des seuils optimaux permet de valider le critère de Taylor [211], les échelles seront ainsi restreintes à 6 systèmes de glissements actifs. On s'intéresse dans un premier temps au critère basé sur γ^s pour une déformation macroscopique de $0,25\%$ (*cf.* figure 6.5a). Sur cette figure, un champ majoritairement élastique est observé. Cependant, localement, certaines zones entrent en plasticité et se répartissent sous forme de bandes orientées à $\pm 45°$. A $0,5\%$ de déformation macroscopique (*cf.* figure 6.5c), le nombre de bandes d'activité plastique est plus important, toujours orientées à $\pm 45°$. La majorité de ces bandes comporte un seul sys-



(a) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : γ^s (b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : $\dot{\gamma}^s$

(c) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : γ^s (d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : $\dot{\gamma}^s$

(e) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : γ^s (f) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : $\dot{\gamma}^s$

FIGURE 6.5. – Champs d'activation des systèmes de glissement au sein d'un polycristal unimodal CG pour différentes déformations macroscopiques (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,25\%$ (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,5\%$ et (e,f) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 1\%$. Activation des systèmes de glissement au sein des éléments sur la base des critères en γ^s ou $\dot{\gamma}^s$ avec des seuils de 5×10^{-3} et 1×10^{-4} respectivement. La direction de traction est verticale.

tème de glissement actifs, toutefois on peut remarquer localement jusqu'à 2 ou 3 systèmes actifs dans le prolongement des bandes déjà présentes à $0,25\%$ de déformation. Finalement, à 1%, le champ affiche une microstructure majoritairement écrouie (*cf.* figure 6.5e). A ce niveau de déformation, l'activité plastique s'est étendue aux zones encore élastiques à $0,5\%$, affichant en moyenne un seul système actif. Comme pour l'évolution décrite entre $0,25\%$ et $0,5\%$ de déformation, les zones présentant le nombre de systèmes de glissement actifs le plus

élevés (2 à 3) sont les bandes déjà visibles à 0,5%.

A partir du critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$, à 0,25% de déformation macroscopique, le champ présenté en figure 6.5b affiche une fraction élastique beaucoup plus faible que pour le critère γ^s. Les grains présentent de 0 à 3 systèmes de glissement actifs, mais la répartition spatiale de ces zones ne correspond pas aux bandes classiquement orientées à ±45°. Pour une déformation macroscopique de 0,5%, la microstructure est entièrement écrouie (*cf.* figure 6.5d) et le nombre de systèmes actifs observé est, dans l'ensemble, plus élevé que pour une déformation de 0,25%. Toutefois, contrairement au critère γ^s, à 0,5% de déformation (*cf.* figure 6.5b), les zones présentant le nombre de systèmes de glissement simultanément actifs les plus élevés (4 ou 5) ne correspondent pas en totalité à celle observées pour la déformation macroscopique de 0,25%. Un constat similaire peut être fait lors du passage de 0,5% (*cf.* figure 6.5d) à 1% de déformation (*cf.* figure 6.5f). De manière générale, pour les états de déformation considérés, on peut constater un nombre de systèmes de glissement simultanément actifs plus élevés pour le critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

Ces champs permettent d'illustrer la différence entre les résultats obtenus par ces deux critères. **L'utilisation d'un seuil sur le glissement plastique γ^s conduit à des champs représentant des motifs de localisation similaires à ceux pouvant être observés sur les champs de déformation. Le second critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ traduit une information instantanée. Ainsi, selon ce critère, certains systèmes peuvent être considérés comme actifs pour une certaine déformation totale puis désactivés par la suite et parmi ces systèmes actifs, seuls quelques-unes présenteront un glissement important, en lien avec la localisation de la déformation.** Ces deux critères sont donc complémentaires.

A partir d'informations à l'échelle des systèmes de glissement, ces critères permettent de traduire l'activité plastique du polycristal. Ainsi, pour décrire cette activité plastique moyenne, on propose de considérer deux nouvelles grandeurs :

- η : la fraction d'éléments considérés comme élastiques dans le polycristal (*cf.* figure 6.6a),
- $\langle v \rangle$: le nombre moyen de systèmes de glissements considérés comme actifs au sein des éléments eux-mêmes considérés comme plastiques (*cf.* figure 6.6b).

L'initiation de la plasticité survient pour un niveau de déformation plus faible dans le cas du polycristal CG et ce, pour les deux critères. Cependant la transition élastique/plastique sur la base du critère γ^s intervient, en comparaison au critère $\dot{\gamma}^s$, plus tard pour le polycristal (U)FG. Pour le critère $\dot{\gamma}^s$, qui traduit une information instantanée, la fraction élastique évolue exponentiellement avec le niveau de déformation (échelle logarithmique) jusqu'à $\eta = 20\%$ puis la transition élastique/plastique ralentie jusqu'à la généralisation de la plasticité. Pour ce critère, l'évolution est identique pour les deux polycristaux bien que débutant pour des niveaux de déformation différents. Pour le critère γ^s, l'évolution de la fraction élastique évolue exponentiellement en fonction de la déformation pour η compris entre 95% et 5% mais contrairement au critère $\dot{\gamma}^s$, cette évolution n'est pas identique pour les deux polycristaux.

L'évolution du nombre moyen de systèmes de glissement actifs $\langle v \rangle$ présente tout d'abord une variation brusque de ce nombre de 0 à 1 due à la manière dont cette valeur est évaluée (*cf.* figure 6.6b). En s'intéressant uniquement au nombre de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques, si aucun élément n'est plastique, le nombre de systèmes de glissement actifs est considéré comme égal à 0. Cette valeur évolue brusquement lorsqu'au moins un élément est considéré comme plastique. Pour le critère basé sur le glissement plastique γ^s, un palier est généralement observé pour 1 système de glissement car les premiers éléments plastiques affichent dans un premier temps un seul système actif. Peu après ce palier, à partir de $1,3\%$ et 1% pour les polycristaux unimodaux (U)FG et CG, le nombre de systèmes évolue exponentiellement avec la déformation (échelle logarithmique). L'évolution décrite par le critère $\dot{\gamma}^s$ est différente. Après la variation brusque du nombre de systèmes de glissement actifs de 0 à 1, ce nombre évolue exponentiellement avec la déformation (sans palier) puis ralentit à partir de $0,9\%$ et de $0,5\%$ pour les polycristaux unimodaux respectivement (U)FG et CG. Pour chaque critère, l'évolution de ce nombre de systèmes est similaire pour les deux polycristaux unimodaux bien qu'observés pour des niveaux de déformations différents. Cette différence entre les deux polycristaux peut, en partie, s'expliquer par l'écart de déformation plastique dû à une apparition prématurée de la plasticité au sein du polycristal CG. Pour ces deux polycristaux unimodaux, l'écart entre les critères γ^s et $\dot{\gamma}^s$ est plus faible pour le polycristal (U)FG. Pour un nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs sur la base du critère $\dot{\gamma}^s$, le glissement est globalement plus important sur ces systèmes. En conséquence, à 5% de déformation totale, bien que la plasticité soit généralisée au sein des deux polycristaux, le nombre de systèmes de glissement actifs au sein des deux polycristaux unimodaux est différent. A cet état de déformation, les nombres de systèmes de glissement actifs sont égaux pour les deux critères et cette valeur demeure inférieure à la valeur théorique maximale selon Taylor [211].

Les différences de comportements entre polycristaux unimodaux ont été mis en évidence par le biais des comportements macroscopiques en traction et par les champs de contrainte et de déformations associés à cette sollicitation. L'activation des systèmes a également été caractérisée ce qui permet de décrire la transition élastique/plastique des polycristaux unimodaux de manière plus fine. Ces résultats constituent ainsi la base des analyses qui seront conduites sur les polycristaux bimodaux.

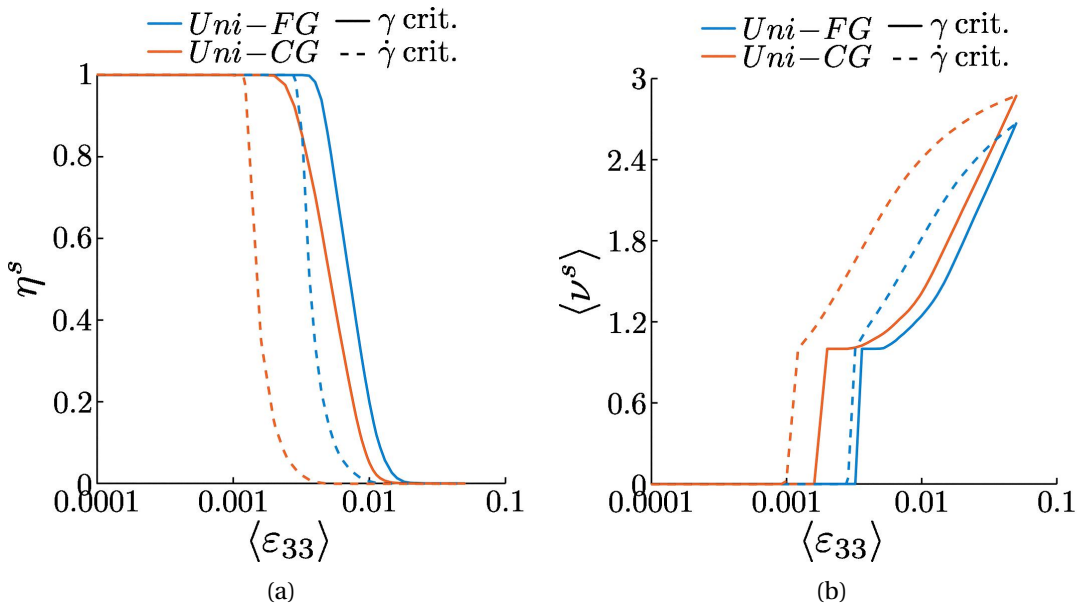
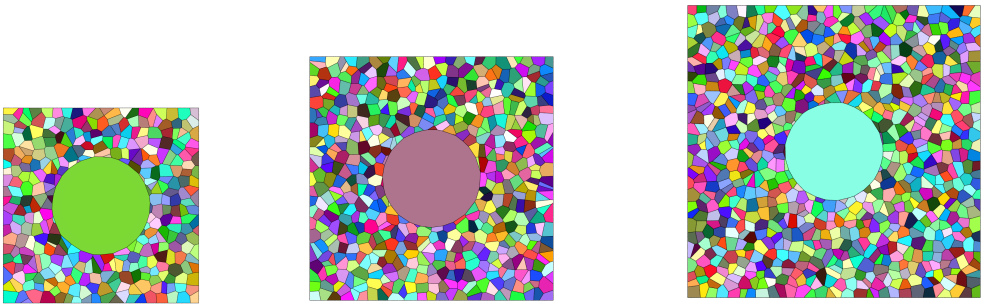


FIGURE 6.6. – (a) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$), en fonction de la déformation axiale imposée. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

6.2. Microstructures bimodales à un CG central

Avant de s'intéresser à des microstructures bimodales complexes présentant plusieurs CG, le cas du polycristal à un CG central permet, comme illustré dans le chapitre 5, de mettre en évidence des premières modifications du comportement en lien avec la présence du CG central. De plus ce type de microstructure permet de limiter les variabilités de configurations, ce qui simplifie l'étude de la fraction volumique ou bien de l'orientation cristallographique des CG.

La majorité des analyses au sein de cette partie se dérouleront sur 3 polycristaux différents présentés en figure 6.7. Ces 3 microstructures diffèrent par leur fraction volumique du CG central : 19,67% (*cf.* 6.7a), 12,56% (*cf.* 6.7b) et 8,73% (*cf.* 6.7c). Pour limiter l'influence de paramètres supplémentaires, les CG présentent tous la même orientation cristallographique et cette dernière a été sélectionnée pour conduire théoriquement à un glissement simple. Le volume des CG est également identique à la cylindricité des CG près (cylindricité dépendante des germes des grains (U)FG voisins du CG). Ces trois microstructures permettront donc de mettre en évidence l'influence du CG sur le comportement mécanique et de caractériser l'influence de la fraction volumique de CG sur ces mécanismes.



$Bi-1CG-f20$
$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 19,67\%$
$L = 10\,\mu m$
(a)

$Bi-1CG-f13$
$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 12,56\%$
$L = 12,5\,\mu m$
(b)

$Bi-1CG-f9$
$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 8,73\%$
$L = 15\,\mu m$
(c)

FIGURE 6.7. – Microstructures bimodales à un CG central retenues pour l'analyse de l'effet de la fraction volumique de CG.

6.2.1. Comportement en traction monotone

Comme pour les microstructures à distribution unimodale on s'intéresse dans un premier temps aux comportements en traction monotone des différents polycristaux bimodaux à un CG central (*cf.* figure 6.8). Ces comportements présentent sans surprise des comportements intermédiaires entre les deux polycristaux unimodaux (U)FG et CG. Les comportements des polycristaux bimodaux sont d'autant plus proches du polycristal unimodal (U)FG que leur fraction volumique de CG est faible. On peut également remarquer que les écarts de contraintes entre les différentes microstructures restent relativement constants au cours de la sollicitation. Ce constat suggère des mécanismes d'écrouissage similaires entre les différentes microstructures.

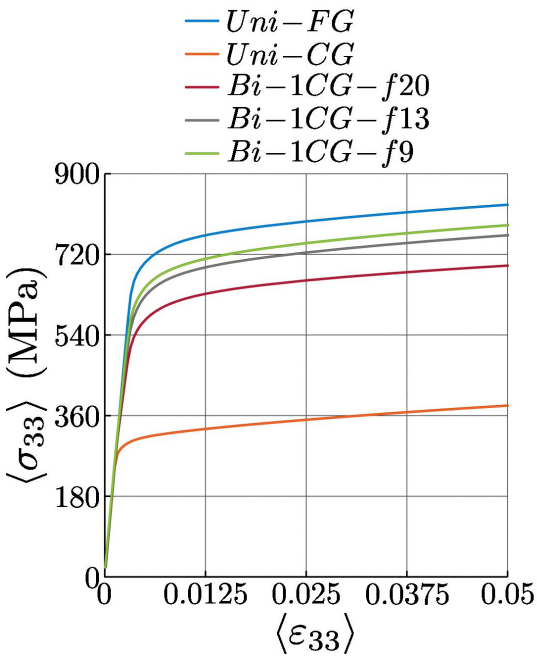


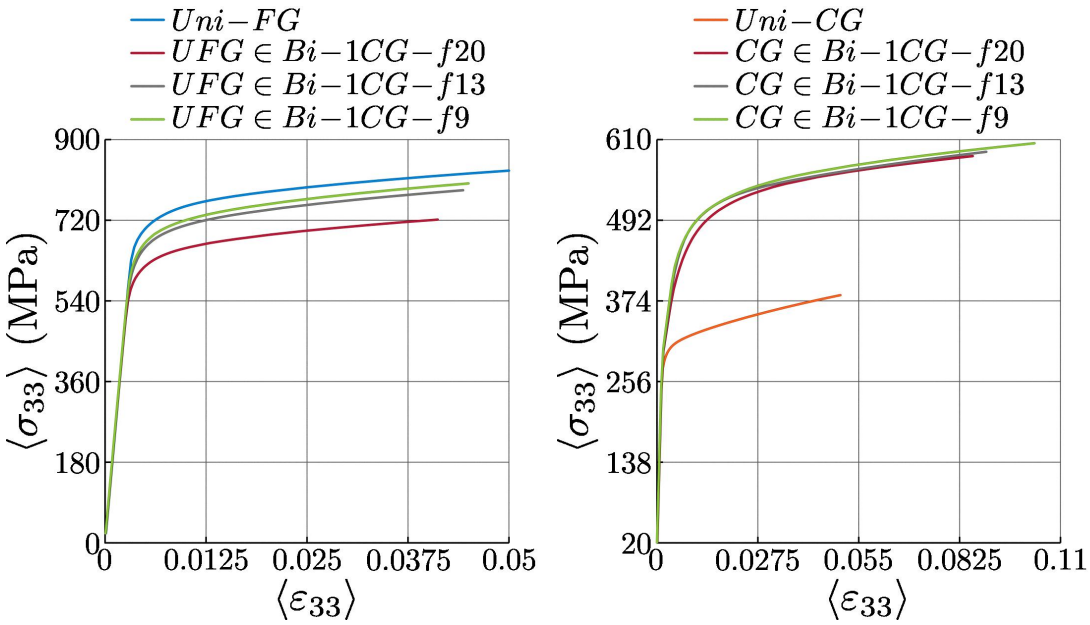
FIGURE 6.8. – Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de 3 polycristaux bimodaux à un CG central à différentes fractions volumiques de CG (19,67%,12,56% et 8,73%), et dont les populations de tailles de grains (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) correspondent aux tailles de grains moyennes des deux polycristaux unimodaux.

6.2.2. Comportement par population de tailles de grains

Cette partie porte sur l'analyse du comportement de chaque population de taille de grain dans les 3 polycristaux bimodaux à un CG central. Pour chaque population, une comparaison est effectuée avec le comportement de son homologue unimodal. Sur la figure 6.9a on observe à la fois une dépendance du niveau de contrainte et de déformation maximale à la fraction volumique de CG. En effet, pour des fractions volumiques de CG croissantes, la matrice semble moins se déformer au cours de la sollicitation et le niveau de contrainte diminue. Pour un niveau de déformation de 5% et pour des fractions volumiques croissantes ($f_{CG} = 8,73\%$, $f_{CG} = 12,56\%$ et $f_{CG} = 19,67\%$), les contraintes observées au sein des matrices (U)FG diminuent (800, 790 et 720 MPa). Pour ce même état de déformation macroscopique, les matrices (U)FG affichent également une déformation moyenne plus faible (4,5%, 4,4% et 4,1%).

Une comparaison similaire peut être effectuée entre le comportement des CG dans ces microstructures bimodales et le comportement du polycristal unimodal CG (*cf.* figure 6.9b). Pour une fraction volumique croissante, on observe, pour les contraintes, un effet similaire à celui observé pour la matrice (U)FG mais opposé pour les déformations. Les contraintes moyennes observées sont légèrement plus faibles (604, 592 et 586 MPa) avec l'augmentation du niveau de déformation et la déformation finale diminue significativement (10,3%, 9,0%

et 8,6%). En comparant leur comportement mécanique à celui de leur homologue unimodal, les CG présentent des niveaux de déformations axiales jusqu'à deux fois supérieurs à ceux imposés macroscopiquement. Leur niveau de contrainte est alors jusqu'à 200 MPa plus élevé. Le comportement mécanique des CG au sein d'une matrice (U)FG est donc radicalement différent de celui du polycristal unimodal CG.



(a) population (U)FG (b) population CG

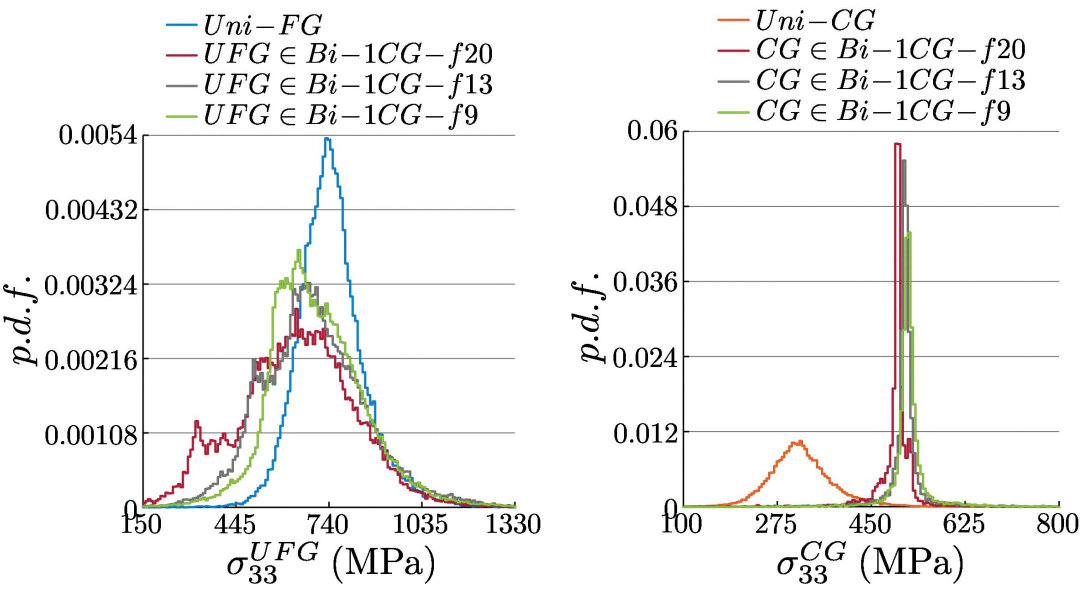
FIGURE 6.9. – Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale moyennées par population de tailles de grain s(a) (U)FG et (b) CG, au sein de différents polycristaux bimodaux à un CG central. Ces comportements par population de tailles de grains sont également comparés à leur homologue unimodal respectif.

Ces comportements moyens, présentés à l'échelle des populations de tailles de grains montrent clairement l'influence de la fraction volumique sur ces populations. Une analyse détaillée des distributions et des champs de contrainte et de déformations est cependant nécessaire pour appréhender les modifications du comportement à une échelle plus fine.

6.2.3. Etude des distributions

Comme pour les cas unimodaux, les distributions de contrainte sont présentées en figure 6.10. Pour faciliter l'analyse, ces distributions seront séparées par population de tailles de grains et présentées pour des déformations plastiques globales égales. On associe à l'analyse les distributions des polycristaux unimodaux homologues.

Les distributions de contrainte sont présentées au sein de la matrice (U)FG (*cf.* figure 6.10a) et sein des CG (*cf.* figure 6.10b). Pour la population (U)FG, les distributions montrent que la



(a) $\langle \varepsilon_{33}^{p} \rangle = 0,01$ (b) $\langle \varepsilon_{33}^{p} \rangle = 0,01$

FIGURE 6.10. – Distributions de contrainte axiale au sein des (a) matrices (U)FG et (b) des CG provenant de différents polycristaux bimodaux à un CG central. Déformation plastique globale de 1% pour tous les échantillons considérés.

bimodalité ne modifie pas les valeurs de contraintes élevées. En revanche, un effet important de la bimodalité est observé pour les valeurs faibles de contraintes.

Concernant les contraintes des CG, la distribution de contrainte du polycristal unimodal est forcément plus large dû à son grand nombre d'individus. Comme présenté sur les comportements moyennés au sein des CG (*cf.* figure 6.9b), le mode des distributions de contrainte est observé pour des valeurs de contraintes plus élevées pour une fraction volumique décroissante. Le mode de la distribution est également observé pour une densité de probabilité légèrement plus faible du fait d'un élargissement des distributions.

Ces distributions de contrainte peuvent être résumées par leur variance et leur asymétrie (moment d'ordre 2 et 3 respectivement), présentées respectivement figure 6.11a et figure 6.11b pour la matrice (U)FG. La variance, observée au sein de la matrice (U)FG, permet de constater une modification de la répartition des contraintes après déclenchement de la plasticité pour $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,1\%$. De plus, la variance est plus élevée pour des fractions volumiques importantes même si, pour des fractions volumiques faibles, la différence avec celle du polycristal unimodal (U)FG reste faible. Une fois la plasticité généralisée, les variances tendent à évoluer de manière linéaire, sans tenir compte de l'éventuelle bimodalité du polycristal. Pour des fractions volumiques de CG croissantes, la dispersion des contraintes est plus importante au sein de la matrice (U)FG.

L'étude de l'asymétrie, présentée en figure 6.11b pour les matrices (U)FG, apporte des in-

formations supplémentaires et permet de quantifier la modification de la répartition des contraintes dû à la plasticité du CG. L'asymétrie initialement nulle, diminue lorsque le CG entre en plasticité. Toutefois, bien que la répartition des contraintes soit modifiée, ceci n'est pas dû à la plasticité de la matrice (U)FG. On rappelle qu'une valeur d'asymétrie négative correspond à une queue de distribution étalée vers les basses valeurs. Puis une fois un niveau de déformation de 0,3% atteint, l'asymétrie augmente, change de signe et reste positive jusqu'à 5% de déformation totale. Cette description de l'asymétrie permet de mettre en évidence une différence de comportement entre les polycristaux bimodaux. Le polycristal présentant la fraction volumique la plus importante se différencie des autres polycristaux et l'asymétrie reste négative pour une déformation totale plus élevée. Pour les autres polycristaux, l'évolution de l'asymétrie est similaire puis se différencie peu après le déclenchement de la plasticité de la matrice (U)FG. Pour ces microstructures, les valeurs d'asymétrie sont d'autant plus importantes que la fraction volumique est élevée.

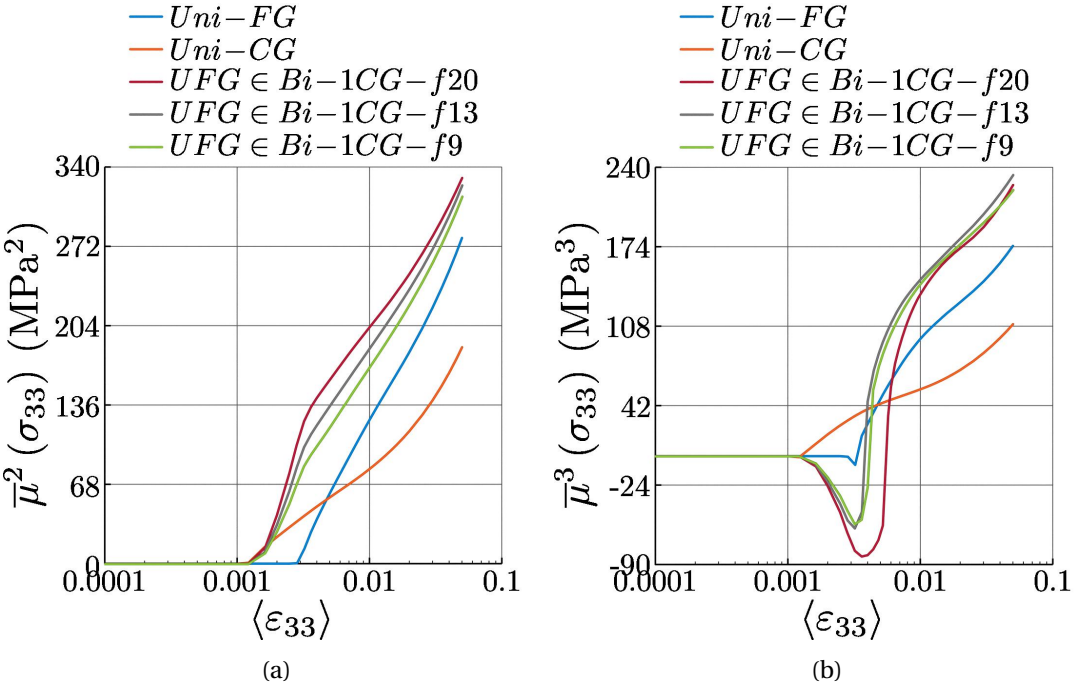


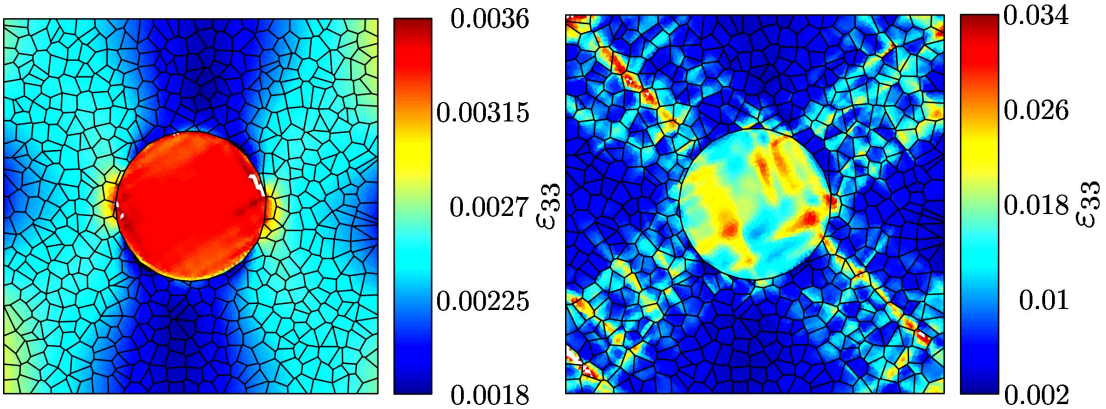
FIGURE 6.11. – Moments de la distribution de contrainte axiale au sein de la matrice (U)FG : (a) variance et (b) asymétrie. A titre de comparaison, les moments des distributions des polycristaux unimodaux (U)FG et CG sont également renseignées.

Ces analyses conduites sur les distributions par le biais des moments semblent montrer qu'une fraction volumique élevée de CG favorise la réduction des contraintes au sein de la matrice (U)FG avec l'activation de la plasticité du CG ($\overline{\mu}^3(\sigma_{33}) < 0$). Avec l'augmentation de la déformation et la généralisation de la plasticité, les valeurs d'asymétrie positives semblent indiquer une diminution de ce phénomène. Ces différents résultats suggèrent donc une mo-

dification de la répartition spatiale des contraintes et des déformations au sein des microstructures bimodales. Pour vérifier ce phénomène, un examen des champs de contrainte et de déformations est nécessaire.

6.2.4. Champs de déformations et contraintes

On poursuit les analyses dans cette partie avec les champs de déformation et de contrainte. Pour faciliter la visualisation de la répartition des contraintes au sein des deux populations de tailles de grains, les champs de contrainte seront présentés avec une double échelle (une par population de grains). En revanche, les champs de déformation seront présentés avec une échelle commune aux deux populations de tailles de grains (faible effet de taille de grains (*cf.* figure 6.2c)). Afin de simplifier l'analyse, les champs de contrainte et de déformation seront présentés pour un seul polycristal bimodal à un CG central de fraction volumique intermédiaire (13%). Toutefois l'analyse des phénomènes de localisation sera effectuée sur les autres polycristaux bimodaux présentés jusque-ici.



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$

FIGURE 6.12. – Champs de déformation axiale au sein du polycristal $Bi{-}1CG{-}f13$ pour deux niveaux de déformation imposée. La direction de traction est verticale.

Premièrement, concernant les champs de déformation axiale, ces derniers sont représentés en figure 6.12 pour deux niveaux de déformation : 0,25% (*cf.* figure 6.12a) et 1% (*cf.* figure 6.12b). Le premier champ permet de justifier l'usage d'une simple échelle pour la visualisation des champs de déformation des polycristaux bimodaux. A ce niveau de déformation, le CG affiche un comportement plastique, le contraste de propriétés entre le CG et la matrice (U)FG conduit à l'apparition d'un canal de basse déformation à la verticale du CG le long de la direction de traction et deux lobes de déformations élevées de part et d'autre du CG. Pour ce niveau de déformation de 0,25%, la déformation moyenne au sein du canal n'est que de 0,18% contre 0,37% au sein des lobes de part et d'autre du CG.

A 1% de déformation totale, le champ de déformation axiale présenté en figure 6.12b met en évidence la localisation de la déformation sous forme de bandes orientées à ±45° au sein de

la matrice (U)FG. La répartition spatiale des motifs de localisation est différente de celle observée dans les polycristaux unimodaux (*cf.* figure 6.2). Ces bandes de localisation ont pour source le CG central, et plus précisément, les bandes de localisation au sein du CG. A ce niveau de déformation de 1%, des valeurs maximales de 3% peuvent être observées aussi bien dans la matrice (U)FG qu'au sein du CG. Des valeurs de déformations très faibles de 0,2% peuvent également être relevées à la verticale et positionnées de manière équatoriale au CG.

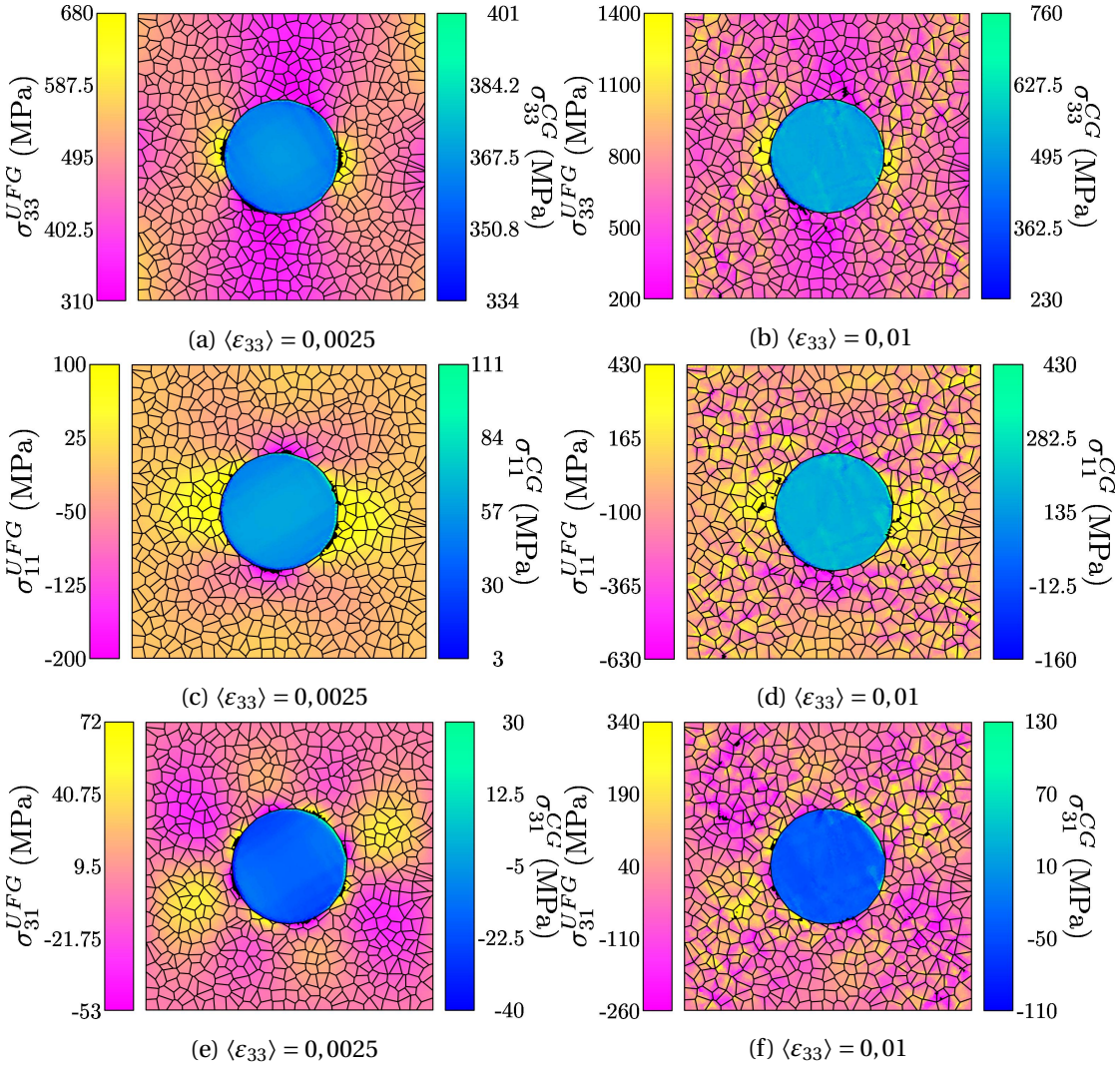


FIGURE 6.13. – Champs de contraintes (a,b) axiale, (c,d) transverse et (e,f) de cisaillement au sein du polycristal $Bi{-}1CG{-}f13$. Les champs présentent une double échelle pour permettre la visualisation des phénomènes apparaissant respectivement dans la matrice (U)FG ou dans le CG. La direction de traction est verticale.

Pour 0,25% de déformation macroscopique, le champ de contrainte axiale présenté en fi-

gure 6.13a est similaire à celui de déformation axiale car la matrice (U)FG se comporte de manière élastique. A ce niveau de déformation le CG démontre un comportement plastique et présente donc une contrainte plus faible que celle pouvant être observée au sein de la matrice (U)FG. On observe toutefois, au sein du canal de basse contrainte à la verticale du CG, des contraintes inférieures à celle du CG, 310 MPa contre 330 MPa au sein du CG. Ce champ permet également de constater des valeurs de contraintes jusqu'à 680 MPa de part et d'autre du CG.

La sollicitation en traction uniaxiale conduit à des contraintes transverses et de cisaillement en moyenne nulles mais localement les champs ne sont pas nuls (*cf.* figures 6.13c et 6.13e). Pour le même niveau de déformation imposée, $0,25\%$, les contraintes transverses au sein de la matrice (U)FG présentent deux lobes en traction de part et d'autre du CG. Deux lobes en compression sont également positionnés à la verticale du CG. Par ailleurs les valeurs de contrainte observées au sein des zones en compression sont 2 fois plus élevées qu'au sein des zones en traction. Le CG quant à lui est uniquement soumis à des contraintes de traction.

Le champ des contraintes de cisaillement présenté en figure 6.13e permet d'observer 8 lobes de petite dimension (équivalent au diamètre d'un grain (U)FG) à l'interface (U)FG/CG. Quatre de ces 8 lobes possèdent des valeurs positives et quatre des valeurs négatives répartis de manière alternée. Au-delà de cette interface, 8 lobes sont également présents au sein de la matrice (U)FG présentant la même alternance de signe mais décalée par rapport aux lobes positionnés à l'interface. Les valeurs de contraintes sont par ailleurs plus élevées au niveau de l'interface. Au sein de la matrice (U)FG, les valeurs absolues de contraintes sont similaires, le même constat peut être fait au sein du CG.

Pour un niveau de déformation de 1%, le champ de contrainte axiale présenté en figure 6.13b illustre toujours la présence d'un canal de basse contrainte positionné à la verticale du CG et de deux lobes de surcontrainte positionnés de part et d'autre du CG. A ce niveau de déformation, le déclenchement de la plasticité des grains de la matrice (U)FG dépend, d'une part, de la localisation des contraintes générée par la plasticité du CG mais également de leur limite d'élasticité individuelle. Ceci permet d'expliquer les variations locales de contraintes ou de déformations au-delà de l'établissement d'un motif initié par le CG à $0,25\%$ de déformation et conservé par la suite. En comparant les contraintes à celles observées à $0,25\%$ de déformation, celles observées dans le canal de basse contrainte sont inférieures à 1% de déformation (200 contre 310 MPa à $0,25\%$). Cependant les valeurs de surcontrainte sont plus de deux fois plus élevées qu'à $0,25\%$.

A ce second niveau de déformation, le champ des contraintes transverses présente en figure 6.13d deux zones en traction de part et d'autre du CG et deux zones en compression à la verticale du CG. Au sein de la matrice (U)FG, les contraintes de compression sont $1,5$ plus élevées que celles de traction. A cet état de déformation, on distingue au sein du CG des zones en compression (jusqu'à 160 MPa) et des zones en traction (jusqu'à 430 MPa). Pour ce qui est des contraintes de cisaillement présentées en figure 6.13f, les lobes sont plus difficilement observables au sein de la matrice (U)FG car influencés par l'écrouissage des différents

grains. Les valeurs de contraintes de traction et de compression demeurent similaires à la fois dans la matrice et dans le CG.

En conclusion, pour un niveau de déformation de 0,25%, seul le CG a un comportement plastique. Ce comportement non-linéaire lié à son écrouissage ne permet pas l'augmentation des contraintes au même niveau que celui de la matrice. Ceci modifie la répartition des déformations et des contraintes au sein de la microstructure créant des motifs de localisation similaires à ceux d'une plaque trouée. Les champs de contrainte et de déformations axiales présentent des valeurs faibles au sein d'un canal à la verticale du CG, ces valeurs semblent d'autant plus faibles que le niveau de déformation augmente. Toutefois on peut également observer des zones de surcontrainte de part et d'autre du CG, zones où va s'initier la plasticité au sein de la matrice (U)FG. Pour un niveau de déformation de 1%, la déformation s'est clairement localisée au sein de la matrice (U)FG prenant pour source la localisation de la déformation au sein du CG. Ces différences de déformations axiales permettent de préserver des zones de faibles déformations de part et d'autre du CG et à sa verticale (où se trouve le canal de basse contrainte).

6.2.5. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique

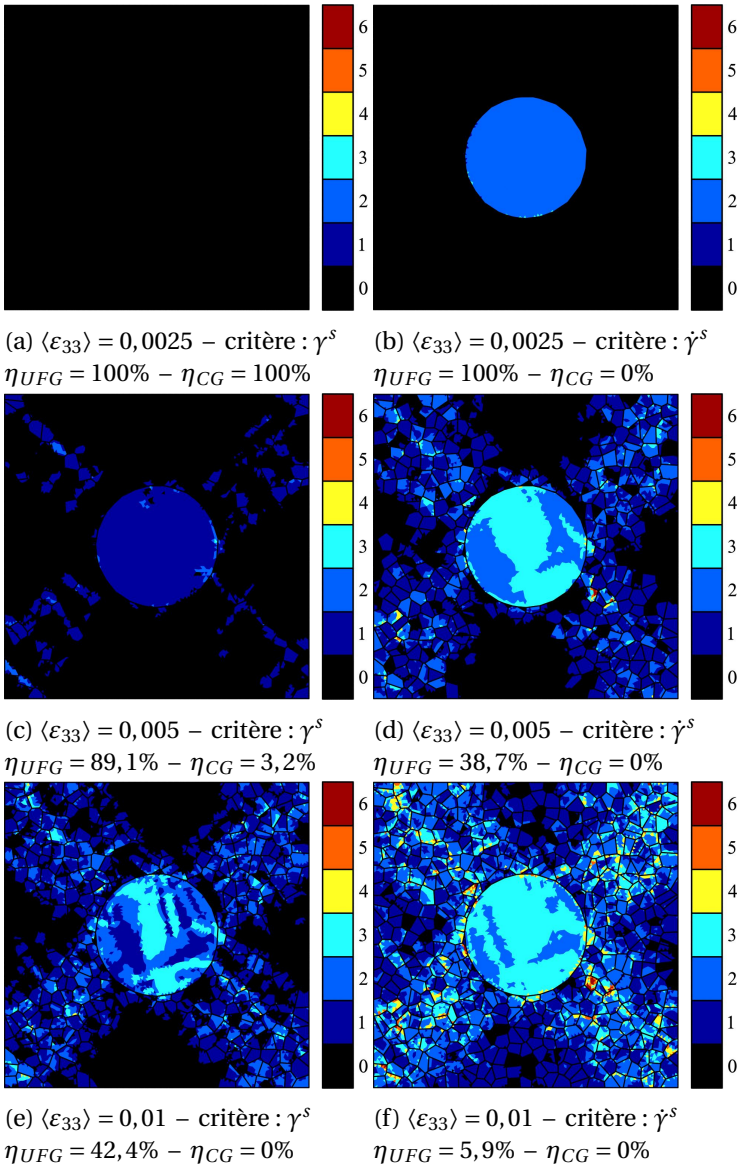
Pour le polycristal $Bi-1CG-f13$, le premier champ représente pour 0,25% de déformation imposée le nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs sur la base du critère γ^s (*cf.* figure 6.14a). A ce niveau de déformation, aucune activation des systèmes n'est constatée. Cependant, à partir de 0,5% de déformation (*cf.* figure 6.14c), l'activation des systèmes de glissement est uniforme au sein du CG et certains systèmes sont activés au sein de la matrice (U)FG selon des bandes orientées à ±45°. Le nombre de systèmes de glissement reste jusque-là relativement faible (1 système actif). A proximité du joint de grain au sein du CG, jusqu'à 2 systèmes de glissement peuvent être activés pour accommoder les déformations. A 1% de déformation (*cf.* figure 6.14e), le nombre de systèmes de glissement activés est plus important au sein du CG et jusqu'à 4 systèmes sont activés localement au niveau du joint de grain. De plus la plasticité se localise au sein de la matrice (U)FG au sein des bandes orientées à ±45° et la largeur de ces bandes semble correspondre au diamètre du CG. Quatre zones sont alors exemptes de plasticité, positionnées de manière équatoriale et à la verticale du CG.

Les champs établis grâce au critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ apportent des informations différentes. **En effet, selon le critère $\dot{\gamma}^s$, un système de glissement peut être considéré comme actif à un instant de la sollicitation puis désactivé par la suite si sa vitesse de glissement plastique devient inférieure au seuil d'activation.** Ce premier champ, présenté en figure 6.14b pour une déformation de 0,25% met en évidence l'activation des premiers systèmes de glissement au sein des CG. Toutefois la répartition du nombre de systèmes de glissement n'est pas uniforme, à proximité du joint de grain, le nombre de systèmes de glissement est plus élevé (3 ou 4 systèmes actifs) pour accommoder les déformations. Deux lobes peuvent également être observés au sein du CG présentant un nombre plus faible de systèmes activés (2 systèmes actifs). La position de ces derniers correspond aux zones de faible cisaillement. A partir de 0,5% de déformation (*cf.* figure 6.14d), la déformation axiale

commence à se localiser (*cf.* figure 6.13f) et deux lobes présentent toujours un nombre de systèmes activés plus faible (2 systèmes actifs). Les dernières sont à présent positionnés entre les bandes de localisation au sein du CG. La matrice (U)FG présente également une activation de ses systèmes de glissement (1 ou 2 systèmes actifs), localisée sous forme de bandes orientées à ±45° et ayant pour source le CG. A 1% de déformation (*cf.* figure 6.14f), la plasticité apparait comme quasiment généralisée au sein de la matrice (U)FG et le nombre de systèmes de glissement activés est plus important (1 à 3, voire jusqu'à 5 systèmes actifs localement). Certains grains, positionnés à la verticale du CG ne présentent toujours aucune activation de leur système de glissement.

Pour quantifier ce retard d'activation de la plasticité au sein de la matrice (U)FG, la fraction volumique d'éléments élastiques est présentée en figure 6.15a. L'utilisation des deux critères d'activation conduisent au même constat. Pour une faible fraction volumique de CG, la plasticité n'est que peu retardée. Au sein du polycristal unimodal (U)FG cette dernière peut être considérée comme généralisée à partir de 1,8% et 0,93% pour les critères γ^s et $\dot{\gamma}^s$. En revanche lorsqu'un CG est présent au sein de la microstructure, pour des fractions volumiques croissantes, elle apparait comme généralisée au sein de la matrice (U)FG à partir de 2,5% et 4% pour le critère γ^s. Un constat similaire peut être fait à partir du critère sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ pour lequel elle est détectée à partir de 1,6% et 3%. Quel que soit le critère considéré, plus la fraction volumique de CG est importante, plus la plasticité est retardée au sein de la matrice (U)FG. **Ces deux critères, complémentaires, montrent donc de manière claire un retard de l'activation de la plasticité dans certaines zones de la matrice (U)FG. Ce retard est d'autant plus important que la fraction volumique de CG est importante.**

Le nombre de systèmes de glissement actifs dans les éléments considérés comme plastiques est également présenté en figure 6.15b. Pour les deux critères, la variation brusque de 0 à 1 du nombre de systèmes de glissement actifs est observé pour des niveaux de déformation plus faibles pour la matrice (U)FG des polycristaux bimodaux. Ce phénomène résulte des lobes de surcontrainte de part et d'autre des CG suite à leur entrée en plasticité (*cf.* figure 6.13e). Ceci n'est pas visible sur la fraction élastique car seule une très faible portion de la microstructure est affectée. L'évolution décrite par le critère $\dot{\gamma}^s$ est relativement similaire entre les différentes matrices (U)FG et leur homologue unimodal. Une variation brusque est toutefois observable pour le polycristal $Bi{-}1CG{-}f20$ vers 2% de déformation qui est également visible sur l'évolution de la fraction élastique (*cf.* figure 6.15a). Pour le critère γ^s, alors que le polycristal unimodal (U)FG démontre une évolution clairement exponentielle en fonction de la déformation, l'évolution semble se faire en deux temps pour les matrices (U)FG des polycristaux bimodaux. Comme pour les polycristaux unimodaux (*cf.* figure 6.6b), à 5% de déformation totale, les nombres de systèmes de glissement considérés comme actifs sont égaux pour les deux critères. Peu après l'activation de la plasticité, le nombre de systèmes de glissement déterminé pour le critère $\dot{\gamma}^s$ est plus important. **Beaucoup de systèmes sont activés mais peu accumulent assez de glissement pour franchir le seuil γ^s.** Au cours de la sollicitation, le glissement s'accumule sur les différents systèmes de glissement, ce qui s'illustre à 5% de déformation totale par une nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs égaux



(a) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 100\%$

(b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(c) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 89,1\%$ – $\eta_{CG} = 3,2\%$

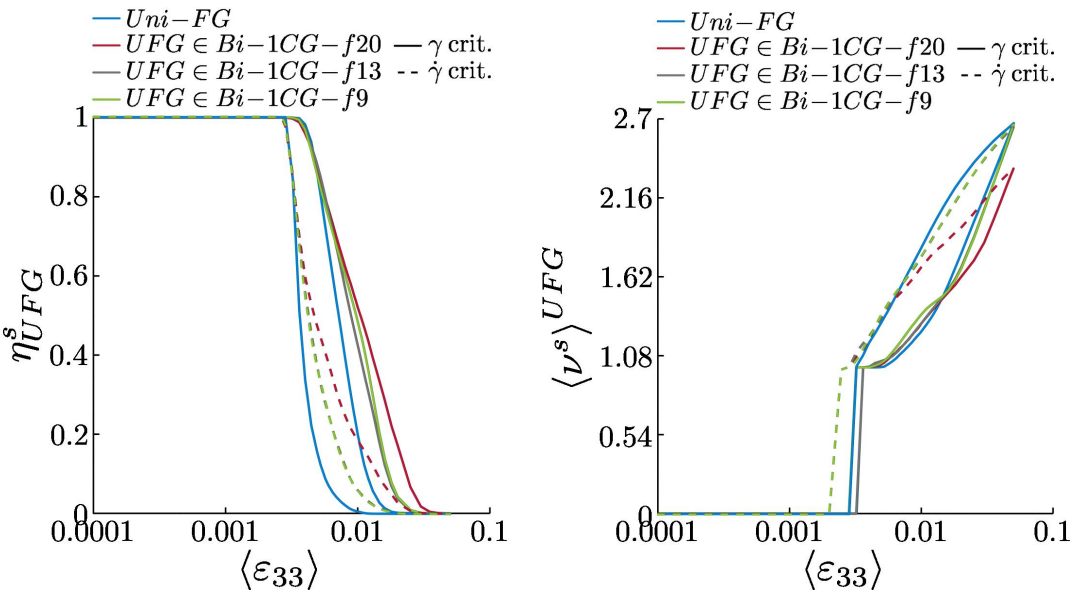
(d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 38,7\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(e) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 42,4\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(f) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 5,9\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

FIGURE 6.14. – Nombre de systèmes de glissement actifs au sein du polycristal $Bi-1CG-f13$ à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. L'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale.

selon les deux critères.

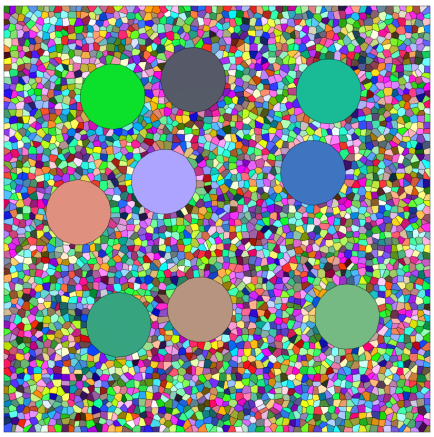


(a) (b)

FIGURE 6.15. – (a) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$), en fonction de la déformation axiale imposée. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

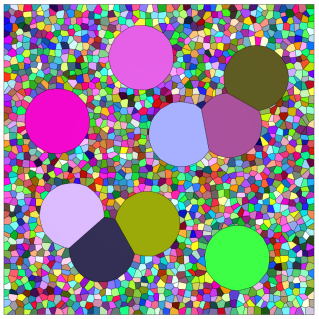
6.3. Analyses de microstructures complexes

Les microstructures bimodales à un CG central ont permis de mettre en évidence la redistribution des contraintes associées à la plasticité prématurée des CG. En comparaison au polycristal unimodal (U)FG, la transition élastique/plastique est repoussée vers des niveaux de déformations plus élevés pour certaines zones de la matrice (U)FG. Toutefois, l'étude de ces microstructures modèles ne permet pas de traduire toute la complexité des phénomènes se déroulant au sein d'une microstructure plus complexe. Afin de se rapprocher des microstructures réelles, au sein de cette partie, deux microstructures bimodales à 9 CG seront étudiées dont les CG sont, isolés (*cf.* figure 6.16a) ou partiellement agrégés (*cf.* figure 6.16b). Ces microstructures ont été générées au cours des travaux de thèse de B. Flipon [21] pour étudier à la fois l'impact de la fraction volumique de CG et de la répartition spatiale des CG. Pour être représentatives, ces polycristaux sont composées de 9 CG et les distances des CG aux bordures du domaine sont d'au moins 4 grains de la matrice (U)FG [17].



$Bi-9CG-f16$
$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 16,28\%$
$L = 33\,\mu m$

(a)



$Bi-9CG-f29$
$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 29,15\%$
$L = 24\,\mu m$

(b)

FIGURE 6.16. – Microstructures bimodales à 9 CG dans une configuration (a) isolée ou (b) partiellement agrégée. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG.

6.3.1. Comportements en traction monotone

On se propose, dans un premier temps, de comparer le comportement en traction monotone de deux polycristaux bimodaux à 9 CG, d'une part, aux comportements des polycristaux unimodaux et, d'autre part, à des polycristaux bimodaux à un CG central. Ces derniers seront choisis de telle sorte que leur fraction volumique de CG encadre la valeur du polycristal à 9 CG isolés. Les comportements macroscopiques mécaniques en traction monotone sont présentés en figure 6.17

Au sein des paragraphes précédents relatif aux polycristaux bimodaux simplifiés (section 6.2), nous avons souligné que l'écart de contrainte entre les comportements macroscopiques des différents polycristaux à un CG central restait relativement constant au cours de la sollicitation (*cf.* figure 6.8). Toutefois, en comparant ces microstructures aux microstructures bimodales à 9 CG, on se rend compte que cet écart n'est plus constant ce qui suggère une modification des mécanismes d'écrouissage. A 5% de déformation, le polycristal à 9 CG isolés présente une contrainte plus élevée que celle attendue pour sa fraction volumique. Pour cette fraction volumique ($f_{CG} = 16,28\%$), son comportement devrait être intermédiaire aux deux polycristaux bimodaux à un CG central représentés sur ce graphe ($f_{CG} = 19,67$ et $f_{CG} = 12,56$). Afin de mieux comprendre ce phénomène, le paragraphe suivant va s'intéresser aux comportements par population de grains.

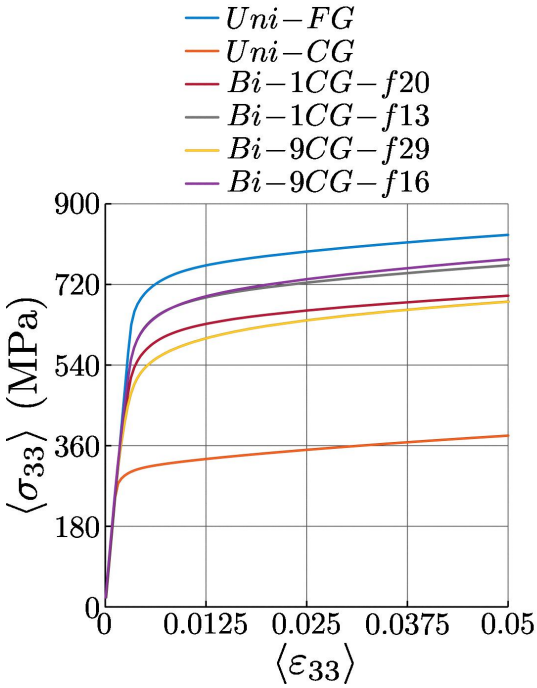


FIGURE 6.17. – Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de polycristaux bimodaux à 9 CG partiellement agrégés ou isolés. Les populations de tailles de grains (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) correspondent aux tailles de grains moyennes des deux polycristaux unimodaux.

6.3.2. Répartition spatiale des déformations et contraintes

De manière à étudier les couplages entre la matrice (U)FG et les CG, les champs de déformation et de contrainte axiale sont respectivement présentés en figure 6.18 et 6.19 pour les deux microstructures à 9 CG et deux niveaux de déformation 0,25% et 0,5%. Les distributions statistiques de ces déformations et contraintes sont aussi présentées sur ces deux figures. Pour simplifier l'analyse, seules les valeurs observées au sein des matrices (U)FG des différents polycristaux seront représentées. A titre de comparaison les distributions associées au polycristal unimodal (U)FG et à deux polycristaux bimodaux à un CG central sont également tracées.

A 0,25% de déformation totale, le comportement du polycristal unimodal (U)FG est encore élastique et l'ensemble des éléments présentent la même valeur de déformation et de contrainte (élasticité isotrope). Pour des raisons de représentation, la valeur maximale de densité de probabilité illustrée sur les axes des histogrammes (*cf.* figures 6.18e et 6.19e) ne correspond pas à la valeur associée pour le polycristal unimodal (U)FG (valeur tronquée).

Concernant la description des champs et des distributions de déformation axiale, pour un premier niveau de déformation de 0,25%, les champs de déformation sont représentés en

	$Bi-9CG-f16$		$Bi-9CG-f29$	
ε_{33}	$0,0025$	$0,005$	$0,0025$	$0,005$
C^{1}_{UFG}	$0,0020$	$0,0025$	$0,0017$	$0,0019$
C^{99}_{UFG}	$0,0027$	$0,0093$	$0,0028$	$0,0117$
C^{1}_{CG}	$0,0025$	$0,0043$	$0,0021$	$0,0032$
C^{99}_{CG}	$0,0036$	$0,0113$	$0,0042$	$0,0177$

TABLEAU 6.2. – Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de déformation axiale des polycristaux bimodaux à 9 CG.

figures 6.18a et 6.18c pour la microstructure à CG isolés et partiellement agrégés, respectivement. Pour faciliter la comparaison des déformations observées au sein des champs, les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte sont résumés au sein du tableau 6.2. A ce niveau de déformation, seuls les CG sont entrés en plasticité (*cf.* figure 6.6a) et les matrices (U)FG se comportent toujours de manière élastique, comme pour les polycristaux bimodaux à un CG central (*cf.* figure 6.15a). Cette différence de comportement conduit à la modification de la répartition des déformations. Contrairement aux microstructures bimodales simplifiées, les microstructures comportent, pour les deux configurations, 9 CG, ce qui permet d'assister aux différentes interactions entre CG. Pour chaque CG, on peut observer la présence d'un canal de basse déformation à la verticale du CG. Le champ de déformation de la microstructure à CG isolés (*cf.* figure 6.18a) présente clairement des interactions verticales entre ces canaux. Les CG se trouvant à des distances plus élevées des limites du domaine, cette microstructure permet également d'observer au-delà des lobes de déformations élevées, des zones de basses déformations. Pour la microstructure à CG partiellement agrégés, les canaux de basse déformation sont particulièrement marqués à la verticale des agrégats (*cf.* figure 6.18c). Pour ce niveau de déformation, les déformations observées au sein de la matrice (U)FG sont plus faibles pour le polycristal à CG partiellement agrégés ($0,17\%$ contre $0,2\%$ pour le 1er centile). En contrepartie, les déformations observées au sein des CG présentent des valeurs plus importantes ($0,42\%$ contre $0,36\%$ pour le 99e centile). On peut d'ores et déjà remarquer, à ce niveau de déformation, une hétérogénéité des déformations au sein des CG plus importantes pour le polycristal à CG partiellement agrégés (facteur 2 entre les 1er et 99e centiles contre $1,44$).

Pour une déformation macroscopique de $0,5\%$, la localisation de la déformation s'est établie au sein des deux microstructures. Les champs présentés en figures 6.18b et 6.18d pour ce niveau de déformation présentent des phénomènes de localisation radicalement différents. Pour la microstructure à CG isolés, la déformation se localise sous forme de bandes orientées à $\pm 45°$ et prenant pour origine les CG. Pour cette microstructure, chaque CG est à l'origine de phénomènes de localisation. En revanche, pour la microstructure à CG partiellement agrégés, les CG sont positionnés de telle manière qu'une bande de localisation peut traverser les deux agrégats. Ainsi, la localisation n'est plus organisée sous forme de bandes orientées à $\pm 45°$ comme la localisation de la déformation décrite jusque-là. Cette localisation en bande permet également de constater que les CG en dehors des agrégats et de la bande de loca-

	$Bi-9CG-f16$		$Bi-9CG-f29$	
ε_{33}	0,0025	0,005	0,0025	0,005
C^1_{UFG} (MPa)	352	385	311	217
C^{99}_{UFG} (MPa)	570	927	578	930
C^1_{CG} (MPa)	346	390	318	322
C^{99}_{CG} (MPa)	588	601	430	424

TABLEAU 6.3. – Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte axiale des polycristaux bimodaux à 9 CG.

lisation associée se déforment beaucoup moins (0,32% pour le 1er centile) que les CG présents dans la microstructure à CG isolés (0,43% pour le 1er centile). Cette remarque souligne l'augmentation de l'hétérogénéité des déformations au sein des CG (facteur 5,5 contre 2,6 entre 99e et 1er centiles). Au sein de la microstructure à CG isolés, cette hétérogénéité est plus faible car tous les CG interviennent dans les phénomènes de localisation. Cette dernière est similaire à ce qui avait pu être observée dans les microstructures bimodales simplifiées, sous forme de bandes orientées à ±45° prenant pour source les CG. Toutefois ces phénomènes de localisation mieux répartis spatialement conduisent à une déformation de la matrice plus élevée (0,25% contre 0,19%pour le 1er centile).

La comparaison des distributions de déformation au sein des matrices (U)FG des deux polycristaux (*cf.* figure 6.18f) illustre l'impact direct de la localisation sous la forme d'une bande. Bien que des valeurs de déformations locales importantes puissent être observées sur le champ 6.18d, dans l'ensemble, les déformations observées au sein de la matrice de la microstructure $Bi-9CG-f29$ sont plus faibles. Le mode de la distribution associée à la microstructure $Bi-9CG-f16$ est également observé pour une densité de probabilité plus faible, ce qui suggère une largeur de distribution plus importante.

Concernant les contraintes axiales, on peut remarquer, grâce aux champs présentés pour un niveau de déformation de 0,25% (*cf.* figures 6.19c et 6.19a), une certaine similarité entre la répartition des déformations et des contraintes à ce même niveau de déformation. Comme pour les déformations axiales, les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte sont résumés au sein du tableau 6.3. De manière similaire à ce qui avait pu être décrit sur les champs de déformation, chaque CG modifie la répartition des contraintes dans son voisinage. Pour chaque CG, on peut observer la présence d'un canal de basse contrainte à la verticale et deux lobes de surcontrainte situés de part et d'autre du CG. Les CG regroupés sous forme d'agrégats semblent conduire à des canaux de basse contrainte plus larges. Concernant les contraintes élevées, elles sont similaires au sein des matrices (U)FG (578 et 570 MPa pour le 99e centile) mais différentes au sein des CG où elles sont sont significativement plus élevées dans le polycristal à CG isolés, 588 contre 430 MPa pour le 99e centile. Les valeurs de contraintes observées au sein des canaux sont plus faibles au sein du polycristal à CG partiellement agrégés (311 contre 352 MPa pour le 1er centile). Ces valeurs de contraintes basses, observées au sein des matrices (U)FG sont similaires à celles observés au sein des CG.

Pour une déformation macroscopique de 0,5%, les matrices (U)FG des deux polycristaux présentent un comportement plastique et la répartition des contraintes s'en voit ainsi modifiée. Cependant on peut toujours apercevoir la présence de canaux de basse contrainte au sein des deux microstructures (*cf.* figures 6.19d et 6.19b). Comme pour 0,25% de déformation macroscopique, les contraintes élevées sont similaires au sein de la matrice (U)FG (930 et 927 MPa pour le 99e centile). Les CG du polycristal à CG isolés présentent toujours une contrainte plus élevée que ceux du polycristal à CG partiellement agrégés. On peut noter pour ce polycristal que la contrainte au 99e centile est légèrement plus faible pour cet état de déformation qu'à 0,25% (424 contre 430 MPa à 0,25%). Pour ce qui est des contraintes réparties au sein des canaux de basse contrainte, la microstructure à CG partiellement agrégés affiche également une diminution de la contrainte au sein des canaux (220 contre 310 MPa à 0,25%). Pour la seconde microstructure, bien que cette contrainte soit faible par rapport au comportement moyen de la matrice (U)FG, la contrainte observée dans les canaux est supérieure à cet état de déformation (385 MPa contre 350 à 0,25%).

Ces résultats confirment la formation de canaux de basse contrainte et de bandes de localisation en lien avec la présence d'un ou plusieurs CG et, indépendamment du niveau de déformation considéré et de la répartition spatiale des CG.

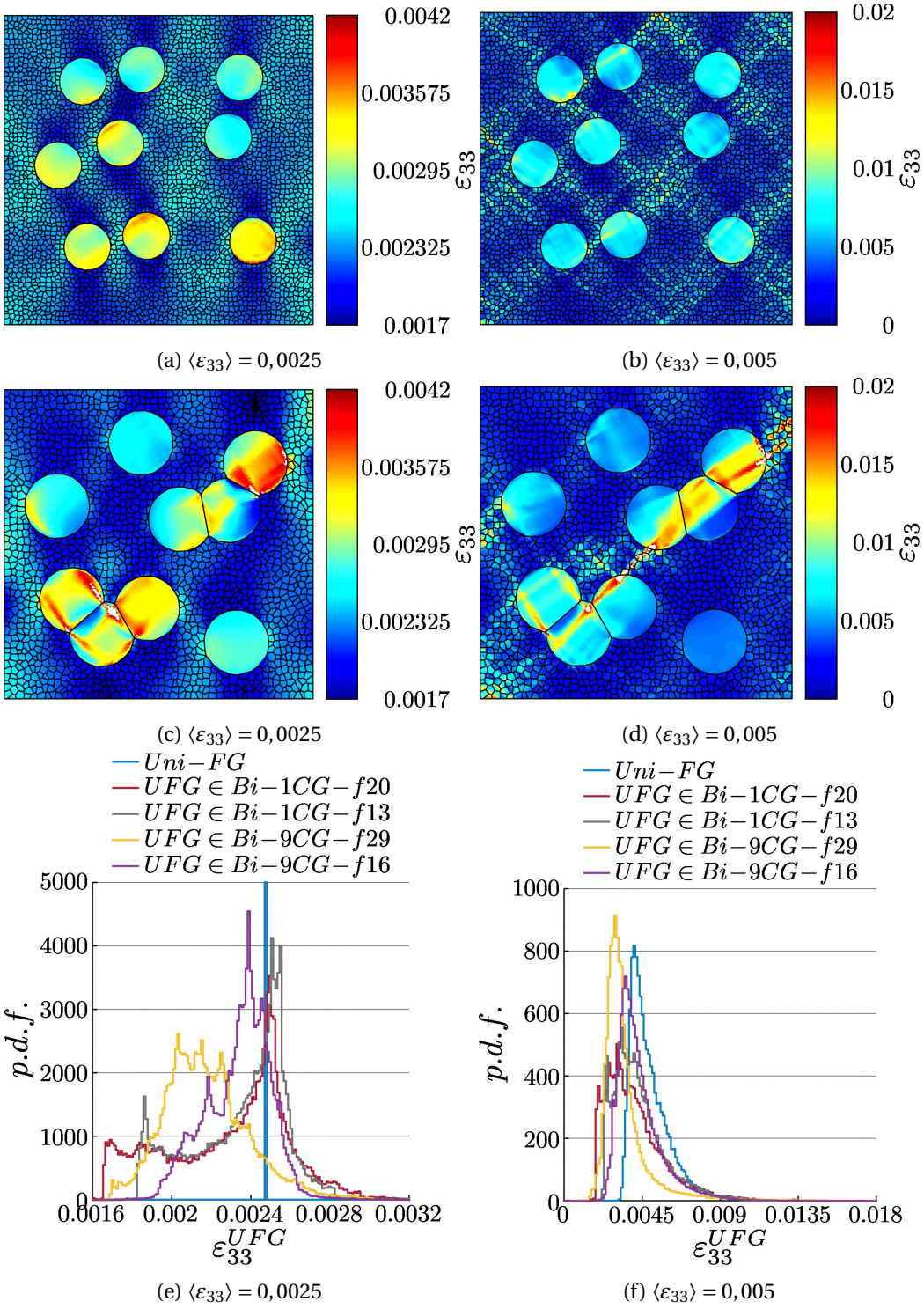
6.3.3. Comportement par population de tailles de grains

A partir des analyses précédentes, les comportements des polycristaux bimodaux à 9 CG sont décrits à travers le comportement de chaque population de grains, (U)FG (*cf.* figure 6.20a) et CG (*cf.* figure 6.20b). Les résultats obtenus des polycristaux bimodaux à un CG central ont été tracés pour comparaison.

Comme pour les comportements macroscopiques, la matrice (U)FG (*cf.* figure 6.20a) du polycristal bimodal à CG isolés présentent une contrainte supérieure au polycristal $Bi{-}1CG{-}f13$ bien que ce polycristal présente une fraction volumique inférieure (f_{CG} = 12,56% contre f_{CG} = 16,28%). Pour le second polycristal à 9 CG partiellement agrégés, sa matrice (U)FG présente un comportement similaire à celle du polycristal $Bi-1CG-f20$. A 5% de déformation macroscopique, la matrice du polycristal à CG partiellement agrégés présente une déformation plus faible, 3,7%, contre 4,1%.

Concernant le comportement des CG au sein des microstructures complexes (*cf.* figure 6.20b), à 5% de déformation macroscopique, ceux de la microstructure à CG isolés présente un état de contrainte supérieur à ceux des microstructures bimodales simplifiées (615 contre 590 MPa en moyenne) et une déformation moyenne plus faible (7,5% contre 8,8% en moyenne). Les CG du polycristal $Bi{-}9CG{-}f29$ présentent un état de contrainte plus proches (581 MPa) mais, comme pour le polycristal $Bi{-}9CG{-}f16$, ils se déforment en moyenne moins que les CG des microstructures bimodales à un CG central.

L'étude des comportements par population de tailles de grains tend à montrer que les cinétiques d'écrouissage sont différentes entre les microstructures simplifiées et celles à 9 CG. Cette hypothèse nécessite ainsi des analyses supplémentaires, à commencer par une analyse des distributions de contrainte au sein de la matrice (U)FG grâce aux moments.

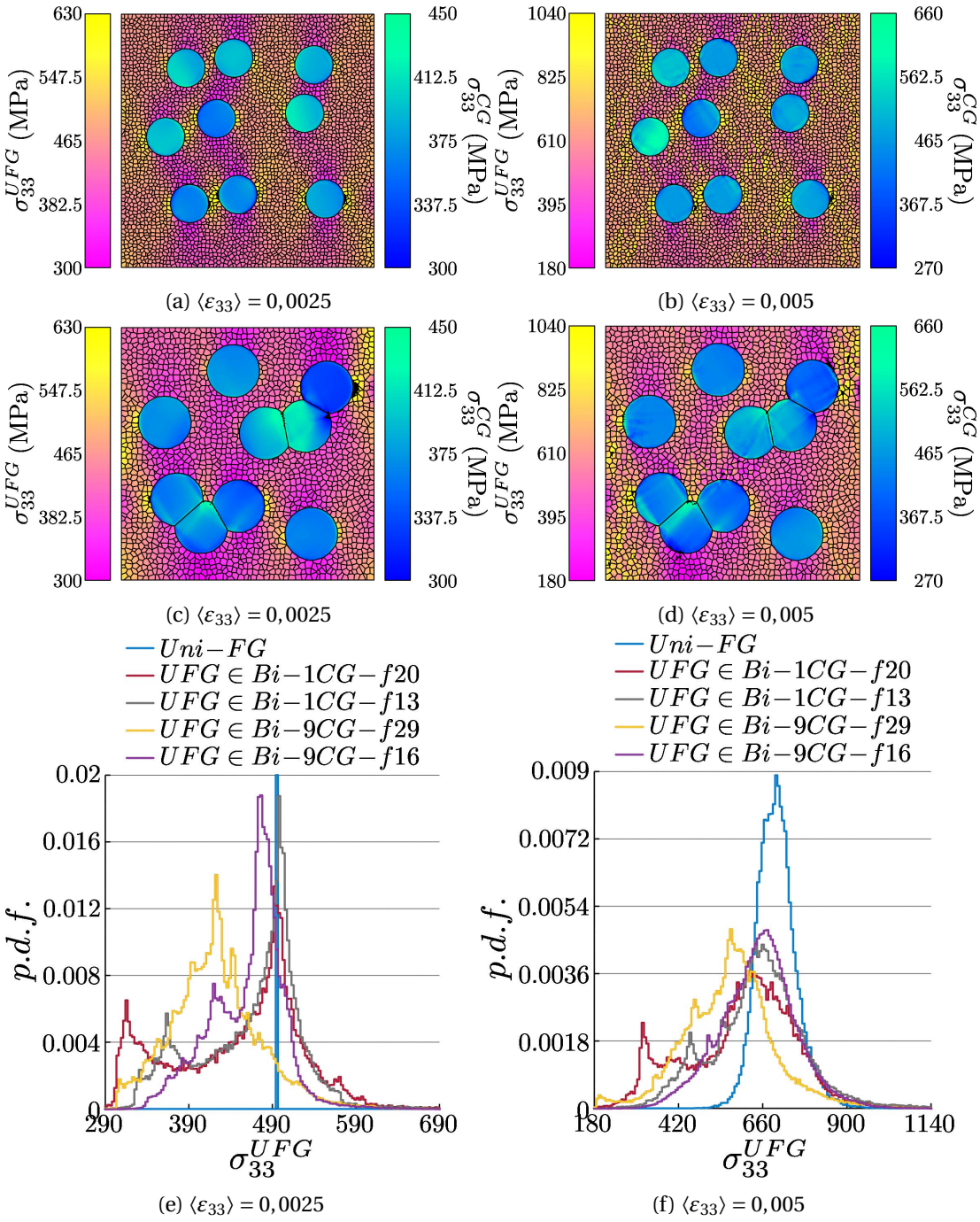


(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(e) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (f) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

FIGURE 6.18. – (a,b,c,d) Champs de déformation axiale d'un polycristal bimodal à 9 CG en configuration (a,b) isolée et (c,d) partiellement agrégée. (e,f) Distributions de déformation axiale distinguant les valeurs de la matrice (U)FG et des CG. La direction de traction est verticale.

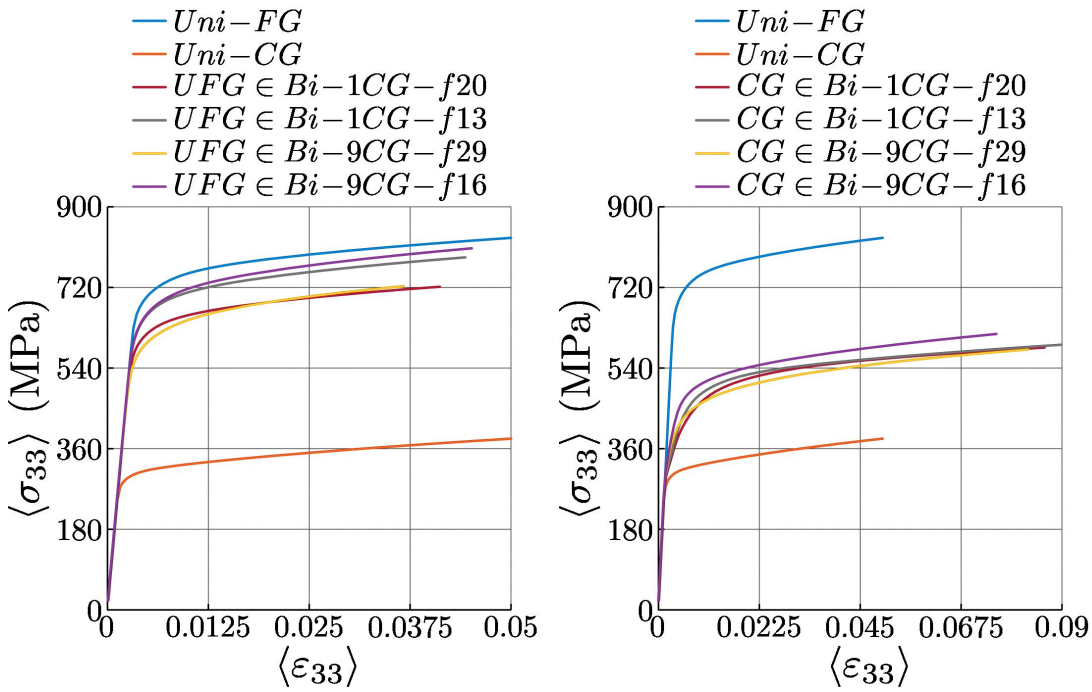


(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(e) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$ (f) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

FIGURE 6.19. – (a,b,c,d) Champs de contrainte axiale d'un polycristal bimodal à 9 CG en configuration (a,b) isolée et (c,d) partiellement agrégée. (e,f) Distributions de contrainte axiale distinguant les valeurs de la matrice (U)FG et des CG. La direction de traction est verticale.



(a) (b)

FIGURE 6.20. – Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale moyennées par population de tailles de grains (a) (U)FG et (b) CG, au sein des polycristaux à 9 CG. Les résultats obtenus peuvent être comparés à ceux obtenus dans deux polycristaux bimodaux à 1 CG central et dans les polycristaux unimodaux homologues.

6.3.4. Evolution des moments des distributions

La présentation des distributions de contrainte a permis de constater le couplage des différentes populations de tailles de grains au sein des polycristaux bimodaux à un CG central. Plus globalement, les différentes analyses réalisées sur les polycristaux bimodaux simplifiés ont permis de mettre en évidence l'impact de la fraction volumique sur ces couplages. L'analyse des polycristaux à 9 CG se révèle cependant plus complexe. En effet, au-delà de la fraction volumique intervient également l'agrégation des CG. On se propose alors, dans un premier temps d'analyser les distributions de contrainte axiale uniquement dans la matrice (U)FG. Cette analyse sera réalisée grâce aux variances et aux asymétries présentées respectivement en figures 6.21a et 6.21b.

L'étude des variances sur les polycristaux bimodaux simplifiés, présentée en figure 6.11a avait permis de montrer l'influence de la fraction volumique de CG sur la variance. Toutefois, ici, pour les microstructures à 9 CG, la variance des deux microstructures à 9 CG demeure très similaire au cours de la sollicitation. Pourtant les champs de contrainte précédemment présentés (figures 6.19d et 6.19b) affichent de nettes différences de comportement.

Ces différences de comportements peuvent être expliquées par l'étude de l'asymétrie présentée en figure 6.21b. L'asymétrie est initialement nulle, pour la majorité des microstructures, puis elle diminue lors de l'entrée en plasticité des CG. Pour la microstructure à 9 CG partiellement agrégés, on observe une asymétrie positive, qui correspond à une queue de distribution étalée vers les hautes valeurs. Autrement dit, cela signifie que la majorité de la distribution présente des valeurs de contraintes basses. L'évolution de cette asymétrie est impactée par le déclenchement de la plasticité de la matrice (U)FG ($\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.03$) mais continue à augmenter. Cette asymétrie, positive au début de la sollicitation, demeure supérieure à l'asymétrie associée à la microstructure à 9 CG isolés.

Le faible nombre de CG et leur orientation cristallographique peut grandement impacter leur limite d'élasticité et l'étude des moments des distributions. Afin de compléter l'analyse, on se propose de caractériser la variabilité des comportements des CG pour ces deux microstructures bimodales.

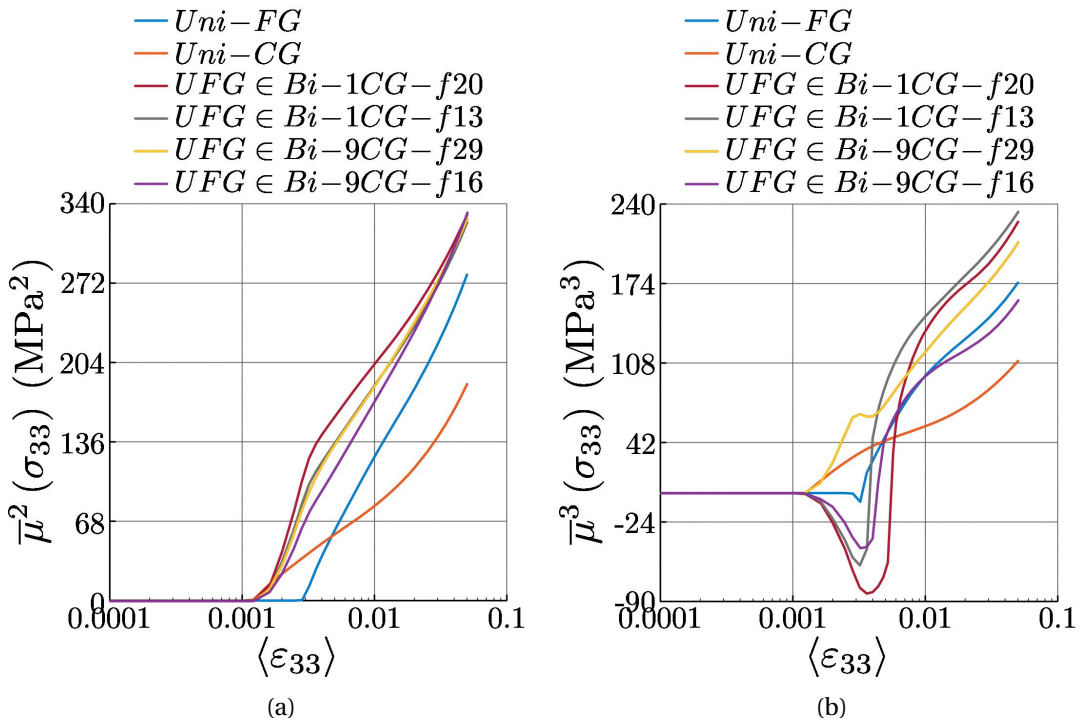
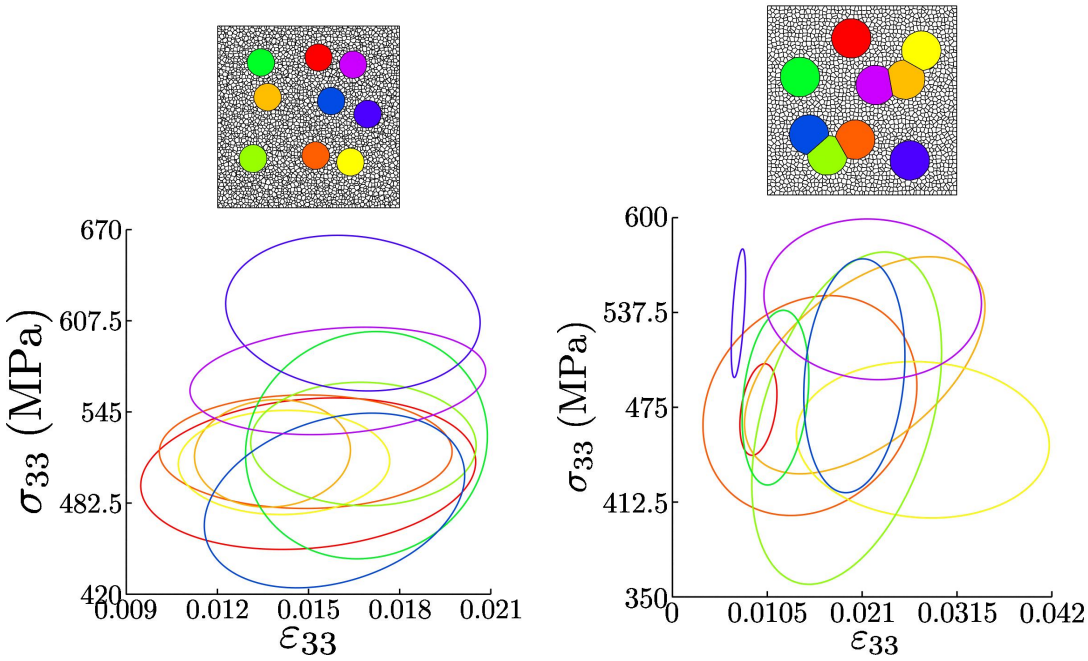


FIGURE 6.21. – Moments des distributions de contrainte axiale au sein de la matrice (U)FG : (a) variance et (b) asymétrie. A titre de comparaison, les moments des distributions des polycristaux unimodaux (U)FG et CG figurent également.

6.3.5. Variabilité des comportements des CG

Au sein des microstructures bimodales simplifiées, les CG occupent toujours une position centrale et possèdent une même orientation cristallographique. Ainsi une fois extraits des différentes microstructures, la comparaison de leur comportement est directe. Dans le cas des deux microstructures d'études, les CG n'occupent pas les mêmes positions et sont au nombre de 9. La comparaison de leur comportement 2 à 2 n'est par ailleurs pas forcément judicieuse, puisque certains CG peuvent être agrégés. Ainsi on se propose plutôt de représenter la variabilité des comportements des CG par le biais des valeurs de déformations et de contraintes des éléments au sein de chaque CG. Ces valeurs seront ainsi représentées par le biais d'ellipses dont les axes principaux sont déterminés par Analyse en Composantes Principales (ACP).

Cette représentation sous forme d'ellipses, en figure 6.22, à 2% de déformation totale, permet de constater une variabilité des contraintes similaires pour les deux microstructures. Toutefois, la variabilité des déformations est beaucoup plus importante au sein de la microstructure à CG partiellement agrégés (*cf.* figure 6.22b). Plus précisément, les grains qui présentent la plus grande variabilité de comportement se trouvent au sein des agrégats de CG. Les CG ne participant pas à ses agrégats, présentent, quant à eux, une très faible variabilité en dé-



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$

FIGURE 6.22. – Représentation en ellipses des variabilités de déformation et contrainte axiale observées au sein de chaque CG d'un polycristal bimodal (a) à 9 CG isolés et (b) à 9 CG partiellement agrégés, à une déformation imposée de $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 2\%$. Les deux axes des ellipses correspondent aux composantes principales des contraintes et des déformations axiales des éléments, déterminés par ACP.

formation. Ceci peut notamment s'expliquer avec les champs de déformation présentés en figure 6.18b et en figure 6.18d pour 0,5% de déformation. En comparant ces deux champs, on peut remarquer les différents motifs de localisation. Pour la configuration CG isolés, la localisation est similaire à ce qui avait pu être observé en figure 6.12b pour le cas bimodal simplifié. Pour la configuration CG partiellement agrégés, la localisation de la déformation s'établit sous la forme d'une seule bande traversant la microstructure. Cette bande s'étend entre les agrégats de CG sans toutefois impacter la totalité de ces agrégats. Ainsi les CG situés en dehors de cette bande de localisation se déforment peu et présentent une variabilité limitée en déformation. Les CG constituant les agrégats présentent une déformation moyenne plus élevée car ils participent à la localisation de la déformation. Cependant, cette bande de localisation n'affecte pas les agrégats dans leur ensemble ce qui explique une variabilité plus importante en déformation.

6.3.6. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique

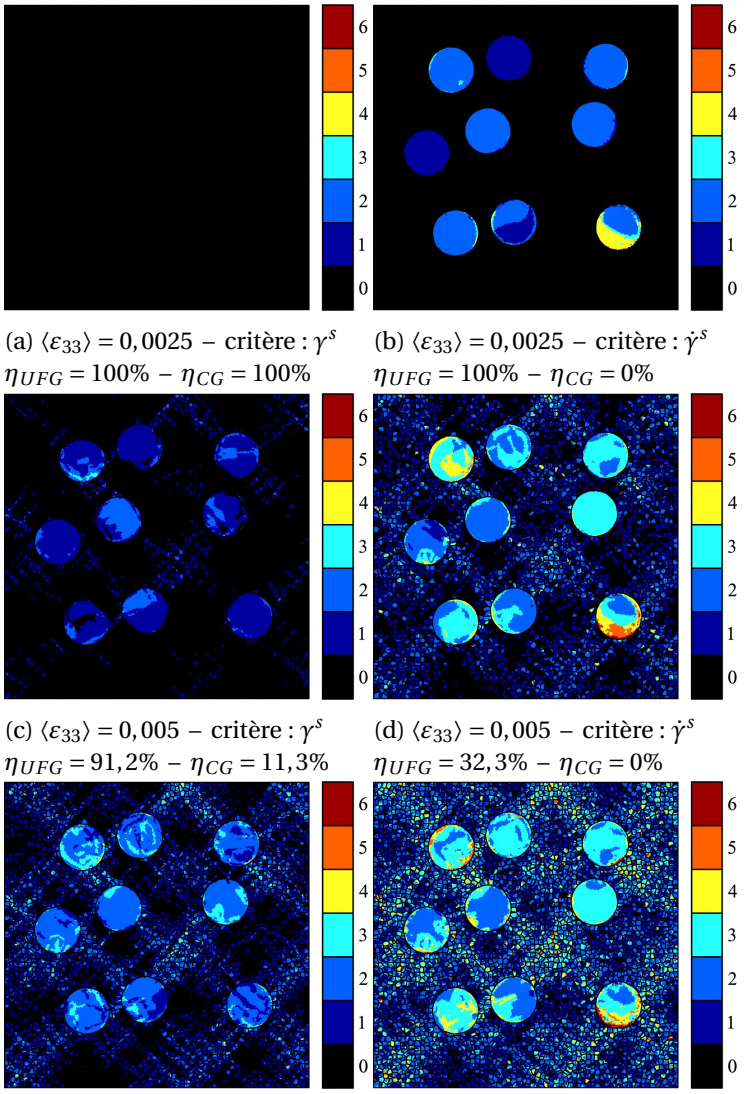
Essayant de comprendre le rôle de l'agrégation des CG sur l'activation de la plasticité de la matrice (U)FG, les champs d'activation des systèmes de glissement activés sont présentés en figure 6.23 pour la microstructure à 9 CG isolés et en figure 6.24 pour celle à 9 CG partiellement agrégés. En s'intéressant aux premiers champs, établis pour une déformation totale de $0,25\%$, seuls les CG présentent une activité plastique. A ce niveau de déformation, la microstructure à 9 CG isolés (*cf.* figure 6.23a) présente un nombre de systèmes de glissement différents selon le CG considéré, toutefois ce nombre varie peu au sein d'un CG. Pour le même niveau de déformation et l'autre microstructure (*cf.* figure 6.24a), le nombre de glissement varie de façon significative au sein des différents CG. Deux des trois CG isolés au sein de cette microstructure présentent toutefois un nombre de systèmes de glissement activés constants.

A $0,5\%$ de déformation, la plasticité est dorénavant visible au sein des matrices (U)FG des deux microstructures. Cette plasticité se localise de manière similaire aux champs de déformation (*cf* figures 6.18b et 6.18d). La déformation se localise particulièrement au sein de la microstructure à 9 CG partiellement agrégés, ce qui retarde l'apparition de la plasticité dans le reste de la microstructure. Il est important de préciser que cette bande de localisation ne conduit pas à un nombre de systèmes de glissement actifs plus important. Une différence peut tout de même être signalée entre les champs établis par l'usage du critère $\dot{\gamma}^s$, alors que la majorité des CG présentent une activité plastique au sein de la microstructure à CG isolés (*cf.* figure 6.23d), une activité élastique perdure pour une fraction des CG au sein de la microstructure à CG partiellement agrégés (*cf.* figure 6.24d).

Pour 1% de déformation, la microstructure à 9 CG isolés présentée en figure 6.23f, affiche une matrice (U)FG majoritairement plastique. L'importance de la localisation au sein de la microstructure à CG partiellement agrégés permet de préserver une fraction élastique de la matrice (U)FG (*cf.* figure 6.24f).

Pour faciliter la compréhension des couplages entre les populations de tailles de grains et pour étudier l'influence de l'agrégation des CG, on représente l'activation des systèmes de glissement au sein des deux microstructures à 9 CG. Les fractions élastiques η et le nombre de systèmes de glissement actifs $\langle v \rangle$ sont, pour la matrice (U)FG, respectivement présentés en figures 6.25a et 6.25b. Ces résultats sont également présentés pour les CG en figures 6.25c et 6.25d.

La fraction élastique de la matrice (U)FG présentée en figure 6.25a permet, pour les deux critères, de remarquer le retard généré par la distribution bimodale de tailles de grains. Ce retard est d'autant plus important que la fraction volumique est importante, mais on peut tout de même noter un effet de l'agrégation des CG. Pour les deux microstructures à 9 CG et pour une fraction volumique de CG croissante, la plasticité peut être considérée comme généralisée à partir de $2,5\%$ et $3,5\%$ pour le critère γ^s et $1,45\%$ et $2,5\%$ pour le critère $\dot{\gamma}^s$. En s'intéressant à l'évolution de la fraction élastique η basée sur le critère γ^s, on remarque pour la microstructure à CG partiellement agrégés un retard de l'activité plastique au sein de la matrice (U)FG vers 1% de déformation. A l'opposé, la microstructure $Bi{-}1CG{-}f20$ aura tendance à retarder l'activité plastique mais pour des niveaux de déformations plus importants (3%).



(a) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 100\%$

(b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(c) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 91,2\%$ – $\eta_{CG} = 11,3\%$

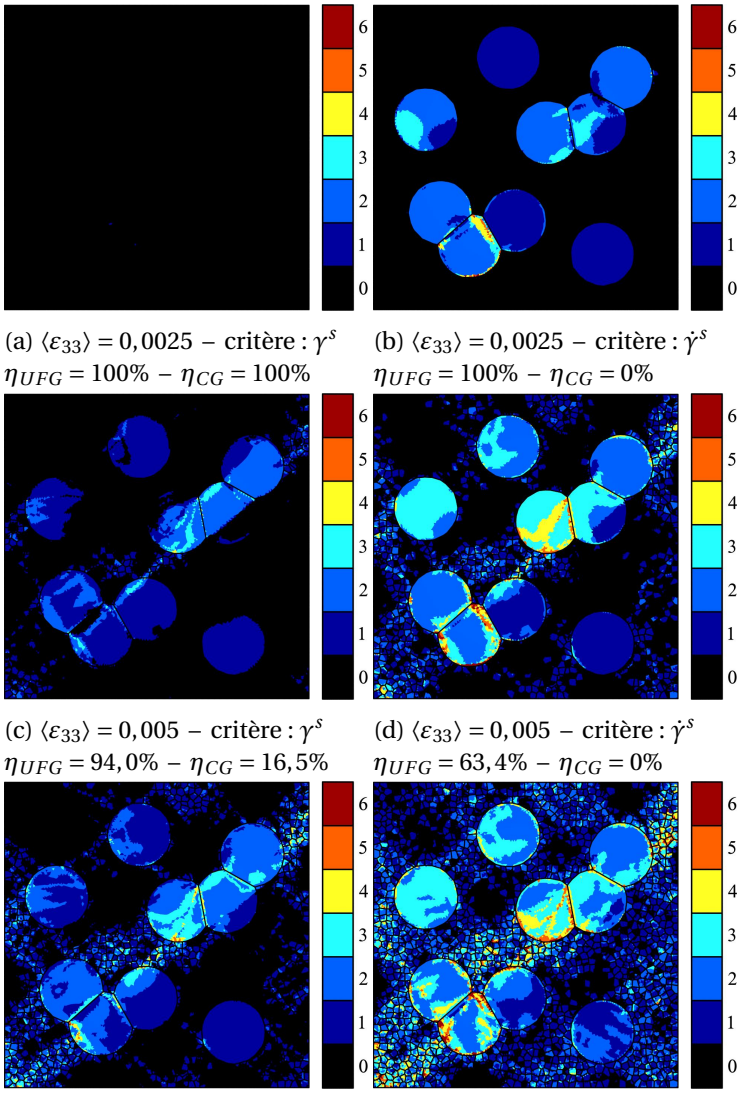
(d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 32,3\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(e) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 40,5\%$ – $\eta_{CG} = 3,3\%$

(f) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 4,1\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

FIGURE 6.23. – Champs d'activation des systèmes de glissement au sein de la microstructure à 9 CG isolés à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. Pour les différents champs, l'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale.

En complément à la fraction élastique de la matrice (U)FG, l'évolution du nombre de systèmes de glissement actifs est également présentée en figure 6.25b. le critère $\dot{\gamma}^s$ apporte des résultats similaires pour les différentes matrices (U)FG et le polycristal unimodal (U)FG. En



(a) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 100\%$

(b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,0025$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(c) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 94,0\%$ – $\eta_{CG} = 16,5\%$

(d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 63,4\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(e) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : γ^s
$\eta_{UFG} = 68,8\%$ – $\eta_{CG} = 6,8\%$

(f) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ – critère : $\dot{\gamma}^s$
$\eta_{UFG} = 21,4\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

FIGURE 6.24. – Champs d'activation des systèmes de glissement au sein de la microstructure à 9 CG partiellement agrégés à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. Pour les différents champs, l'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale.

revanche, pour le critère γ^s, l'évolution se fait en deux temps. Ceci est particulièrement visible pour le polycristal $Bi-9CG-f29$ où le changement de pente s'opère à 2% de déformation.

Finalement à 5% de déformation totale, le nombre de systèmes considérés comme actifs diffère entre les matrices (U)FG des polycristaux bimodaux car il dépend de l'historique lié aux phénomènes de localisation. Comme le montrent les analyses faites sur les champs des polycristaux unimodaux (*cf.* figure 6.5) et du polycristal $Bi-1CG-f13$ (*cf.* figure 6.14), le nombre de systèmes de glissement actifs à un état de déformation donné dépend clairement des systèmes précédemment actifs et de la répartition spatiale des phénomènes de localisation de la déformation. Plus ces phénomènes de localisation interviennent tôt à un niveau de déformation faible, plus le nombre de systèmes simultanément actifs atteindra une valeur élevée au cours de la sollicitation.

En s'intéressant dans un second temps à la fraction élastique des CG (*cf.* figure 6.25c), le critère $\dot{\gamma}^s$ semble indiquer une activation simultanée des systèmes de glissement au sein des CG dans les polycristaux uni- et bi-modaux. Ce critère nous renseigne sur une activation de la plasticité prématurée due à la présence d'incompatibilités de déformation entre les CG, d'autant plus présentes au sein du polycristal unimodal CG (variabilité des orientations cristallographiques plus importante). Au sein du polycristal unimodal CG, les deux critères permettent de visualiser un certain retard de la généralisation de la plasticité par rapport aux CG contenus dans les microstructures bimodales provenant de la localisation de la déformation. Pour les polycristaux bimodaux à 9 CG et pour une fraction volumique de CG croissante, la plasticité apparaît comme généralisée au sein des CG à $0,84\%$ et $0,97\%$ pour le critère γ^s et $0,2\%$ et $0,24\%$ pour le critère $\dot{\gamma}^s$. En revanche, pour le polycristal unimodal CG, cette généralisation de la plasticité est détectée pour des niveaux de déformations plus élevées, respectivement $1,3\%$ et $0,36\%$, pour les critères γ^s et $\dot{\gamma}^s$.

Comme pour la matrice (U)FG, le nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs au sein des CG est présenté en figure 6.25d. Contrairement à l'évolution donnée par la fraction élastique (*cf.* figure 6.25c), les premières activations des systèmes de glissement des CG sont plus clairement détectées pour des niveaux de déformation supérieures dans les polycristaux bimodaux. Pour le critère γ^s, suite à cette évolution brusque le nombre de systèmes de glissement se stabilise temporairement à 2 pour les polycristaux $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f29$, mais continuer à augmenter pour les polycristaux $Bi-1CG-f13$ et $Bi-9CG-f16$. A partir de 1% de déformation, pour les polycristaux $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f16$, le nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs diminue sur la base du critère $\dot{\gamma}^s$. Contrairement aux matrices (U)FG, à 5% de déformation totale, les nombres de systèmes de glissement en moyenne actifs diffère moins d'un polycristal bimodal à l'autre. Les polycristaux $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f29$, présentant la fraction volumique de CG la plus élevée illustrent tout de même un nombre de systèmes de glissement actifs plus faible (respectivement $2,4$ et $2,7$ en comparaison à $2,8$). A 5% de déformation totale et pour l'ensemble des matrices (U)FG et des CG, les critères γ^s et $\dot{\gamma}^s$ conduisent au même de nombre de systèmes de glissement actifs.

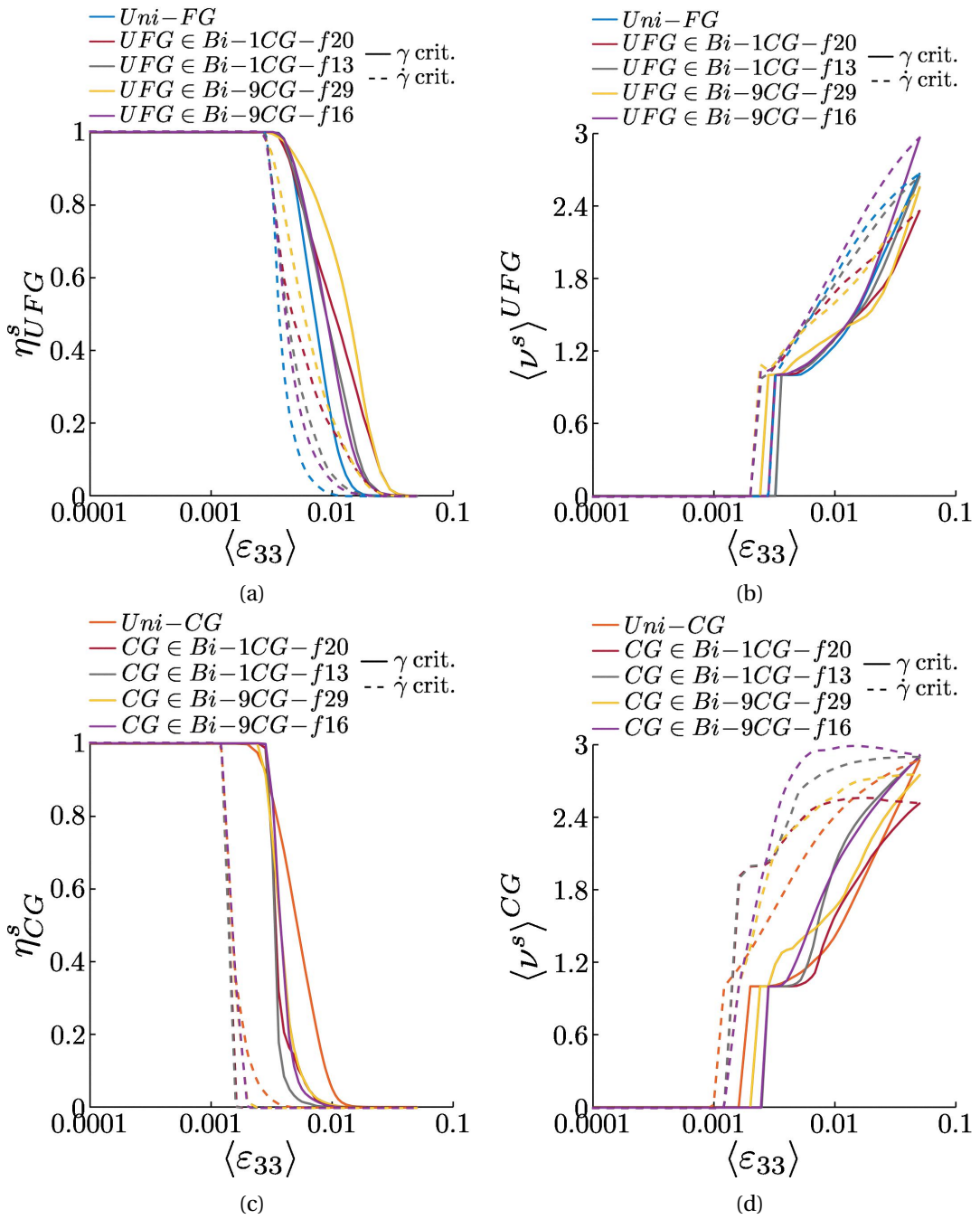


FIGURE 6.25. – (a,c) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$). Observations faites (a,b) dans la matrice (U)FG et (c,d) au sein des CG. Ces comportements sont comparés à leur homologue unimodal. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

6.4. Synthèse

Dans un premier temps, les comportements de deux polycristaux unimodaux (U)FG et CG ont été comparés, ce qui a permis de mettre en évidence la similarité de leur écrouissage. Les champs de déformation et de contraintes présentent également des motifs de localisation similaires, à ceci près que, la variance des contraintes est plus importante au sein du polycristal unimodal (U)FG. Ceci est dû au fait qu'un écart donné sur la taille d'un grain conduit à un plus grand écart de cission résolue critique pour des grains fins que pour des grains de taille conventionnelle. De manière à étudier l'écrouissage de ces polycristaux, des analyses supplémentaires ont été conduites sur les systèmes de glissements. Ceci a permis de caractériser la transition élastique/plastique, similaire pour les deux polycristaux bien que débutant pour des niveaux de déformation différents. Ces premiers résultats constituent une base de comparaison du comportement de la matrice (U)FG au sein des divers matériaux bimodaux. Pour la comparaison du comportement des CG au sein des bimodaux, le constat est plus complexe dû à la différence de morphologie et à leur nombre de voisins beaucoup plus important au sein des microstructures bimodales.

De manière à mettre en avant les principales différences de comportements entre matériaux bimodaux et unimodaux, ces premières analyses ont porté sur des microstructures bimodales modèles, *i.e.* à un CG central, pour différentes fractions volumiques de CG. L'étude des champs a permis de mettre en évidence la redistribution des déformations et des contraintes suite à la plasticité du CG et pour une matrice (U)FG encore élastique. Cette redistribution conduit à des phénomènes de réduction de contrainte à la verticale des CG le long de la direction de sollicitation et des lobes de surcontrainte de part et d'autre des CG. La localisation de la déformation est également impactée par la présence du CG qui accommode une grande partie des déformations. La localisation, toujours présente sous forme de bandes orientées à $\pm 45°$, prend à présent pour origine le CG central. Pour ces polycristaux bimodaux, des analyses supplémentaires conduites sur les systèmes de glissement ont montré un retard dans la transition élastique/plastique par rapport au polycristal unimodal (U)FG. Bien que portant sur des microstructures simplifiées, les différentes analyses ont permis de souligner l'influence de la fraction volumique sur le retard de la transition élastique/plastique des matrices (U)FG.

Deux microstructures plus complexes, à 9 CG, ont été ensuite étudiées dans l'optique d'appréhender l'impact de la distribution spatiale des CG sur la répartition des déformations et des contraintes. Au voisinage de chaque CG des deux configurations, on peut observer des phénomènes de réduction de contrainte et de surcontrainte similaires à ceux des microstructures bimodales simplifiées. La position relative des CG peut conduire à des interactions entre les différents canaux de basse contrainte. L'agrégation des CG conduit en particulier à un élargissement des phénomènes de réduction de contrainte. Au-delà de la répartition des contraintes, l'agrégation des CG impacte grandement la localisation de la déformation, qui ne correspond plus qu'à une seule bande traversant les différents agrégats de CG. Cette localisation particulière influence également le comportement des CG en dehors de cette bande qui se déforment moins que leur équivalent au sein d'une microstructure contenant

seulement des CG isolés. Au-delà de la localisation observée au sein de la matrice (U)FG, les champs d'activation des systèmes de glissement démontrent une influence de l'agrégation des CG sur le retard de la plasticité observée au sein des CG. Cette entrée en plasticité des CG retardé semble conduire à une transition élastique/plastique d'autant plus lente pour la matrice (U)FG.

Les différentes analyses réalisées au sein de ce chapitre ont porté sur des microstructures ne permettant pas l'étude de tous les paramètres liés aux polycristaux bimodaux. Malgré tout, les polycristaux bimodaux ont montré une propension à retarder l'apparition de la plasticité ce qui encourage l'étude de nouvelles microstructures et de nouveaux paramètres. Jusque-là les microstructures bimodales ont été soumises uniquement à des chargements de traction monotone. Pour étendre les applications de ces matériaux, il semble important de décrire leur faculté à retarder la plasticité vis-à-vis d'autres chargements. Le chapitre suivant portera ainsi sur deux points : l'étude d'un paramètre supplémentaire, le contraste de tailles de grains $\mathcal{R}$ et la réponse des matériaux bimodaux soumis à différents chargements.

Les grains ultrafins ont une faible capacité d'écrouissage et peuvent accumuler peu de dislocations. Expérimentalement, le 316L à grains ultrafins ou bimodal, élaboré par métallurgie des poudres donne lieu à une rupture ductile. Les faciès de rupture présentent des cupules de dimension proches de celles des grains, soulignant ainsi la nature intergranulaire de la rupture [21]. La nature de la rupture étant identique, la limitation de ductilité provient probablement de la présence d'oxydes aux interfaces (métallurgie des poudres). Pour Park *et al.*, dans les microstructures bimodales harmoniques, le gain d'écrouissage et de contrainte ultime est dû à la formation de GND aux interfaces (U)FG/CG [118]. Considérant les résultats numériques présentés dans ce chapitre, il semble que la capacité des CG à s'écrouir et les phénomènes de réduction de contrainte participent également à l'amélioration de la ductilité en réduisant une partie des contraintes aux interfaces.

English below

First, CG and (U)FG unimodal samples were compared through their macroscopic tensile behaviour. This allows to highlight the similarity of their strain hardening. Their stress and stress fields also show similar patterns of localization, except that the stress variance is larger in the unimodal (U)FG polycrystal. This is due to the fact that a given deviation in GS leads to a larger deviation in critical resolved shear stress for fine grains compared to conventional GS. In order to study their elastic/plastic transition, further analysis was carried out on the activation of the slip systems. This allowed to describe the elastic/plastic transition, the latter being similar for both polycrystals although starting at different strain levels. These first results provide a reference for comparing the behaviour of the (U)FG matrix of bimodal polycrystals. Comparison of the behaviour of the CG within the bimodal polycrystals is much more complex due to the different number of grain neighbors and the geometry.

In order to highlight the main behaviour difference between uni- and bi-modal samples. Analysis have been performed on a CG-centered bimodal microstructure and for different CG volume fraction. The considered fields all show a redistribution of strains and stresses within the

(U)FG matrix as a result of the CG early plasticity. This leads to low-stress from the CG along the tensile direction and to over-stress zones on both sides of the CG. The strain localization in the (U)FG matrix is strongly altered by the presence of the CG which is more deformed than the matrix. The strain localization is still in the form of band ±45° oriented but now originates from the central CG. For these bimodal microstructures, further analysis on the activation of the slip systems revealed some delay in the elastic/plastic transition compared to unimodal (U)FG polycrystal. These first analysis, conducted on simplified bimodal microstructures, have highlighted the influence of the CG volume fraction on the elastic/plastic transition of (U)FG matrices.

Two more complex microstructures, with 9 CG, were then studied to understand the impact of the spatial distribution of the CG on the strains and stresses distributions. In the vicinity of each CG and in both samples, low-stress and over-stress phenomena are similar to the ones in the CG-centered bimodal. The relative position of the CG can lead to some interactions between the different low-stress channels arising from the CG. Aggregation of the CG leads to a broadening of this low-stress channels. Beyond the stress spatial distribution, CG aggregation also has a strong impact on the strain localization pattern, which now only consists in one band crossing the whole microstructure. This band further affects the behaviour of the CG outside this band, which show a smaller strain than the isolated CG in the $Bi-9CG-f16$ polycrystal. Besides the strain localization within the (U)FG matrices, slip systems fields also demonstrate a clear influence of the CG aggregation on local onset of the plasticity within the CG. This delayed plasticity of the CG seems to extend the elastic/plastic transition of the (U)FG matrix.

The different analysis carried out in this chapter applied to microstructures that do not allow the study of all parameters related to bimodal polycrystals. However, the considered bimodal samples have shown some tendency to delay the onset of plasticity which motivated the study of new microstructures and parameters. Until now, bimodal microstructures have been only subject to monotonic tensile loading. In order to extend the potential range of applications of these materials, it seems important to describe their ability to retard plasticity under other loads. The following chapter will then focus on two aspects : the study of an additional parameter, the GS contrast $\mathcal{R}$ and the behaviour of bimodal samples under different loadings.

Ultrafine grains have a low strain hardening capacity and can store few dislocations. Experimentally, UFG or bimodal 316L samples, elaborated by powder metallurgy, give rise to a ductile fracture. The fracture surfaces show dimples of the GS dimension, thus emphasizing the intergranular nature of the fracture [21]. Since the nature of the fracture is the same, the ductility limitation probably comes from the presence of oxides at the interfaces (powder metallurgy). For Park *et al.*, in harmonic bimodal microstructures, the gain in strain hardening and ultimate stress is due to the formation of GND at the (U)FG/CG interfaces [118]. Considering the numerical results presented in this chapter, it seems that the ability of CG for strain hardening and under-stress phenomena both contribute to the ductility enhancement by lowering the stresses at the interfaces.

7

Effet des paramètres microstructuraux et du chargement sur le comportement des polycristaux bimodaux

Le chapitre précédent a fait état des différences de comportement entre polycristaux uni- et bi-modaux au travers de différentes comparaisons. Les premières analyses ont porté sur des microstructures simplifiées permettant la mise en évidence de phénomènes de réduction de contrainte et de localisation de la déformation. Ces mêmes phénomènes ont également été observés dans des microstructures plus complexes et semblent être à l'origine du retard de l'apparition de la plasticité. Ces précédentes analyses ont permis l'étude de l'influence de la fraction volumique ainsi que de l'agrégation des CG.

Dans un objectif d'amélioration des propriétés mécaniques des polycristaux bimodaux, la première partie de ce chapitre portera sur l'étude de l'influence du contraste de tailles de grains entre matrice (U)FG et CG. Ce paramètre a jusque-là été peu étudié dans la littérature, que ce soit de manière expérimentale ou numérique [19]. Pourtant, comme pour la fraction volumique de CG, il semble que cette caractéristique soit relativement facile à contrôler par métallurgie des poudres et puisse conduire à une amélioration accrue de la ductilité. La seconde partie de ce chapitre traitera de l'influence du chargement mécanique sur le comportement de polycristaux bimodaux. Pour de futures applications industrielles, il est essentiel de s'intéresser à leur réponse mécanique face à différentes sollicitations. Néanmoins le nombre d'études associant bimodaux et cisaillement [114, 121, 148] ou traction biaxiale [212] est encore faible, autant d'un point de vue numérique qu'expérimental.

Sommaire

8.1. Modification globale des contraintes et des déformations suite à l'entrée en plasticité des CG . . . 195

8.2. Comportement individuel des grains à différentes positions dans la matrice (U)FG . . . 197

8.3. Modification de la répartition des contraintes au sein des polycristaux bimodaux . . . 201

8.3.1. Phénomènes de réduction des contraintes axiales . . . 204

8.3.2. Phénomènes de surcontrainte . . . 212

8.3.3. Similarité des phénomènes de réduction de contrainte au sein de la matrice . . . 217

8.4. Chronologie de l'apparition de la plasticité **219**
8.4.1. Comparaison globale des microstructures 221
8.5. Influence de la sollicitation **224**
8.5.1. Réduction des contraintes équivalentes 224
8.5.2. Retard d'activation de la plasticité 229
8.6. Synthèse **232**

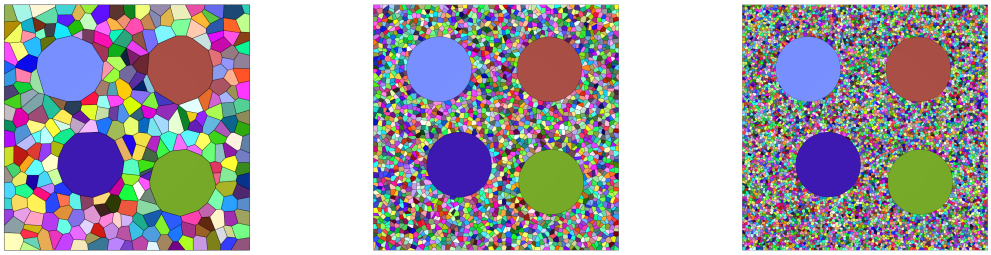
7.1. Influence du contraste de tailles de grains

Les différentes analyses réalisées jusque-là ont porté sur des microstructures avec un contraste de tailles de grains égal à 10. Expérimentalement, l'élaboration des matériaux bimodaux peut conduire à des contrastes de tailles de grains largement supérieurs à 10. L'analyse numérique, permet une analyse systématique de l'effet de ce paramètre. Elle peut également permettre, dans un second temps, d'orienter l'élaboration des matériaux bimodaux sur le plan de contraste de tailles de grains à privilégier.

7.1.1. Présentation des microstructures et comportements en traction monotone

Un groupe de microstructures a été créé par le biais du processus établi au sein de la section 4.1.2, intégrant la variation du contraste de tailles de grains ($\mathcal{R}$) tout en conservant la fraction volumique et le diamètre des grains de la matrice (U)FG constants ($0,5\,\mu$m). Pour ces ces différentes microstructures présentées en figure 7.1, les positions relatives des CG ainsi que leurs orientations cristallographiques sont identiques et ces dernières ont été sélectionnées pour conduire à un glissement simple. Pour faciliter l'étude de l'impact du contraste de tailles de grains, les positions des CG correspondent à une configuration isolée. Sur la base d'études antérieures [17], les polycristaux 2D-extrudées doivent contenir au moins 9 CG dans le cas d'une traction monotone pour être représentatifs. Pour limiter le temps de calcul associé aux microstructures dédiées à l'étude du contraste de tailles de grains, on se limitera ici à 4 CG. Pour des questions de lisibilité, les figures représentant les polycristaux sont de même dimensions, mais les dimensions réelles des microstructures sont différentes. Au sein de ce chapitre, les analyses se restreindront aux contrastes de tailles de grains $\mathcal{R} = 5$ (*cf.* figure 7.1a), 15 (*cf.* figure 7.1b) et 25 (*cf.* figure 7.1c) mais l'ensemble des résultats associés à la variation du contraste de tailles de grains sera discuté au cours du chapitre 8.

Comme pour les cas précédents, on présente les comportements en traction monotone des polycristaux bimodaux pour différents contrastes de tailles de grains en figure 7.2. Ces comportements macroscopiques sont comparés à celui du polycristal unimodal (U)FG dont la taille de grains correspond à celles des matrices des différentes microstructures d'étude ($0,5\mu$m). A 5% de déformation totale, les différents polycristaux présentent des contraintes moyennes similaires. Bien que les limites d'élasticité des CG soient différentes, à ce niveau de déformation c'est l'écrouissage qui pilote la contrainte moyenne. Par ailleurs, en début de plasticité des polycristaux ($\varepsilon_{33} \in [0.0025; 0.02]$), la contrainte est cette fois d'autant plus faible que le



$Bi-4CG-R5$
$\mathcal{R} = 5$
$f_{CG} = 22,47\%$
$L = 9,5\,\mu\text{m}$

(a)

$Bi-4CG-R15$
$\mathcal{R} = 15$
$f_{CG} = 22,08\%$
$L = 28,5\,\mu\text{m}$

(b)

$Bi-4CG-R25$
$\mathcal{R} = 25$
$f_{CG} = 22,03\%$
$L = 47,5\,\mu\text{m}$

(c)

FIGURE 7.1. – Microstructures composés de 4 CG retenues pour l'étude du contraste de tailles de grains. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG.

contraste de tailles de grains est élevé. Cette modification de l'écrouissage est relativement importante lorsque le contraste de tailles de grains varie de 5 à 15. Pour une variation de contraste de 15 à 25, c'est à dire une variation de la taille des CG de $7,5$ à $12,5\,\mu$m, la modification de la réponse macroscopique est beaucoup plus faible. Ceci est dû à la faible différence de cission résolue critique entre ces deux tailles de grains.

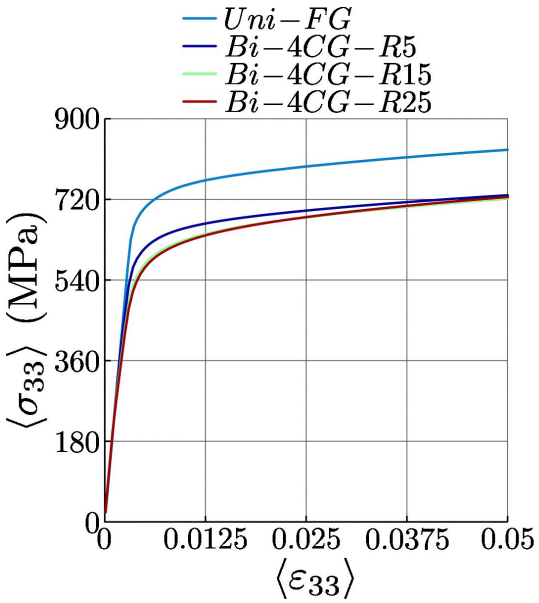


FIGURE 7.2. – Comportements en traction monotone des microstructures à 4 CG isolés avec différentes contrastes de tailles de grains, comparés à celui du polycristal unimodal (U)FG($d = 0,5\,\mu$m).

7.1.2. Comportement par population de tailles de grains

L'analyse se poursuit par l'étude des comportements moyens par population de tailles de grains dans l'objectif d'apporter des précisions sur la modification des cinétiques d'écrouissage en fonction du contraste de tailles de grains. Pour ce qui est du comportement de la matrice (U)FG présenté en figure 7.3a, plus le contraste de tailles de grains est important, moins la matrice (U)FG se déforme. Concernant l'état de contrainte moyen, pour des contrastes de tailles de grain croissants, la matrice est moins contrainte au début de la plasticité mais après environ 1,5% de déformation, la tendance s'inverse. L'évolution des comportements des CG en fonction du contraste de taille fait apparaître la modification de la limite d'élasticité liée à la taille de grains (*cf.* figure 7.3b).

Ces comportements présentés par population de tailles de grains viennent confirmer le constat fait sur les comportements macroscopiques. En effet, l'évolution du contraste de tailles de grains semblent avoir un effet saturant. Ceci peut, en partie, s'expliquer par la définition de la cission résolue critique qui comprend le terme de Hall-Petch. D'après sa définition, la cission résolue critique varie proportionnellement à $\mathcal{R}^{-1/2}$. De plus au-delà de la limite d'élasticité, en comparaison au terme d'écrouissage saturant (*cf.* équation 4.5 : second terme à droite du signe égal), la contribution du terme de Hall-Petch est d'autant plus faible que le niveau de déformation considéré est élevé.

Les comportements par population de tailles de grains ont permis de mettre en avant plusieurs points importants, pour des contrastes de tailles de grains croissants, la capacité des

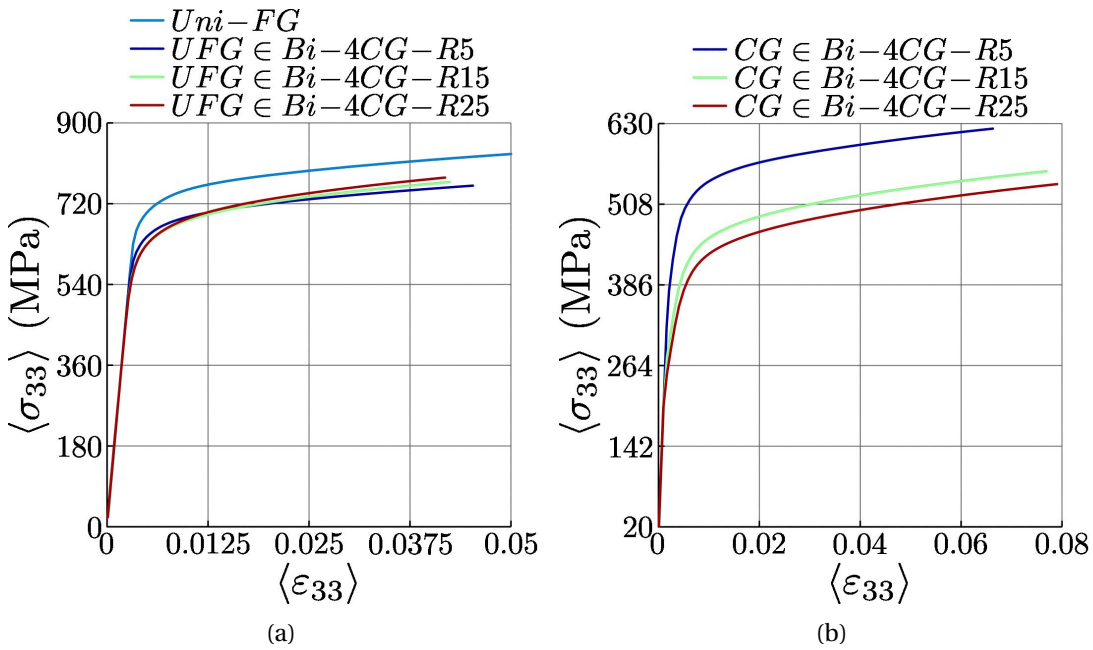
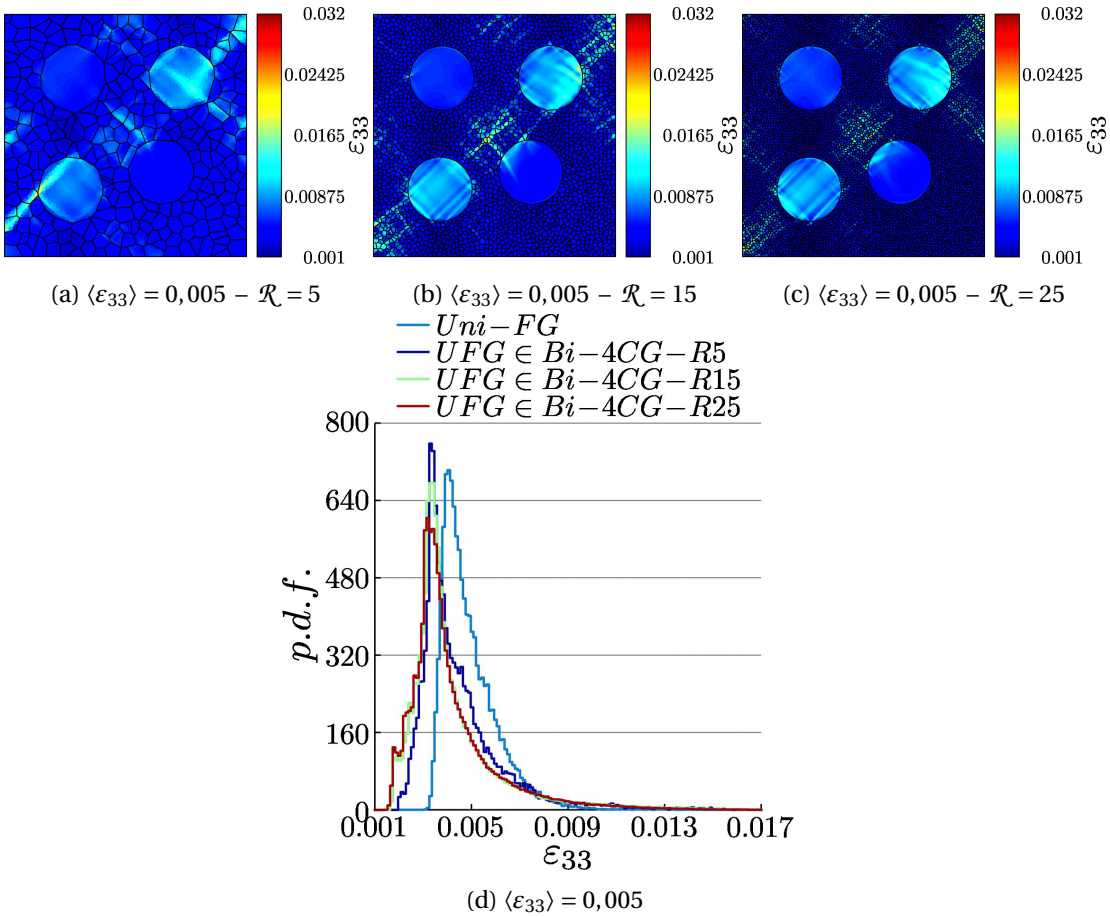


FIGURE 7.3. – Comportements des microstructures à 4 CG isolés avec différents contrastes de tailles de grains, moyennés par population de tailles de grains (a) population (U)FG et (b) population CG.

CG à accomoder la déformation augmente. Ceci permet ainsi de limiter la déformation au sein de la matrice (U)FG et donc l'écrouissage de cette population de grains.

7.1.3. Champs de déformations et de contraintes

L'étude des champs associés aux distributions permettront de mettre en évidence les zones particulièrement impactées par l'augmentation du contraste de tailles de grains. Un second point important a été mis en évidence grâce aux populations de tailles de grains. La réduction de contrainte semble être d'autant plus importante au sein de la matrice (U)FG que le contraste de tailles de grains est élevé. Les distributions présenteront à titre de comparaison les résultats associés au polycristal unimodal (U)FG.



(a) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 5$ (b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 15$ (c) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 25$

(d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$

FIGURE 7.4. – (a,b,c) Champs de déformation axiale pour les microstructures à 4 CG et et à contrastes de tailles de grains différents (a) $\mathcal{R} = 5$, (b) $\mathcal{R} = 15$ et (c) $\mathcal{R} = 25$. (d) Distribution de déformation axiale au sein des matrices (U)FG. La direction de traction est verticale.

Trois champs de déformation axiale sont ainsi présentés pour 0,5% de déformation totale et pour les différents contrastes de tailles de grains sélectionnés (*cf.* figures 7.4a, 7.4b et 7.4c). A ce niveau de déformation, la plasticité a débuté dans la matrice (U)FG et les déformations se localisent. Pour faciliter l'étude des distributions et des champs, les 1er et 99e centiles des distributions sont renseignés au sein du tableau 7.1. Ces champs mettent en évidence deux phénomènes. On observe, d'une part, une intensité des phénomènes de localisation plus importante pour un contraste de tailles de grains croissant (*cf* figure 7.4c). Ceci est illustré par l'évolution du 99er centile des déformations au sein des matrices (U)FG. Pour le contraste de tailles de grains 15, les centiles ne représentent pas la tendance observée pour l'évolution du contraste de tailles de grains de 5 à 25. Ceci peut s'expliquer par les valeurs de déformations élevées au sein des CG (1,5% pour le 99er centile). D'autre part, les champs permettent également d'observer les canaux de basses déformations à la verticale des CG. Ces déformations sont par ailleurs plus faibles pour des contrastes de grains croissants : 0,23%, 0,19% et 0,18%

	$Bi-4CG-R5$	$Bi-4CG-R15$	$Bi-4CG-R25$
C^1_{UFG}	$0,0023$	$0,0019$	$0,0018$
C^{99}_{UFG}	$0,0120$	$0,0130$	$0,0123$
C^1_{CG}	$0,0036$	$0,0034$	$0,0035$
C^{99}_{CG}	$0,0143$	$0,0150$	$0,0139$

TABLEAU 7.1. – Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de déformation axiale des polycristaux bimodaux à 4 CG isolés à $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$.

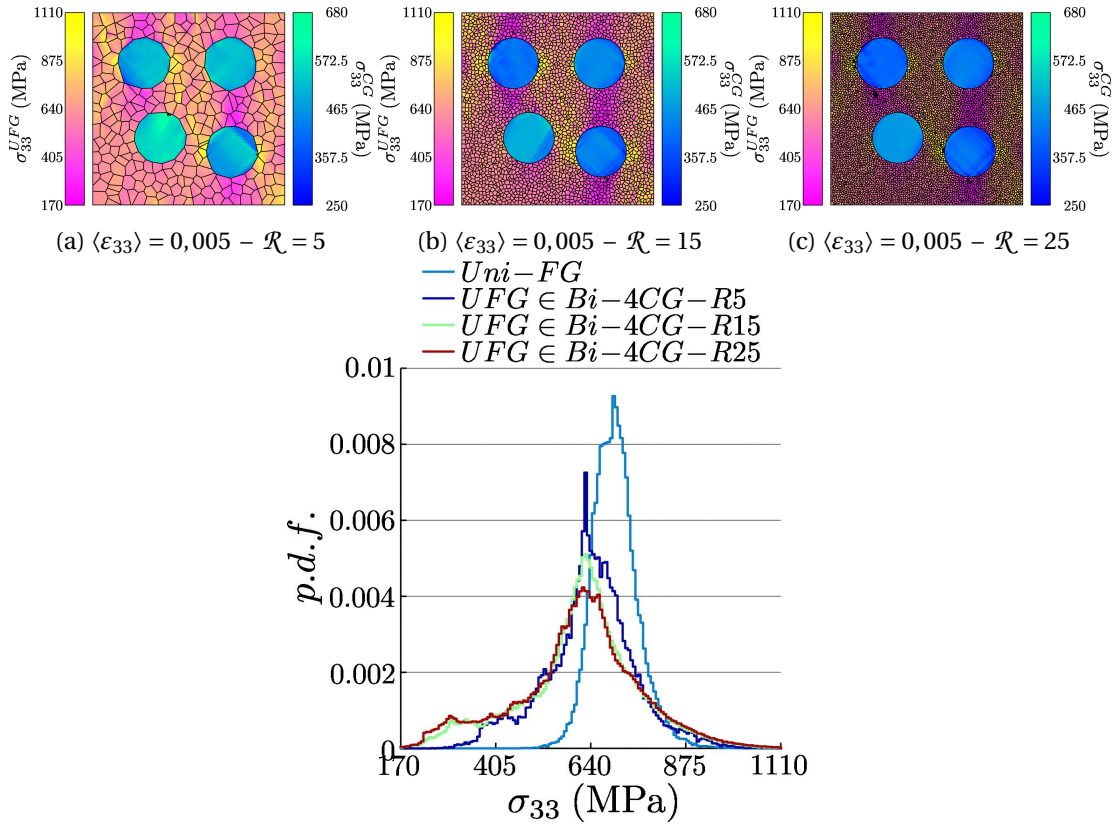
	$Bi-4CG-R5$	$Bi-4CG-R15$	$Bi-4CG-R25$
C^1_{UFG} (MPa)	367	251	235
C^{99}_{UFG} (MPa)	921	967	995
C^1_{CG} (MPa)	404	337	308
C^{99}_{CG} (MPa)	630	521	483

TABLEAU 7.2. – Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte axiale des polycristaux bimodaux à 4 CG isolés à $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$.

selon les 1er centiles.

Ces champs sont accompagnés des distributions de déformation axiale présentées en figure 7.4d. Ceci permet de confirmer les résultats appuyés par les 1er et 99e centiles. Ces distributions permettent également d'indiquer que pour un contraste de tailles de grains croissant, la densité de probabilité correspondant au mode de la distribution diminue, conduisant à une variance plus importante. L'augmentation de cette variance correspond à la modification de la localisation ou des phénomènes de réduction de contrainte. Bien que difficilement visualisable sur les distributions, la comparaison des centiles indique que la localisation de la déformation et la réduction de contrainte sont toutes deux modifiées par l'évolution du contraste de tailles de grains.

Trois champs de contrainte axiale sont également présentés pour $0,5\%$ de déformation totale avec une double échelle (une par population de grains), pour des contrastes de tailles de grains égaux à 5 (*cf.* figure 7.5a), 15 (*cf.* figure 7.5c) et 25 (*cf.* figure 7.5c). Comme pour les déformations, les 1er et 99e centiles des distributions sont renseignés au sein du tableau 7.2. Ces champs permettent de mettre en évidence l'influence du contraste de tailles de grains sur le couplage des comportements de la matrice (U)FG et des CG. Pour un contraste de tailles de grains croissant, la dimension des canaux de basse contrainte est d'autant plus importante. Il apparait aussi clairement que la taille de ces canaux est pilotée par la dimension des CG. Les valeurs observées au sein de ces canaux y sont également plus faibles. Les 1er centiles des contraintes observées au sein de la matrice (U)FG illustrent cette évolution pour les différents contrastes de tailles de grains avec des valeurs de 367, 251 et 235 MPa pour $\mathcal{R} = 5$, 15 et 25 respectivement. Les valeurs basses de contraintes observées au sein des CG sont supérieures à celles observées au sein des canaux et cet écart tend à augmenter pour des contrastes plus élevés. Des zones de surcontrainte peuvent également être observées de part et d'autre des



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 5$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 15$ (c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ – $\mathcal{R} = 25$

(d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

FIGURE 7.5. – (a,b,c) Champs de contrainte axiale pour les microstructures à 4 CG et et à contrastes de tailles de grains différents (a) $\mathcal{R} = 5$, (b) $\mathcal{R} = 15$ et (c) $\mathcal{R} = 25$. (d) Distributions des contraintes axiales au sein des matrices (U)FG. La direction de traction est verticale.

CG au sein des trois microstructures, ces valeurs sont d'autant plus élevées que le contraste de tailles de grains est important (921, 967 et 995 MPa pour $\mathcal{R} = 5$, 15 et 25 respectivement).

Les distributions de contrainte présentées en figure 7.5d permettent de visualiser plus facilement l'influence du contraste de tailles de grains sur les comportements locaux des matrices (U)FG. Pour des contrastes de tailles de grains croissants, la densité de probabilité pour laquelle le mode de la distribution est observé diminue et la distribution s'élargit vers les valeurs de contraintes plus faibles. Cet effet de réduction de contrainte est particulièrement visible au début de la plasticité. Par la suite, pour des niveaux de déformations plus importants, cet effet tend même à s'inverser et la matrice (U)FG est, en moyenne, plus contrainte pour des contrastes de tailles de grains plus élevés (*cf.* figure 7.3a).

7.1.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique

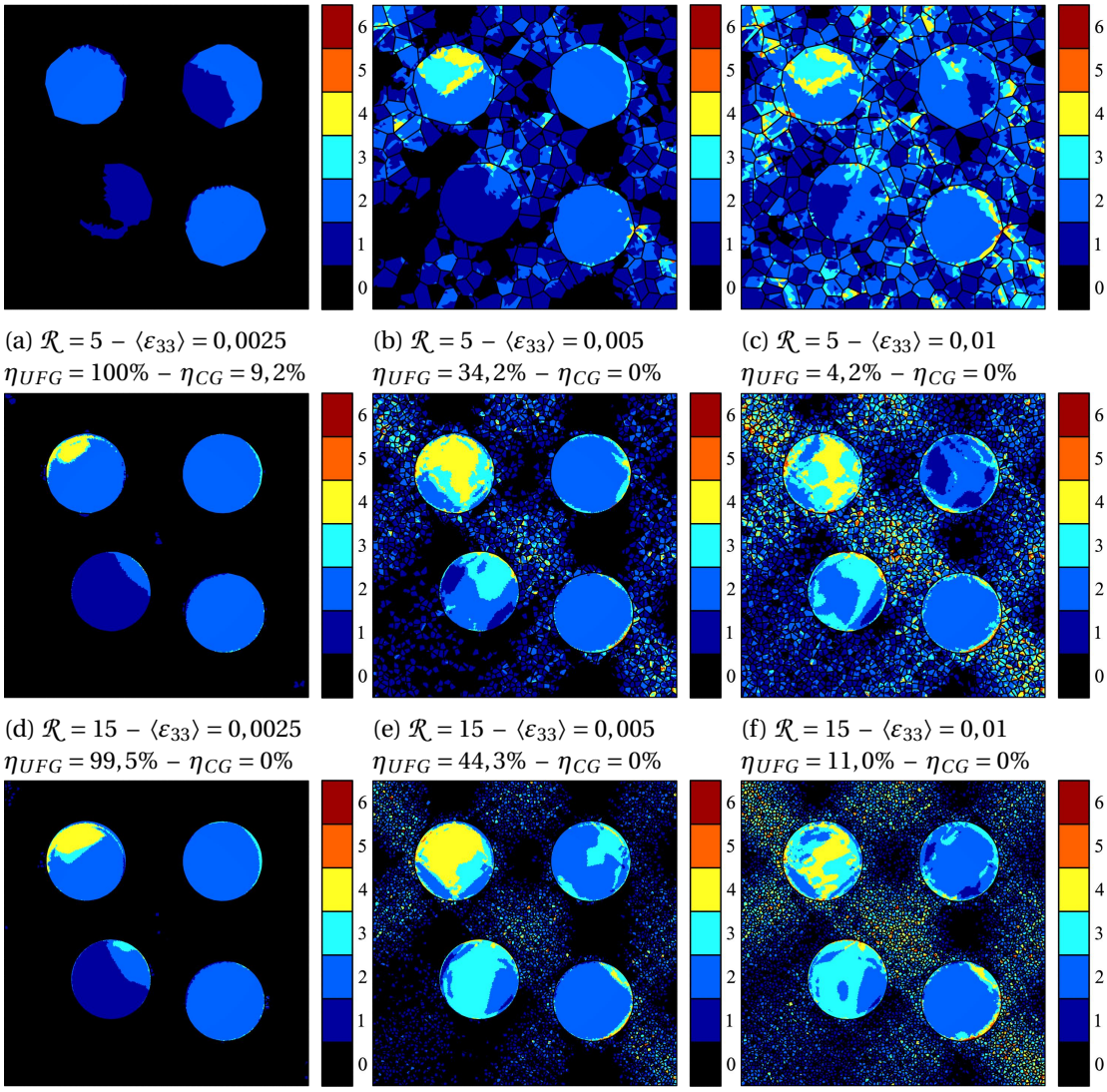
Essayant de comprendre le rôle du contraste de tailles de grains sur l'activation de la plasticité au sein de la matrice (U)FG et sur sa répartition spatiale, les champs d'activation des systèmes de glissement sont présentés en figure 7.6. Ces champs sont présentés pour les trois contrastes de tailles de grains sélectionnés et pour trois niveaux de déformation 0,25%, 0,5% et 1%. Cependant, pour limiter les analyses, seuls les champs établis sur la base du critère $\dot{\gamma}^s$ sont présentés. A titre d'information et pour chaque niveau de déformation, pour chaque champ les fractions élastiques η des matrices (U)FG et des CG sont également renseignées.

En se focalisant uniquement sur le critère de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$, on peut, dans un premier temps, remarquer qu'à 0,25% de déformation totale (*cf.* figures 7.6a, 7.6d et 7.6g), tous les CG présentent des systèmes de glissement activés. Par ailleurs, l'augmentation du contraste de tailles de grains semble favoriser l'activation d'un nombre de systèmes de glissement plus important, ce qui est particulièrement observable pour les deux CG se trouvant à gauche de la microstructure. A partir du contraste de tailles de grains 15, on peut également remarquer, localement, l'activation de la plasticité au sein de la matrice (U)FG entre les 4 CG.

Pour 0,5% de déformation totale (*cf.* figures 7.6b, 7.6e et 7.6h), la déformation se localise au sein de la matrice (U)FG sous forme de bandes orientées à ±45° laissant place à des zones exemptes de plasticité à la verticale des CG ainsi que positionnées de manière équatoriale. Pour une augmentation du contraste de tailles de grains, ces zones élastiques sont plus vastes et comprennent plus de grains. En prenant pour exemple la zone à la verticale des deux CG positionnés à droite de la microstructure, cet espacement représente environ 20% de la dimension de la microstructure. Pour les différents contrastes de tailles de grains 5, 15 et 25, cette distance équivaut respectivement à 3,8, 11,4 et 19 grains. Ces zones exemptes de plasticité sont également plus larges ce qui est illustré par l'augmentation de la fraction élastique au sein de la matrice (U)FG : 34,2%, 44,3% et 46,9% (voir η indiqué en sous légende pour chaque figure). Pour ce niveau de déformation, on peut encore constater un nombre des systèmes de glissement activés plus important pour des contrastes de tailles de grains croissants. Le nombre de systèmes de glissement actifs au sein de la matrice (U)FG semble cependant être peu influencé par le contraste de tailles de grains. Toutefois, la figure 7.6a présente tout de même un nombre de systèmes de glissement plus faible que les autres mais ceci peut être lié au faible nombre de grains (U)FG au sein de la matrice.

A 1% de déformation totale (*cf.* figures 7.6c, 7.6f et 7.6i), la plasticité se généralise, pour autant des zones élastiques perdurent à la verticale des deux CG positionnés à droite de la microstructure. La fraction de la matrice (U)FG demeurant élastique est d'autant plus importante pour des contrastes de tailles de grains croissantes : 4,2%, 11,0% et 13,1%. En comparaison à l'état de déformation à 0,5%, les bandes de localisation orientées à ±45° ont gagné en intensité, et le nombre de systèmes de glissement pouvant y être observés est plus important.

L'activation de ces systèmes de glissement peut être résumée par la fraction élastique présentée en figure 7.7a. Sur ce graphe, le critère γ^s permet de remarquer un déclenchement



(a) $\mathcal{R} = 5$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$
$\eta_{UFG} = 100\%$ – $\eta_{CG} = 9,2\%$

(b) $\mathcal{R} = 5$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$
$\eta_{UFG} = 34,2\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(c) $\mathcal{R} = 5$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$
$\eta_{UFG} = 4,2\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(d) $\mathcal{R} = 15$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$
$\eta_{UFG} = 99,5\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(e) $\mathcal{R} = 15$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$
$\eta_{UFG} = 44,3\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(f) $\mathcal{R} = 15$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$
$\eta_{UFG} = 11,0\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(g) $\mathcal{R} = 25$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$
$\eta_{UFG} = 99,5\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(h) $\mathcal{R} = 25$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$
$\eta_{UFG} = 46,9\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

(i) $\mathcal{R} = 25$ – $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$
$\eta_{UFG} = 13,1\%$ – $\eta_{CG} = 0\%$

FIGURE 7.6. – Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil de la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ sur les microstructures à 4 CG et à différents contrastes de taille de grains : (a,b,c) $\mathcal{R} = 5$, (d,e,f) $\mathcal{R} = 15$. Différentes déformations imposées sont considérées : (a,d,g) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$, (b,e,h) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ et (c,f,i) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale.

prématuré de la plasticité au sein de la matrice (U)FG intervenant à des niveaux de déformation plus faibles pour des contrastes de tailles grains plus élevés. Ceci peut être expliqué par la réduction de la limite d'élasticité des CG lors de l'augmentation du contraste de tailles de

grains. Lors du déclenchement de la plasticité de ces CG, la répartition des contraintes est modifiée au sein de la matrice (U)FG créant des zones de surcontrainte. Pour des contrastes de tailles de grains plus élevés, ces zones de surcontrainte apparaissent pour des niveaux de déformation plus faibles. La comparaison des différentes fractions élastiques observées, entre les matrices (U)FG des bimodaux et de celles de leur homologue unimodal traduit l'influence du contraste de tailles de grains. Pour une valeur croissante de ce contraste, la généralisation de la plasticité est décalée vers des niveaux de déformation plus élevés. Pour les contrastes de tailles de grains 5, 15 et 25, elle est détectée à partir de $2,1\%$, $2,9\%$ et $3,3\%$ pour le critère basé sur le glissement plastique γ^s. Ces niveaux de déformation sont de $1,4\%$, $2,0\%$ et $2,2\%$ d'après le critère $\dot{\gamma}^s$. **Pour une valeur croissante de ce contraste, et ce, pour les deux critères, la généralisation de la plasticité est décalée vers des niveaux de déformation plus élevés.**

le nombre de systèmes de glissement est également illustré en figure 7.7b, leur évolution caractéristique en deux temps est similaire à celles des matrices (U)FG des polycristaux présentés jusqu'ici (*cf.* figures 6.15b et 6.25b). Ce graphe corrobore les résultats associés aux champs. Pour le critère $\dot{\gamma}^s$, au sein de la matrice (U)FG, le contraste de tailles de grains semble peu affecter le nombre de systèmes de glissement activés. Cependant, pour le critère γ^s, il est possible de remarquer une différence entre les trois polycristaux (maximale vers 1.5% de déformation). Le changement d'évolution du nombre de systèmes de glissement en fonction de la déformation s'effectue pour un niveau de déformation plus élevé pour des contrastes de tailles de grains croissants. Finalement, à 5% de déformation totale, les nombres de systèmes de glissement actifs sont égaux pour les deux critères et cette valeur est d'autant plus importante que le contraste de tailles de grains est élevé.

La fraction élastique observée au sein des CG est ensuite décrite en figure 7.7c. Pour les deux critères γ^s et $\dot{\gamma}^s$, pour des contrastes de grains croissants la transition élastique/plastique intervient pour des niveaux de déformation plus faibles en raison de la réduction de la limite d'élasticité. L'écart est plus important entre $\mathcal{R} = 5$ et $\mathcal{R} = 15$ qu'entre $\mathcal{R} = 15$ et $\mathcal{R} = 25$ car la limite d'élasticité comprend un terme de Hall-Petch proportionnel à $\mathcal{R}^{-1/2}$. Pour le critère γ^s, la fraction élastique évolue exponentiellement avec la déformation (échelle logarithmique) jusqu'aux derniers 10%, où cette évolution ralentie. Ce ralentissement est similaire entre les différentes microstructures car les CG occupent les mêmes positions et sont donc impactés de manière équivalente par les phénomènes de localisation.

Comme pour la matrice (U)FG, le nombre de systèmes de glissement actifs au sein des CG est présenté en figure 7.7d. Le critère γ^s représente clairement la différence de limite d'élasticité lié à la modification de taille de grains avec les premières activations des systèmes de glissement. Peu après, l'évolution au sein des CG est similaire pour les différentes microstructures. Sur la base du critère $\dot{\gamma}^s$, plus de systèmes sont considérés comme actifs, mais parmi ceux-ci seuls certains présentent un glissement important et sont donc considérés comme actifs pour le critère γ^s.

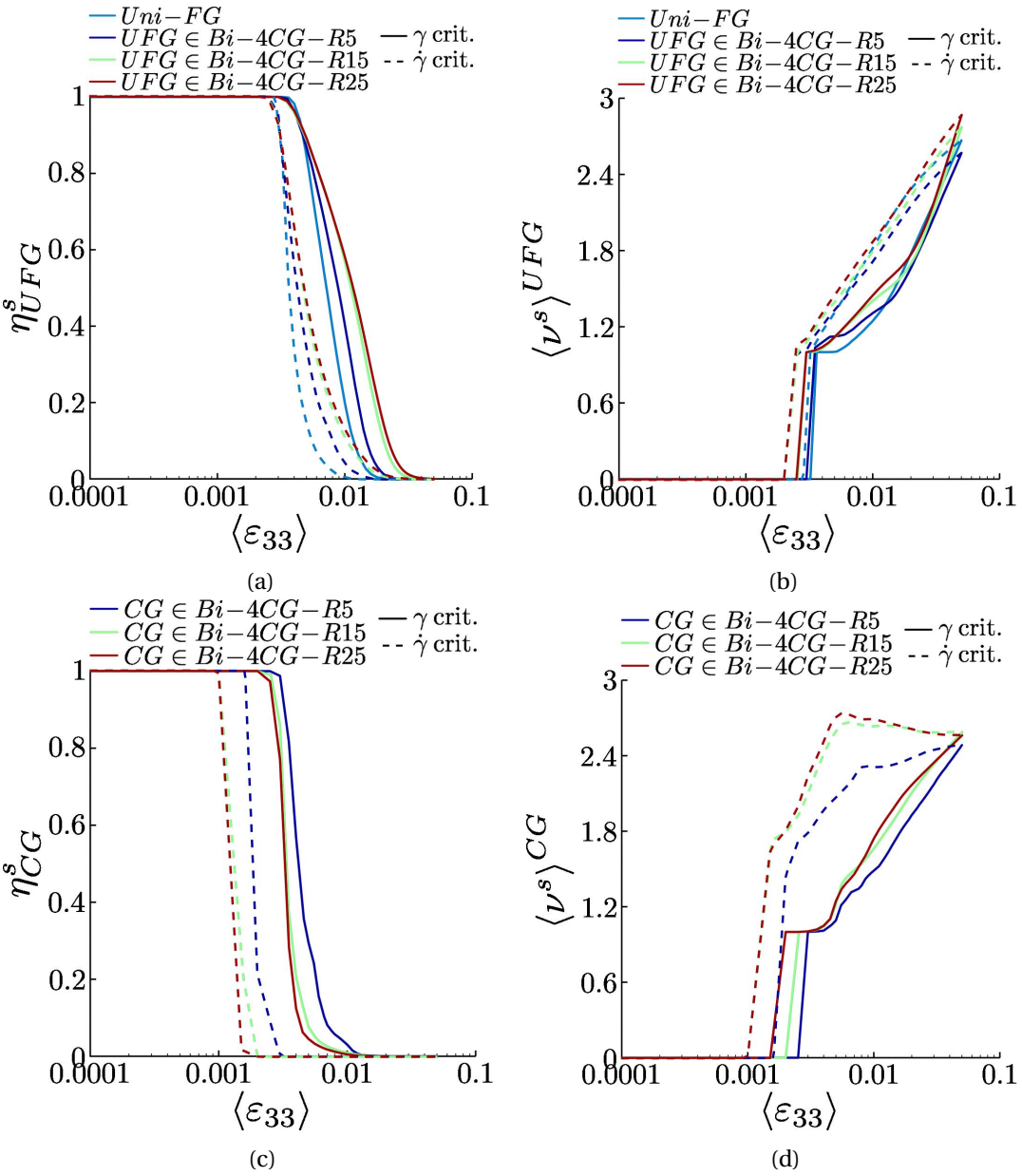


FIGURE 7.7. – (a,c) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$). Observations faites (a,b) dans la matrice (U)FG et le polycristal unimodal (U)FG et (c,d) au sein des CG. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

7.2. Influence de la sollicitation mécanique

Les différentes analyses présentées jusqu'ici sur les polycristaux bimodaux soumis à des sollicitations de traction uniaxiale ont permis de mettre en évidence la présence de canaux de basse contrainte à la verticale des CG. Ces canaux modifient l'apparition de la plasticité au sein de la matrice (U)FG. Par ailleurs, l'étude des microstructures à 9 CG a démontré l'influence de la répartition spatiale des CG sur les phénomènes de réduction de contrainte et de localisation de la déformation. Toutes ces analyses ont cependant été conduites dans le cas d'une sollicitation de traction uniaxiale. Il convient alors de s'interroger quant à la faculté de ces matériaux à retarder l'apparition de la plasticité dans le cas de sollicitation de cisaillement ou de traction biaxiale. Comme précisé précédemment, ces aspects sont peu abordés dans la littérature, autant d'un point de vue expérimental [114, 121, 212] que numérique [148].

Pour décrire l'influence du chargement sur la répartition spatiale des contraintes et des déformations en lien avec le caractère bimodal de la distribution de tailles de grains, il est avant tout nécessaire de caractériser le comportement d'un polycristal unimodal (U)FG soumis à ces différents chargements. Ceux-ci sont décrits au sein de la section 4.3.

7.2.1. Polycristaux unimodaux

Les polycristaux étant soumis à des chargements différents, la description du comportement en termes de composantes axiales n'est pas suffisamment représentative des états rencontrés. Leur comportement sera plutôt décrit en contrainte et déformation équivalente au sens de Von Mises. Ainsi, les premiers résultats décrits figure 7.8 présentent le comportement d'un polycristal unimodal (U)FG soumis aux trois chargements différents : traction uniaxiale, traction biaxiale et cisaillement.

La réponse en traction monotone du polycristal unimodal (U)FG est similaire à celle obtenue en traction biaxiale confirmant ainsi le caractère isotrope du comportement mécanique en lien avec les hypothèses du critère de Von Mises. Toutefois la contrainte moyenne équivalente observée pour la sollicitation de cisaillement est plus faible que pour les autres sollicitations, probablement en lien avec les conditions aux limites. Les champs de contrainte et de déformation équivalente, respectivement présentés en figures 7.9 et 7.10 sont établis à déformations équivalentes totales égales. Ces champs sont accompagnés de distributions statistiques des valeurs observées au sein de ces champs. Le champ de déformations équivalentes d'un polycristal soumis à une traction uniaxiale présenté en figure 7.9a génère un champ similaire à celui de la déformation axiale, caractérisé par des bandes de localisation orientées à $\pm 45°$. En revanche, la traction biaxiale ne conduit pas à la génération de motifs de localisation (*cf.* figure 7.9b). Le cisaillement, comme la traction uniaxiale, génère également des motifs de localisation (*cf.* figure 7.9c) prenant pour source les sommets de la microstructure. Ces résultats sont appuyés par l'étude des distributions présentées figure 7.9d. Les distributions de déformation équivalente associées à la traction uniaxiale et au cisaillement présentent une queue de distribution vers les hautes valeurs (caractéristique de la présence du phénomène de localisation). La distribution associée à la traction biaxiale ne possède pas cet attribut.

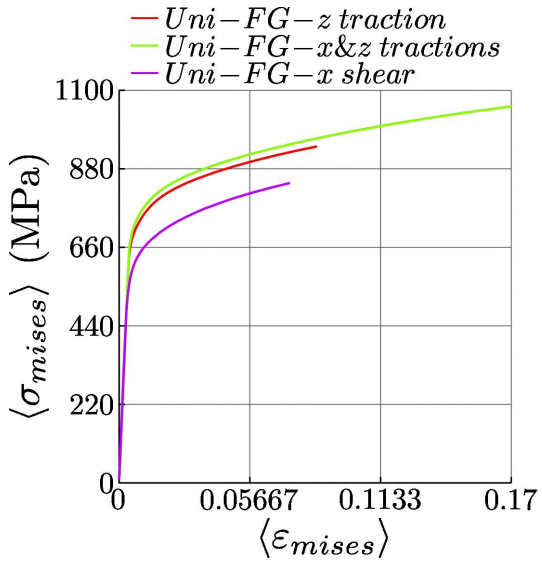


FIGURE 7.8. – Comportements macroscopiques en contrainte et déformation équivalente d'un polycristal unimodal soumis à trois chargements différents : traction uniaxiale, traction biaxiale et cisaillement.

En comparant les champs de contrainte équivalente, on peut constater que les champs de traction uniaxiale (*cf.* figure 7.10a) et de traction biaxiale (*cf.* figure 7.10b) présentent des champs similaires. Le champ associé à la sollicitation de cisaillement présente deux zones de basse contrainte situées de part et d'autre de la microstructure (*cf.* figure 7.10c). Ces dernières proviennent des effets de bords dus aux conditions limites utilisées pour cette sollicitation et expliquent les différences de comportements macroscopiques par rapport aux autres modes de sollicitation (*cf.* figure 7.8). L'étude de la distribution présentée en figure 7.10d permet, en premier lieu, de confirmer la réduction de contrainte associée aux conditions aux limites de cisaillement. Par ailleurs, la figure 7.10d permet également de constater la similarité des distributions de contrainte associées aux sollicitations de traction uni- et bi-axiale. Deux différences peuvent pourtant être relevées, le mode de la distribution associée à la traction biaxiale apparait pour une densité de probabilité plus faible que celui de la traction uniaxiale, correspondant à un élargissement de la distribution. Dans le même temps, on peut également remarquer la présence de grains plus contraints.

Ces premiers résultats constituent une analyse préliminaire de l'influence du chargement sur les réponses mécaniques de polycristaux. Les chargements de traction uniaxiale et de cisaillement conduisent à la localisation de la déformation. Concernant la traction biaxiale ne génère aucun motif de localisation dans le cas d'un polycristal unimodal. On peut aussi remarquer que les conditions aux limites utilisées pour le cisaillement génèrent des effets de bords. Pour cette sollicitation, la microstructure ne sera pas traitée dans son intégralité de manière à s'affranchir de ces effets de bords. Le choix de la zone d'intérêt est illustré en figure 7.11a et les contraintes observées dans ces différentes zones sont illustrées en figure 7.11b. En ré-

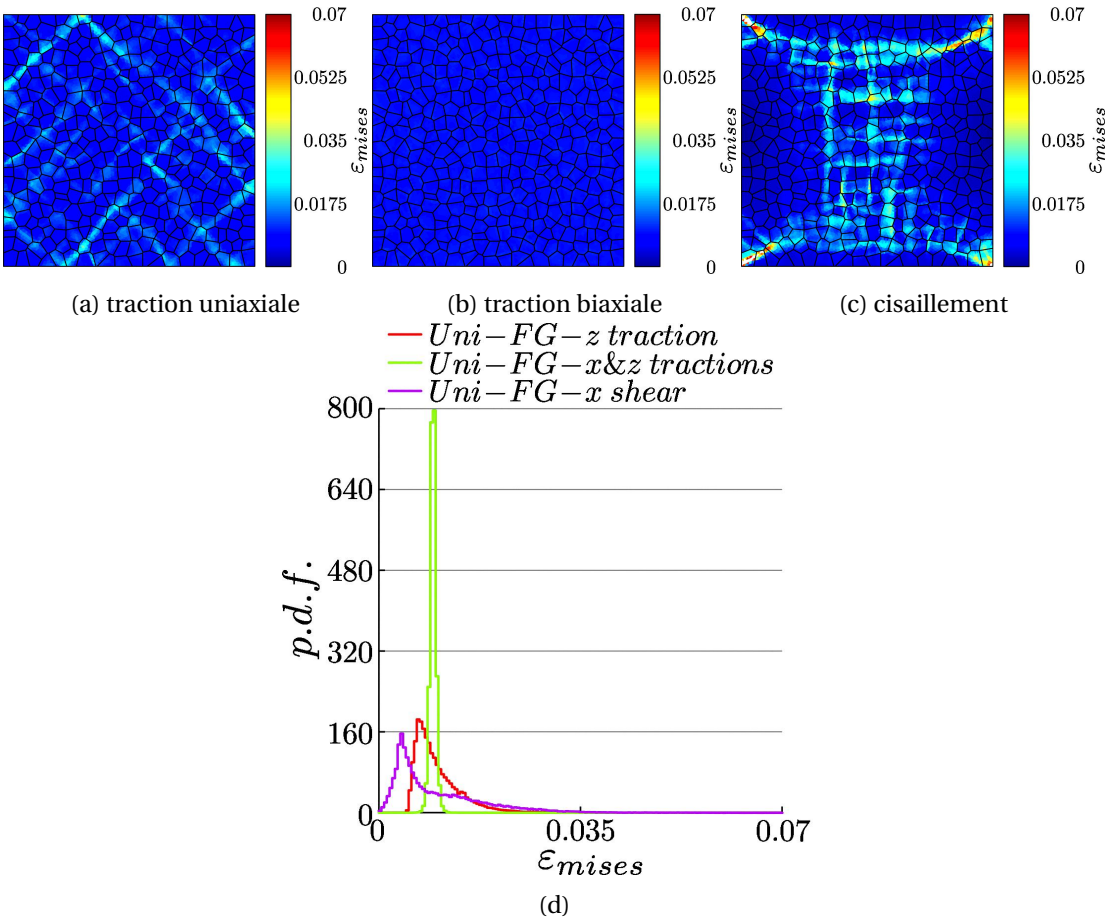


FIGURE 7.9. – Champs de déformations équivalentes à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ d'un polycristal unimodal (U)FG soumis à différents chargements (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. (d) Distributions des valeurs de déformations équivalentes associées aux champs présentés.

férence, la zone d'intérêt maximale est représenté en rouge et englobe la totalité de la microstructure. En rétrécissant cette zone d'intérêt, les distributions présentent moins de valeurs de contraintes faibles et peu de variations sont observées pour les contraintes hautes. Les zones d'intérêt de côtés respectifs 7 μm et 6 μm présentent des résultats très similaires démontrant la convergence et la suppression des effets de bords. Ainsi pour les prochaines analyses, les zones d'intérêt se limiteront à 70% de la microstructure et seront représentées sur les champs correspondant aux sollicitations de cisaillement. Pour ces zones d'intérêt, les comportements macroscopiques sont également présentés en figure 7.11c. Ceci permet de confirmer l'augmentation de la contrainte équivalente moyenne associée à la réduction de la zone d'intérêt et la déformation équivalente moyenne augmente également. Cette augmentation de contrainte est de plus en plus faible mettant ainsi en évidence la convergence.

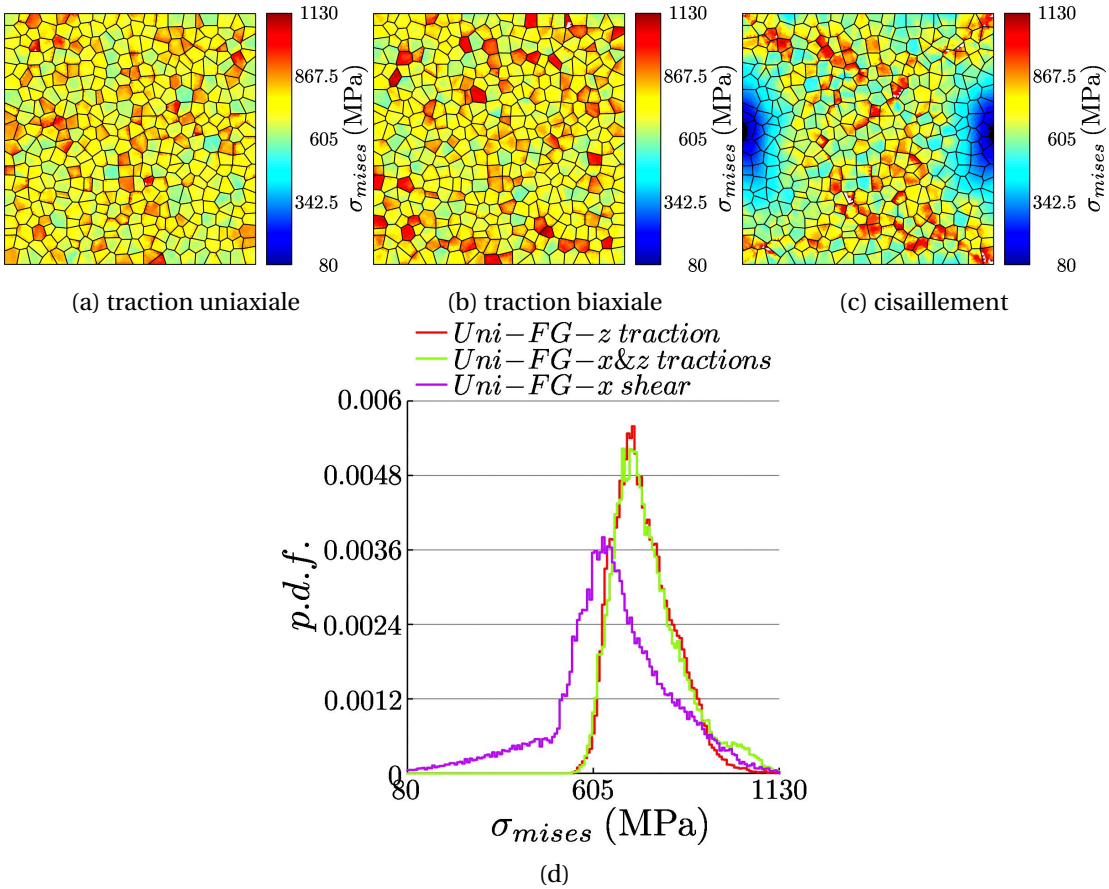
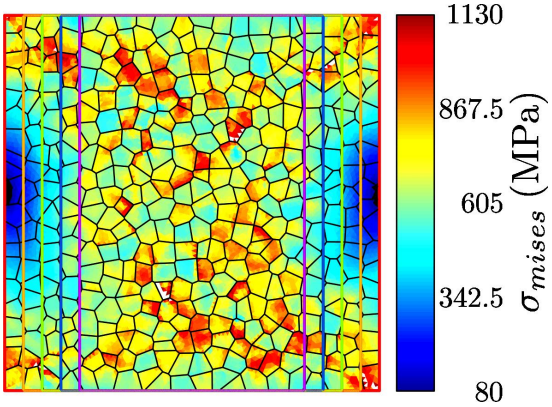
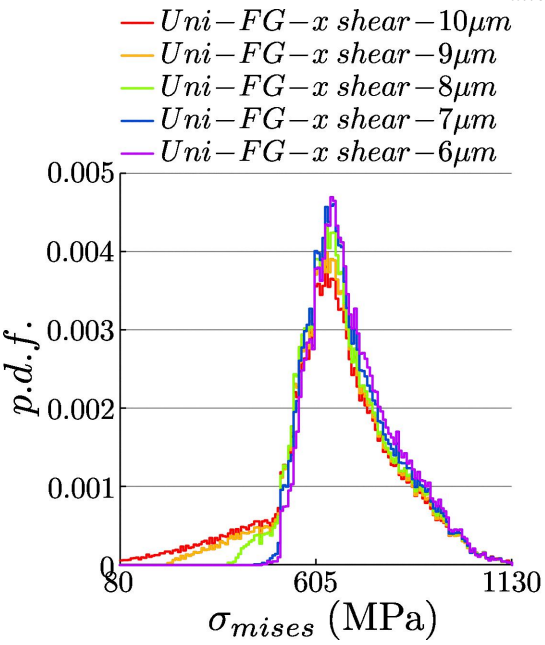


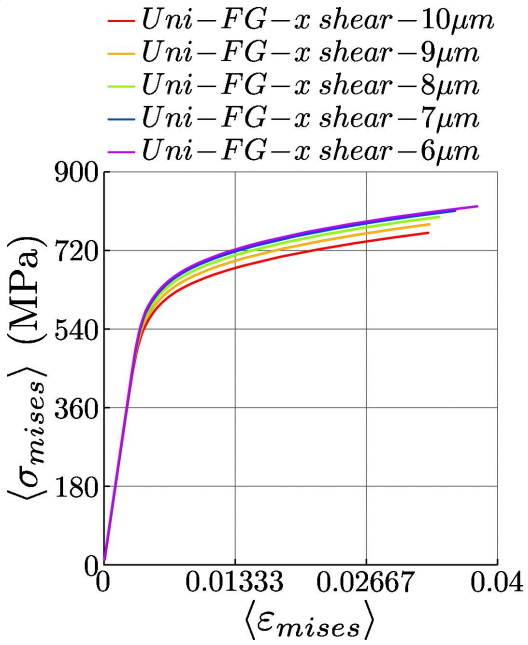
FIGURE 7.10. – Champs de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ d'un polycristal unimodal (U)FG soumis à différents chargements (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. (d) Distributions des valeurs de contraintes équivalentes associées aux champs présentés.



(a) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$



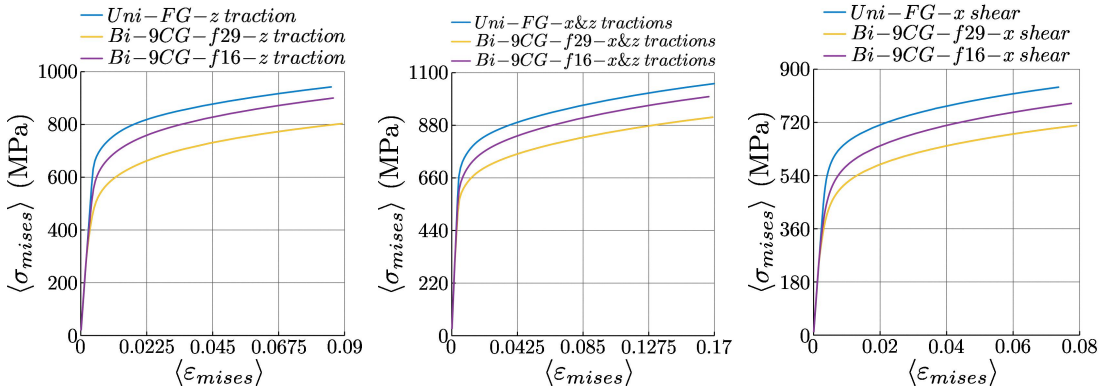
(b) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$



(c)

FIGURE 7.11. – Influence de la zone d'intérêt pour un polycristal unimodal (U)FG soumis à une sollicitation de cisaillement. (a) Zone d'intérêt représentée sur un champ de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$, (b) distributions de contrainte équivalente au même niveau de déformation équivalente moyenne et (c) comportements macroscopiques en contrainte et déformation équivalente des zones d'intérêt.

7.2.2. Comportements macroscopiques de polycristaux bimodaux



(a) traction uniaxiale (b) traction biaxiale (c) cisaillement

FIGURE 7.12. – Evolution des contraintes équivalentes en fonction des déformations équivalentes de polycristaux uni- et bi-modaux soumis à (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. Ces résultats sont obtenus en moyennant les contraintes et les déformations équivalentes sur l'ensemble des microstructures.

Pour chaque mode de sollicitation les comportements des deux polycristaux à 9 CG sont comparés au comportement des deux polycristaux unimodaux (U)FG et CG. Ces comportements macroscopiques sont représentés en contraintes et déformations équivalentes pour comparer les différents modes de sollicitation. La figure 7.12a représente le comportement des différents polycristaux soumis à une déformation axiale imposée jusqu'à 5%. Bien que soumis à la même sollicitation, on peut discerner une différence de déformations équivalentes au dernier état de déformation en lien avec la modification des contraintes axiale ou transverse caractérisées au cours du chapitre précédent (*cf.* section 6.2). Pour la sollicitation de traction biaxiale (*cf.* figure 7.12b), les écarts de déformation équivalente sont plus faibles. Un constat identique à la traction uniaxiale peut être fait pour la sollicitation de cisaillement pour laquelle les courbes de traction sont présentés en figure 7.12c. Au dernier état de déformation, on peut également remarquer une différence de déformation équivalente entre les différentes microstructures. Comme présenté pour les cas unimodaux (*cf.* figure 7.8), les sollicitations de traction uni- et bi-axiales conduisent à des états de contrainte moyens similaires. La sollicitation de cisaillement conduit à des états de contrainte équivalente plus faibles dus aux effets de bords.

7.2.3. Champs de déformations et de contraintes équivalentes

Pour accompagner les réponses mécaniques en sollicitations monotones regroupées par sollicitation, les champs de déformation et de contraintes équivalentes sont également présentés. Les champs associés au cisaillement sont représentés dans leur ensemble mais les distributions portent uniquement sur les régions d'intérêt. Contrairement aux distributions pré-

sentées jusque-là, elles traitent cette fois l'ensemble de la microstructure sans distinction de population de tailles de grains et les comportements des polycristaux unimodaux (U)FG et CG figurent également dans ces histogrammes.

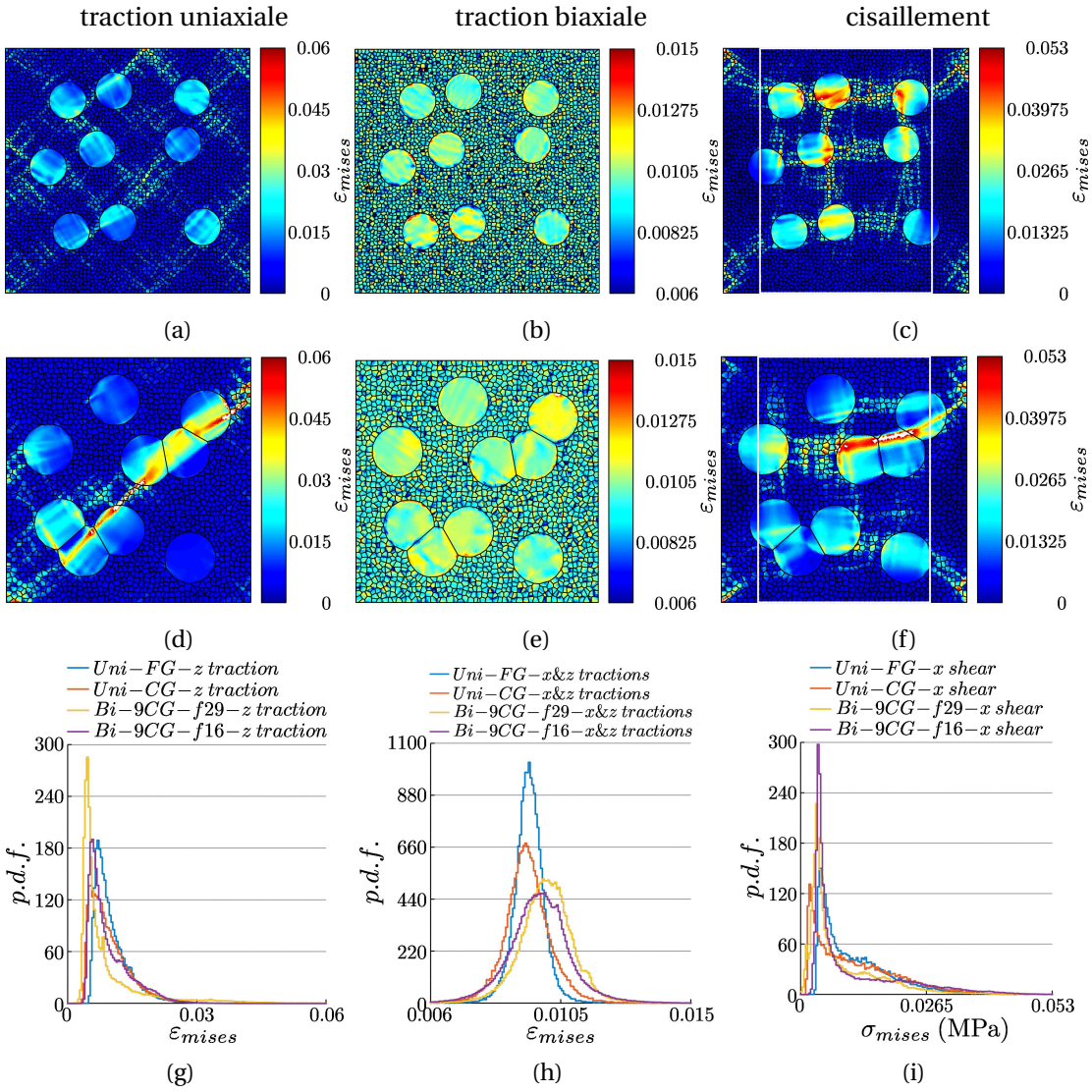


FIGURE 7.13. – Champs de déformation équivalente à $\langle\varepsilon_{mises}\rangle = 0,01$ du polycristal (a,b,c) $Bi-9CG-f29$ et (d,e,f) $Bi-9CG-f16$ soumis à différents chargements et (g,h,j) distributions de déformation équivalente associées. Résultats relatifs à une sollicitation de (a,d,g) traction verticale, (b,e,h) traction biaxiale et (c,f,j) cisaillement.

Pour les déformations équivalentes, les résultats associés à la traction uniaxiale des polycristaux bimodaux complexes sont présentés en figures 7.13a et 7.13d pour les champs. Les va-

leurs de déformation équivalente sont résumées au sein des distributions en figure 7.13g. Comme pour le polycristal unimodal (U)FG, la déformation équivalente se localise de manière similaire à la déformation axiale (*cf.* figure 6.18b et 6.18d).

Pour la traction biaxiale, les champs de déformation équivalente sont présentés en figures 7.13b et 7.13e puis sont résumées grâce à des distributions en figure 7.13h. Les champs sont significativement différents de ceux associés à la traction uniaxiale et aucune localisation des déformations équivalentes n'est visible au sein de la matrice (U)FG. Certains motifs peuvent être observés au sein des CG mais ils ne conduisent pas à des motifs de localisation au sein de la matrice (U)FG. Ceci est également visible sur les distributions qui sont radicalement différentes de celles associées à la traction uniaxiale, ces dernières sont de type « lognormal » et la queue de la distribution (qui comprend les valeurs les plus élevées) représente la localisation de la déformation. En revanche, pour la traction biaxiale, les distributions sont similaires à des distributions gaussiennes, qui n'illustrent pas de comportements extrêmes.

Les champs de déformation équivalente présentés en figures 7.13c et 7.13f sont associés au cisaillement et les valeurs se trouvant au sein des régions d'intérêt sont résumées dans l'histogramme en figure 7.13i. Comme pour la traction uniaxiale, le cisaillement conduit à des phénomènes de localisation de la déformation orienté à 0°, 180° et ±45°. Bien que cette localisation soit différente, les distributions sont également de type « lognormal ». L'agrégation des CG ne semble pas avoir d'effet significatif sur les valeurs de déformations équivalentes observées bien que les phénomènes de localisation prennent pour origine les CG.

Avant de traiter les résultats issus de la traction biaxiale et du cisaillement, les champs de contrainte équivalente associés aux polycristaux bimodaux complexes sont présentés en figures 7.14a et 7.14d pour la traction uniaxiale. La distribution en figure 7.14g décrit les états de contrainte équivalente associés à ces champs. Contrairement aux distributions par population de tailles de grains, les distributions associées aux polycristaux bimodaux présentent une certaine trimodalité, dont le pic le plus imposant représente les contraintes équivalentes dans la matrice (U)FG. Les CG sont quant à eux moins contraints et donnent lieu à deux pics observés aux basses contraintes. Toutefois la distribution associée au polycristal unimodal CG ne présente pas de bimodalité, ce qui suggère que cet effet proviennent de la bimodalité de tailles de grains. Contrairement aux champs de contrainte axiale, les contraintes équivalentes n'illustrent pas la même distribution spatiale. En effet les canaux de basse contrainte sont plus difficilement visibles, mais certaines zones de basse contrainte sont toujours positionnées à la verticale des CG mais distantes des CG. En plus de ces zones, on observe également des zones de basse contrainte de part et d'autre des CG. Ceci est dû à la contribution de la contrainte transverse (illustrées figures 6.13e et 6.13f dans le cas d'un polycristal unimodal à un CG central). Comme pour la contrainte axiale, la réduction de contrainte équivalente est plus clairement marquée sur le polycristal à CG partiellement agrégés. Ce résultat est confirmé par l'étude des distributions, en comparaison au polycristal unimodal (U)FG, le pic associé à la matrice (U)FG du polycristal $Bi-9CG-f29$ est décalé vers les basses contraintes, alors que pour le polycristal $Bi-9CG-f16$ ce décalage est beaucoup moins marqué. En dehors de ces zones de basse contrainte, on observe également des zones de surcontrainte mais

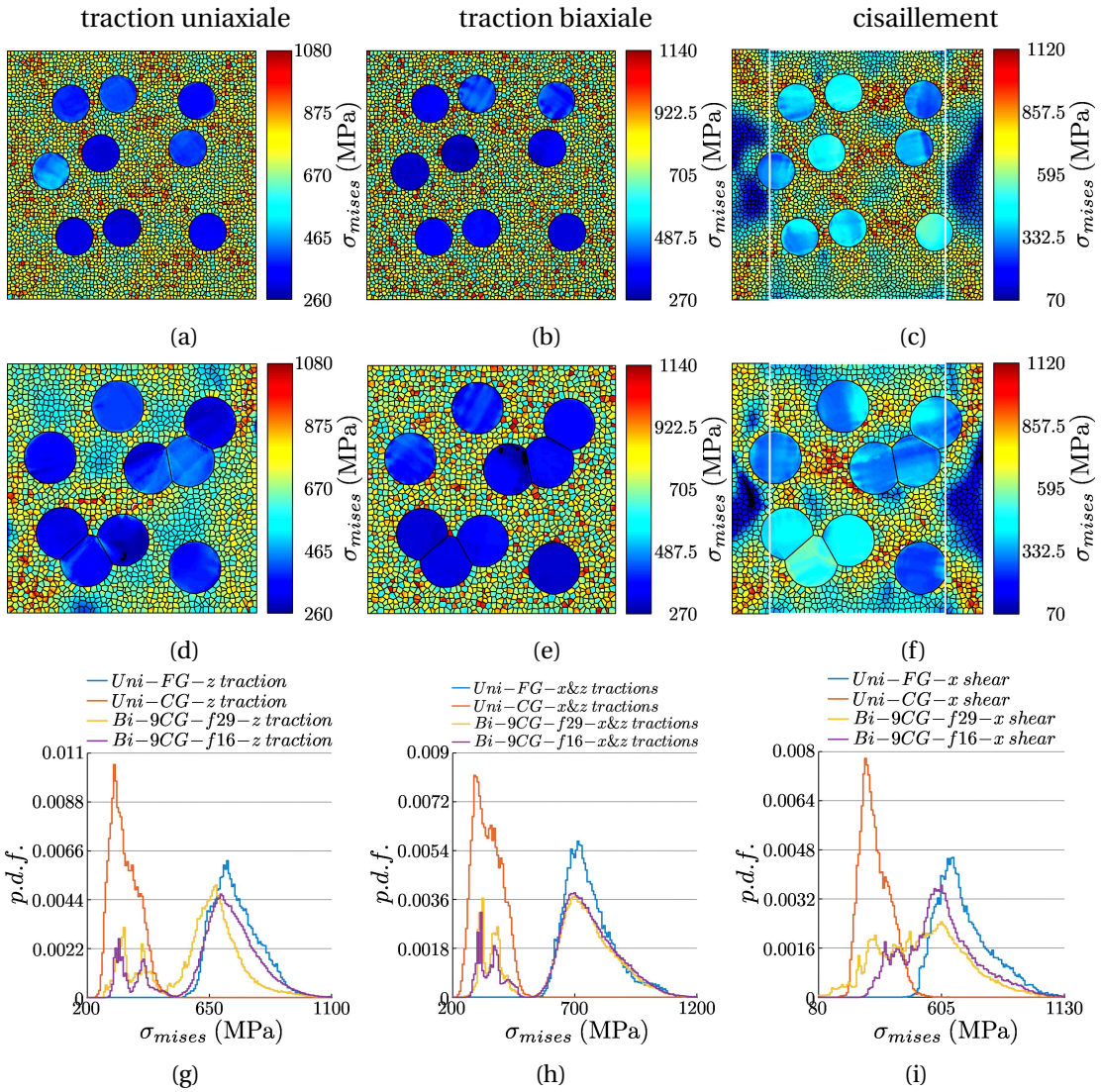


FIGURE 7.14. – Champs de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ du polycristal (a,b,c) $Bi-9CG-f29$ et (d,e,f) $Bi-9CG-f16$ soumis à différents chargements et (g,h,j) distributions des valeurs de contraintes équivalentes. Résultats relatifs à une sollicitation de (a,d,g) traction verticale, (b,e,h) traction biaxiale et (c,f,j) cisaillement.

leur positionnement ne correspond pas à celui obtenu pour les contraintes axiales. Mais ces champs permettent de confirmer les positions similaires entre surcontraintes et localisation de la déformation équivalente (*cf* figures 7.13a et 7.13d). Au sein des deux polycristaux bimodaux complexes, ces zones sont situées au sein de la matrice (U)FG et proches des bandes de localisation de la déformation axiale orientées à ±45° et prenant pour origine les CG.

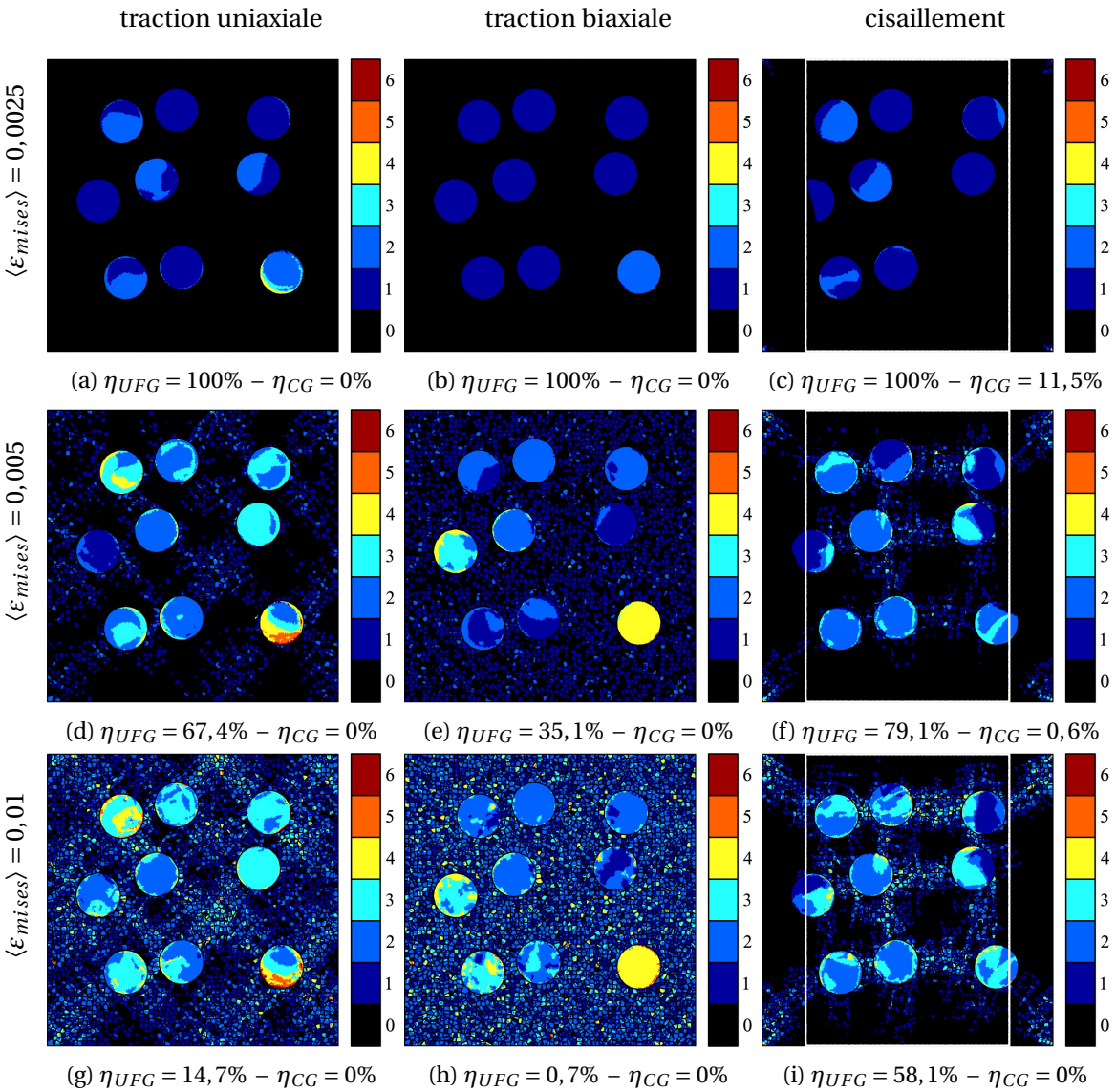
Les contraintes équivalentes associés à la traction biaxiale sont présentés en figures 7.14b et 7.14e pour les champs et en figure 7.14h pour les distributions. Sur ces champs, les CG présentent des états de contrainte similaires à ceux pouvant être observés en traction uniaxiale, ce qui est confirmé par les histogrammes. En revanche, pour les deux polycristaux bimodaux complexes, les matrices (U)FG présentent des contraintes équivalentes similaires à celles pouvant être observés pour leur homologue unimodal. Ainsi la distribution spatiale des CG ainsi que leur présence au sein de la matrice (U)FG ne semble pas avoir de clair impact sur les contraintes équivalentes observées.

Les champs présentés en figure 7.14c et 7.14f représentent les états de contrainte équivalente des polycristaux bimodaux soumis à une sollicitation de cisaillement. Comme précisé précédemment, les distributions présentées en figure 7.14i font seulement état des contraintes équivalentes dans la région d'intérêt. Ces champs permettent de confirmer la dimension de la région d'intérêt de manière à s'affranchir des effets de bords liés à ce mode de sollicitation. Contrairement à la traction uniaxiale, les phénomènes de souscontrainte et surcontrainte semblent plus marqués, ce qui est confirmé par les distributions de contrainte équivalente qui sont significativement plus larges que celles observés en traction uniaxiale et qui ne permettent plus de discerner clairement les populations de tailles de grains. Dans la région d'intérêt, les réductions de contrainte sont positionnées entre les CG à $\pm 45°$ et réparties verticalement à proximité des limites de la microstructures. Les phénomènes de surcontrainte relient les CG de manière verticale ou horizontale. Au-delà de la région d'intérêt, ces phénomènes de surcontrainte s'étendent également des CG aux sommets de la microstructure. Comme pour la traction uniaxiale, les zones de surcontrainte correspondent à la localisation de la déformation (*cf* figures 7.13c et 7.13f).

7.2.4. Activation des systèmes de glissement et fraction élastique

Les analyses porteront dans un premier temps sur la microstructure bimodale à 9 CG dans une configuration isolée, ces dernières se restreindront au critère portant sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. On constate pour une déformation équivalente totale de $0,25\%$ que le mode de sollicitation influence peu la répartition spatiale de l'activation des systèmes de glissement. A ce stade seuls ceux des CG sont actifs (*cf.* figures 7.15a, 7.15b et 7.15c). A partir d'une déformation équivalente macroscopique de $0,5\%$, les sollicitations en traction uniaxiale (*cf.* figure 7.15d) et en cisaillement (*cf.* figure 7.15f) conduisent à des phénomènes de localisation. Ces phénomènes de localisation, bien que différents semblent prendre pour source les CG. Toutefois pour la traction biaxiale (*cf.* figure 7.15e) la plasticité des grains de la matrice (U)FG s'active de manière isotrope. A 1%, les sollicitations en traction uniaxiale et biaxiale conduisent, selon le critère $\dot{\gamma}^s$, à une activité de la matrice (U)FG majoritairement plastique. Les phénomènes de localisation issus de la sollicitation de cisaillement retardent de manière significative l'établissement de la plasticité, à 1% de déformation équivalente, une grande portion de la matrice (U)FG demeure élastique.

On s'intéresse dans un second temps à la microstructure bimodale aux CG partiellement agrégés. Cette microstructure sollicitée à une déformation équivalente totale de $0,25\%$ présente une première différence comparativement à la microstructure à CG isolés. Dans le cas



(a) $\eta_{UFG} = 100\% - \eta_{CG} = 0\%$ (b) $\eta_{UFG} = 100\% - \eta_{CG} = 0\%$ (c) $\eta_{UFG} = 100\% - \eta_{CG} = 11,5\%$

(d) $\eta_{UFG} = 67,4\% - \eta_{CG} = 0\%$ (e) $\eta_{UFG} = 35,1\% - \eta_{CG} = 0\%$ (f) $\eta_{UFG} = 79,1\% - \eta_{CG} = 0,6\%$

(g) $\eta_{UFG} = 14,7\% - \eta_{CG} = 0\%$ (h) $\eta_{UFG} = 0,7\% - \eta_{CG} = 0\%$ (i) $\eta_{UFG} = 58,1\% - \eta_{CG} = 0\%$

FIGURE 7.15. – Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil portant sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces champs représentent la microstructure à 9 CG isolés à différentes déformations équivalentes totales (a,b,c) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,0025$, (d,e,f) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,005$ et (g,h,i) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$. La microstructure est soumise à différents chargements (a,d,g) une traction verticale, (b,e,h) une traction biaxiale et (c,f,i) un cisaillement. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η.

des sollicitations de traction uniaxiale (*cf.* figure 7.16a) et de cisaillement (*cf.* figure 7.16c), l'agrégation des CG impacte l'activation des systèmes de glissement. Ainsi pour ces sollicitations, il est possible d'observer une localisation de l'activité plastique au sein des CG. Pour la sollicitation biaxiale (*cf.* figure 7.16b), le constat est différent et l'ensemble des CG présente une activité plastique et un nombre de systèmes de glissement actifs uniforme. Pour une déformation équivalente totale de $0,5\%$, l'activité plastique s'étend à la matrice (U)FG et démontre une répartition spatiale similaire à celle pouvant être observée pour la microstructure à CG isolés. Les sollicitations de traction uniaxiale (*cf.* figure 7.16d) et de cisaillement (*cf.* figure 7.16f) conduisent à des phénomènes de localisation. Ainsi en dehors de ces zones, l'apparition de la plasticité de la matrice (U)FG est retardée. Pour la traction biaxiale dont le champ associé est présenté en figure 7.16e, l'activation de la plasticité au sein de la matrice n'est pas affectée par celle des CG. Pour une déformation équivalente totale de 1%, les sollicitations en traction uniaxiale et en cisaillement maintiennent une certaine fraction élastique. En comparaison aux microstructures à CG isolés, l'agrégation des CG préserve, selon le critère $\dot{\gamma}^s$, une fraction élastique de la matrice (U)FG plus importante. Pour cette même déformation équivalente associée à la traction biaxiale, la plasticité est généralisée au sein de la matrice (U)FG de manière similaire à la microstructure à CG isolés.

Finalement ces champs peuvent être résumés par leur fraction élastique ainsi que l'évolution du nombre de systèmes de glissement activés au cours de leur sollicitation. Les résultats sont regroupés par sollicitation, ce qui permet de déterminer la configuration optimale pour chaque sollicitation. Contrairement aux fractions élastiques qui avaient jusque-là étaient présentées, pour les différentes sollicitations considérées ici, les fractions élastiques s'intéressent ici à l'ensemble de la microstructure. Le nombre moyen de système de glissement actifs est également établi grâce à l'ensemble de la microstructure.

S'intéressant dans un premier temps à la sollicitation de traction uniaxiale, l'évolution de la fraction élastique est présentée en figures 7.17a. L'utilisation du critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ décrit tout particulièrement l'évolution séquentielle de la fraction élastique. En effet, les CG entrent en plasticité dans un premier temps, modifiant ainsi la répartition des contraintes au sein de la matrice (U)FG conduisant ainsi à la modification des phénomènes de localisation. L'évolution de la fraction élastique décrite par ce critère présente deux paliers et pour la microstructure à CG partiellement agrégés, la fraction élastique pour laquelle ce palier est observable ne correspond pas à la fraction volumique de CG. Ceci dû à la localisation de la déformation au sein des CG eux-mêmes. L'activation séquentielle peut également être mise en évidence grâce au critère γ^s mais cette dernière est seulement illustrée par une rupture de pente de l'évolution de la fraction élastique.

La traction biaxiale affiche également une activation séquentielle nette de la plasticité grâce au critère $\dot{\gamma}^s$, celle-ci est présentée en figure 7.17c. Toutefois, la plasticité prématurée des CG ne conduit pas à l'établissement de phénomènes de localisation de la déformation au sein de la microstructure. Ceci ne permet pas de retarder l'apparition de la plasticité au sein de la matrice (U)FG. La matrice (U)FG se comporte alors de manière similaire dans les cas uni- et bi-modaux.

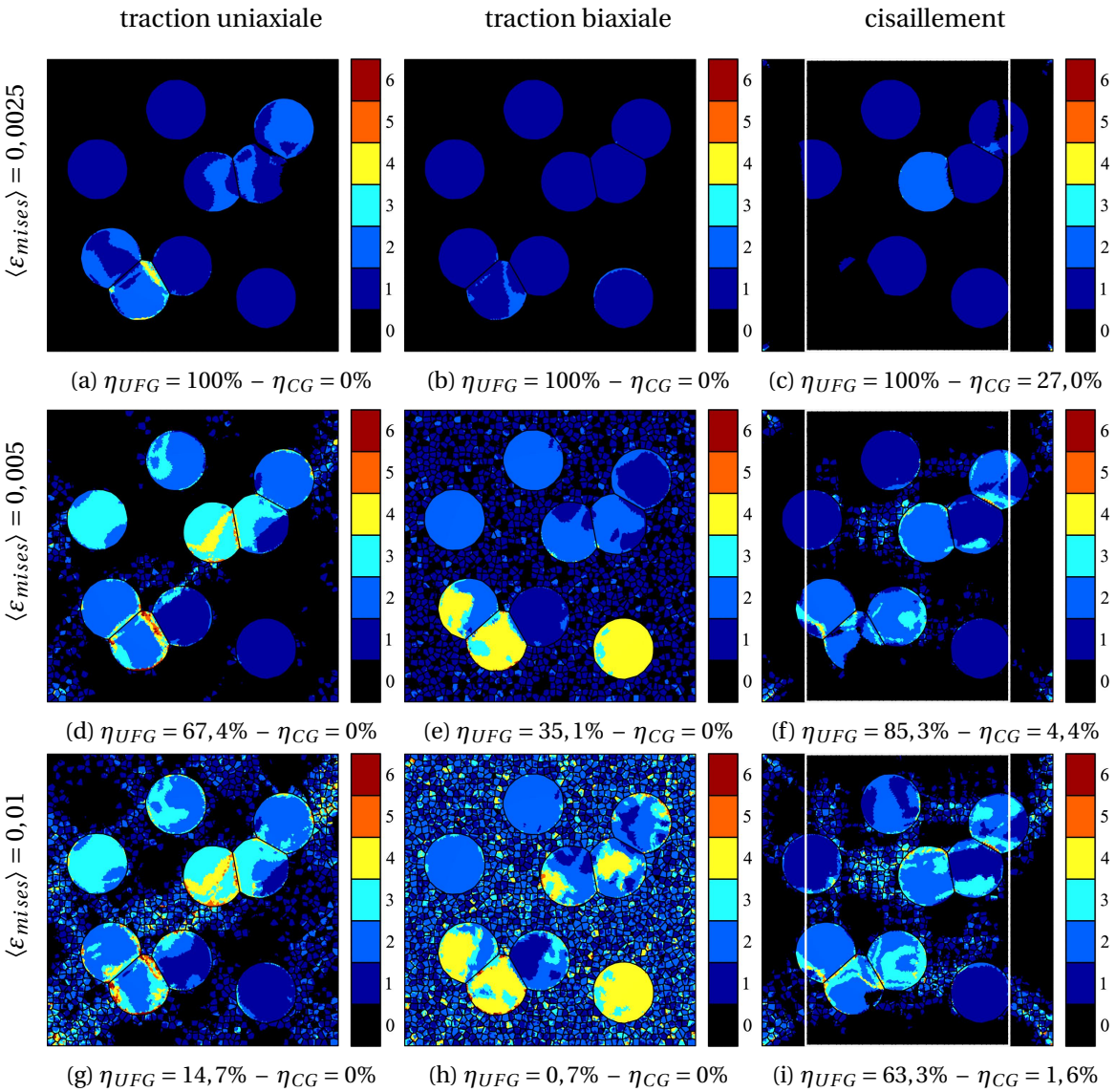


FIGURE 7.16. – Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil portant sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces champs représentent la microstructure à 9 CG partiellement agrégés à différentes déformations équivalentes totales (a,b,c) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,0025$, (d,e,f) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,005$ et (g,h,i) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$. La microstructure est soumise à différents chargements (a,d,g) une traction verticale, (b,e,h) une traction biaxiale et (c,f,i) un cisaillement. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η.

L'évolution de la fraction élastique associée à la sollicitation de cisaillement est présentée en figure 7.17e. Cette fois l'usage des deux critères ne permettent pas de distinguer de manière aussi nette l'activation séquentielle de la plasticité. Toutefois, ces critères ne sont pas équivalents pour autant, l'usage du critère γ^s permet de déterminer plus clairement la différence entre les comportements uni- et bi-modaux. Pour ce mode de sollicitation, l'évolution de la fraction élastique est clairement impactée par la distribution bimodale, cependant l'agrégation des CG semble ne pas être de premier ordre. La même analyse peut également être conduite en utilisant le critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$.

Les différentes sollicitations présentent une activation séquentielle de la plasticité, s'initiant tout d'abord au sein des CG puis au sein de la matrice (U)FG. **Toutefois, dans le cas des sollicitations de traction uniaxiale et de cisaillement, la présence des CG conduit à une modification de la répartition des contraintes et des déformations. Ceci induit par la suite à des phénomènes de localisation de la déformation prenant pour source les CG, retardant ainsi la plasticité au sein des zones épargnées par les phénomènes de localisation.**

La comparaison du nombre de systèmes de glissement actifs associés aux différentes sollicitations permet de constater que la traction biaxiale conduit à un nombre de systèmes actifs plus important (*cf.* figure 7.17d). Ceci peut être en partie expliqué par le biais des facteurs de Schmid. Ce nombre supérieur de systèmes de glissement actifs est facilement visualisable dans les cas bimodaux; certains CG présentent de manière uniforme jusqu'à 4 systèmes actifs.

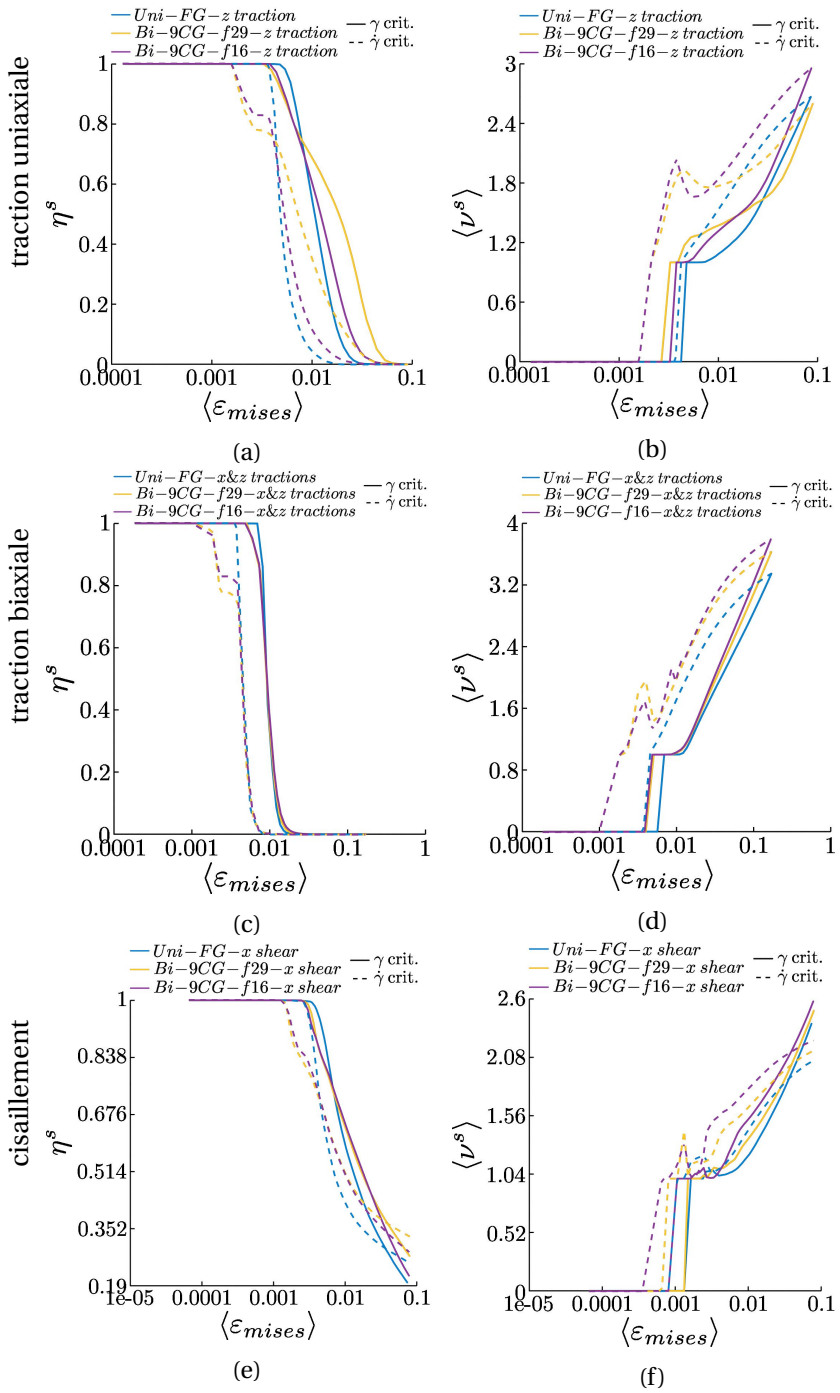


FIGURE 7.17. – (a,c,e) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d,f) nombres moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$). L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la microstructure mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement.

7.3. Synthèse

Les différentes analyses jusqu'à alors réalisées sur des microstructures bimodales ont portées sur des contrastes de tailles de grains égaux à 10, mais l'élaboration de matériaux peut s'étendre bien au-delà de ce contraste de tailles de grains. Ce chapitre a ainsi décrit la modification des mécanismes d'écrouissage avec l'évolution du contraste de tailles de grains. Des CG de tailles plus importantes entrent en plasticité à des niveaux de déformation plus faibles et limitent d'autant plus la déformation de la matrice (U)FG. Pour un contraste de tailles de grains croissant, les canaux de basse contrainte affectent également une proportion de la microstructure plus importante, ce qui tend à retarder l'appa de la plasticité de la matrice. Cependant, localement, ces CG conduisent à des phénomènes de surcontrainte qui doivent être pris en compte dans un objectif d'ingénierie des microstructures.

Au sein des différentes microstructures, la plasticité prématurée des CG conduit à la création de phénomènes de réduction de contrainte lorsqu'elles sont soumises à des chargements en traction. Ceci amène finalement à s'interroger sur la faculté des CG à réduire l'état de contrainte de la matrice (U)FG pour d'autres types de sollicitation. Le cisaillement modifie la répartition des déformations et des contraintes par le biais de la plasticité des CG, bien que les motifs soient différents de ceux observés pour la traction uniaxiale. En traction biaxiale, aucun motif de localisation n'est observé et l'effet de la présence des CG dans la matrice (U)FG semble moins important que pour une traction uniaxiale ou un cisaillement. Expérimentalement, lors d'essais de poinçonnage, un comportement similaire a été observé entre échantillons uni- et bi-modaux sans nette différence de ductilité [212]. Cette partie d'analyses doit être considérée comme préliminaire et pourra être poursuivie en caractérisant les chargements multiaxiaux en termes de triaxialité.

English below

Various analysis performed on bimodal microstructures were only performed on GS contrast equal to 10, but greater GS contrast can be reported in experimental samples. This chapter has described the modification in elastic/plastic transition for three GS contrast. Plasticity appears earlier in bigger CGs which further limits the strain in the UFG matrix. For increasing GS contrast, low-stress channels broaden and affect a larger number of (U)FG, which tend to delay UFG matrix plasticity. Locally, these CGs lead to over-stress phenomena that must be takin into account for microstructure engineering purposes.

Within the microstructures, the early plasticity of the CGs leads to the establishment of low-stress channels when subjected to tensile loading. A question must then be asked : How the CGs affect the stress spatial distribution under different conditions of loading? In case of shear, stress and strain spatial distribution are modified through the CG hardening and strain localization differs from tensile loading. For biaxial loading, no localization phenomenon can be described and the effect of the CG in the (U)FG matrix appears to to be less significant than for uniaxial tension or shear. Experimentally, in punching tests, similar behaviour were observed between uni- and bi-modal specimens with no clear difference in ductility [212]. This section of analyses should be considered as preliminary and may be continued by further characterizing the multi-axial loading in terms of triaxiality.

8
Discussion

Sous chargement mécanique, la plasticité prématurée des CG au sein des microstructures conduit à une microstructure composite élastique/plastique. Ceci influe sur la répartition des contraintes et conduit à la formation de canaux de basse contrainte dans la matrice (U)FG à la verticale des CG associés à des déformations faibles. Ces phénomènes ont pu être mis en évidence avec les champs aux contours des microstructures et grâce aux distributions statistiques. Après l'enclenchement de la plasticité au sein du CG, la matrice (U)FG entre en plasticité mais cette transition élastique/plastique est fortement affectée par la répartition des contraintes et des déformations (canaux de souscontrainte et lobes de surcontrainte). Toutefois, dans un objectif de compréhension et de comparaison des mécanismes, il semble important de pouvoir quantifier ces phénomènes de réduction de contrainte. Une description plus fine de ces canaux permettra de comparer l'influence des paramètres microstructuraux comme la fraction volumique, l'agrégation des CG ou bien le contraste de tailles de grains sur ces phénomènes. L'influence du chargement sera également détaillée dans une partie supplémentaire.

Pour étendre l'analyse de l'influence de la fraction volumique des CG, des microstructures bimodales à un CG central ont été ajoutées à celles déjà présentées. Pour l'étude du contraste de tailles de grains, des contrastes égaux à 10 et à 20 seront également traités. Ces microstructures et leurs différentes paramétries sont résumées dans le tableau 8.1.

Sommaire

9.1. Conclusions **235**
9.2. Perspectives **240**

Nom	Dimension $L(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG	Contraste $\mathcal{R}$	Fract. vol. f_{CG}	Groupe
/	8	196				aléa.			30,65%	
/	8,5	223				aléa.			27,11%	
/	9	260				aléa.			24,24%	
/	9,5	294				aléa.			21,71%	
$Bi-1CG-f20$	10	335				aléa.			19,67%	
/	10,5	376				aléa.			17,78%	
/	11	423				aléa.			16,20%	
/	11,5	462	1	0,5	5	aléa.	aléa.	10	14,90%	(1)
/	12	511				aléa.			13,61%	
$Bi-1CG-f13$	12,5	561				aléa.			12,56%	
/	13	611				aléa.			11,60%	
/	14	719				aléa.			10,00%	
$Bi-1CG-f9$	15	836				aléa.			8,73%	
/	16	954				aléa.			7,69%	
/	17,5	1160				aléa.			6,41%	
$Bi-4CG-R5$	9,5	281			2,5	aléa.		5	22,47%	
$Bi-4CG-R10$	18	1129			5	aléa.		10	22,13%	
$Bi-4CG-R15$	28,5	2534	4	0,5	7,5	aléa.	aléa.	15	22,08%	(2)
$Bi-4CG-R20$	38	4504			10	aléa.		20	22,05%	
$Bi-4CG-R25$	47,5	7019			12,5	aléa.		25	22,03%	

TABLEAU 8.1. – Polycristaux bimodaux à un CG central analysés et à 4 CG présentant différents contrastes de tailles de grains.

8.1. Modification globale des contraintes et des déformations suite à l'entrée en plasticité des CG

Les différentes analyses menées ont démontré une dépendance du comportement mécanique au caractère bimodal de la distribution de tailles de grains à différentes échelles. Pour les microstructures bimodales à un CG central (*cf.* figure 6.9a), le CG accommode une grande partie des déformations et est donc plus contraint que son homologue unimodal. En contrepartie la matrice (U)FG est moins contrainte et se déforme moins. Ces comportements sont également impactés par la fraction volumique de CG. Pour caractériser son influence, on se propose de représenter au sein d'un diagramme les comportements moyens des matrices (U)FG et des CG des polycristaux bimodaux à un CG central (*cf.* tableau 8.1 : groupe (1)) à différents niveaux de déformation, et ce, en fonction de la fraction volumique de CG. Au sein de ces diagrammes, présentés en figure 8.1, chaque point est associé à un polycristal et un niveau de déformation. Pour faciliter la lecture, les lignes continues représentent des interpolations des réponses avec des polynômes de degrè 3. Les comportements des polycristaux bimodaux complexes sont également représentés pour percevoir l'effet de la distribution spatiale des CG. A titre de comparaison, les déformations et les contraintes moyennes observées dans les polycristaux unimodaux (U)FG et CG sont illustrées sur les diagrammes avec le même code couleur que celui employé pour les bimodaux à un CG central.

Impact de f_{CG} sur les déformations Pour le plus faible niveau de déformation, 0,25%, les déformations moyennes observées au sein de la matrice (U)FG (*cf.* figure 8.1a) varient peu en fonction de f_{CG} (de 0,21% à 0,24%). La même remarque peut être faîte concernant les déformations moyennes au sein des CG (*cf.* figure 8.1c) bien que les valeurs soient plus élevées (de 0,35% et 0,31%). On observe des différences plus marquées à partir de 1% de déformation, la matrice (U)FG est entrée en plasticité et le couplage matrice (U)FG/CG est plus clairement visible. Dans l'ensemble les grains de la matrice (U)FG se déforment moins que la déformation imposée (de 0,93% à 0,76%), en contrepartie, les CG se déforment plus (de 2,05% à 1,54%). Pour des niveaux de déformation croissants, 0,5%, 1% et 2%, les différences de déformation au sein des CG sont de plus en plus marquées en fonction de f_{CG} : facteurs de 1,29, 1,39 et 1,43 entre les CG qui se déforment le plus et ceux qui se déforment le moins. L'effet inverse est observable sur la matrice (U)FG mais cet effet semble s'atténuer au cours de la déformation, les facteurs observés pour 2% et 4% de déformation sont identiques. A 4%, pour les fractions volumiques de CG les plus faibles, ces derniers se déforment jusqu'à 8,5% et pour ces mêmes polycristaux, la matrice (U)FG ne présente que 3,7% de déformation moyenne.

Ces diagrammes permettent également de comparer les comportements des populations de tailles de grains dans les polycristaux bimodaux complexes. Pour les polycristaux à CG isolés ($Bi-9CG-f16$ et $Bi-4CG-R10$), la déformation de la matrice (U)FG est supérieure à la prédiction du comportement pour un CG central. En revanche, la matrice (U)FG du polycristal $Bi-9CG-f29$ se déforme moins. Au sein de cette microstructure, la déformation se localise sous la forme d'une bande traversant les CG (*cf.* figure 6.18d), ce qui épargne en grande partie la matrice (U)FG et justifie cette déformation inférieure à la prédiction (*cf.* figure 8.1a pour la matrice et figure 8.1c pour les CG).

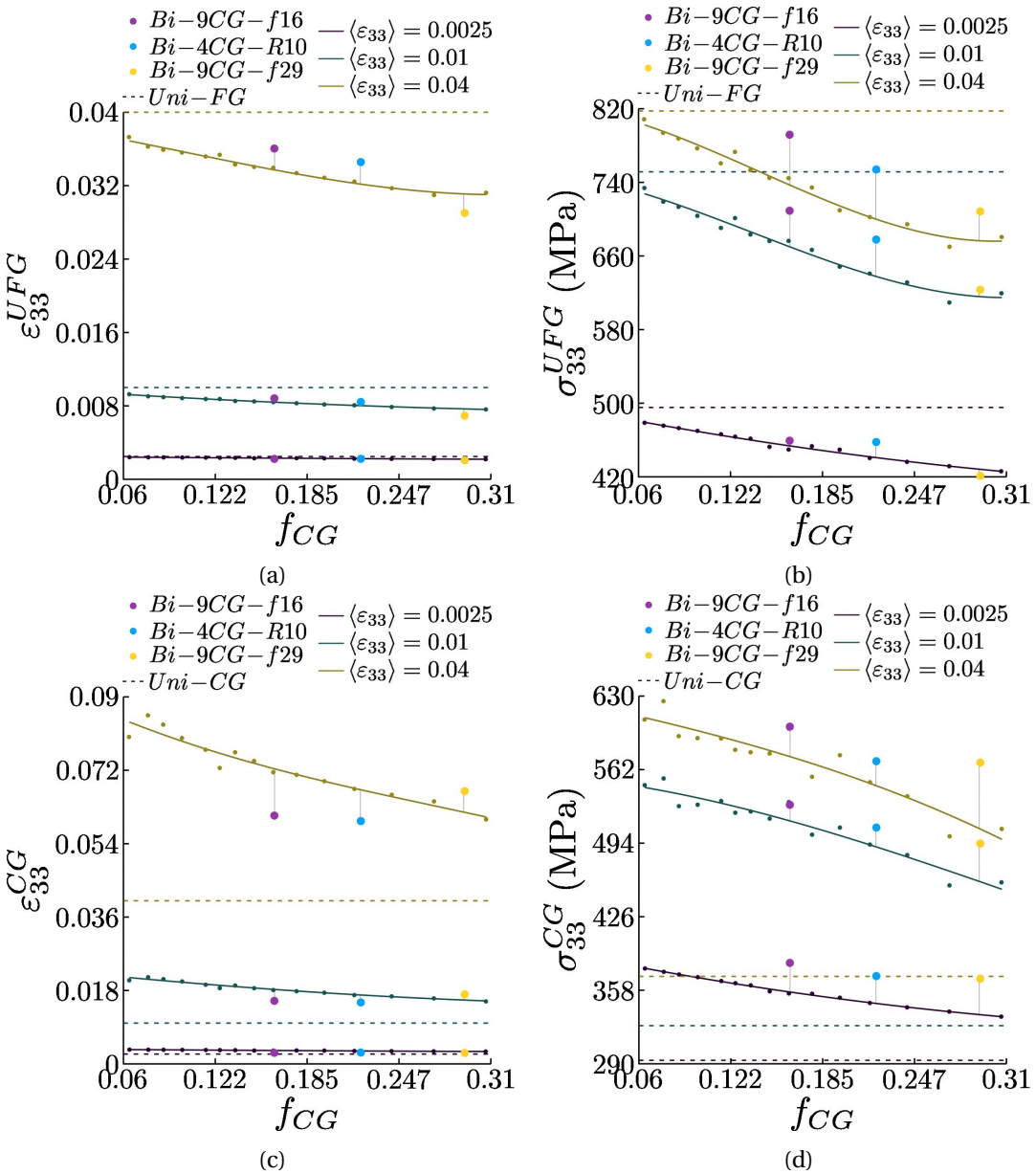


FIGURE 8.1. – Evolutions de la déformation (a,c) et de la contrainte axiale moyenne (b,d) dans la matrice (U)FG (a,b) et dans les CG (c,d), en fonction de la fraction volumique de CG, à 3 niveaux de déformation imposée différents. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets en jaune, en violet et en bleu les données des polycristaux bimodaux complexes.

Impact de f_{CG} sur les contraintes Comme pour les déformations, les états de contrainte moyens sont présentés en figure 8.1b pour la matrice (U)FG et en figure 8.1d pour les CG. A

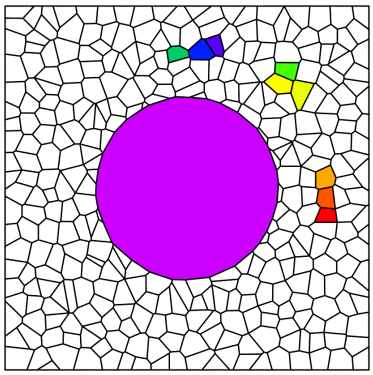
0,25%, les contraintes moyennes évoluent linéairement en fonction de f_{CG}, de 479 et 426 MPa pour la matrice (U)FG et de 378 à 334 MPa pour les CG. En comparaison, les contraintes des polycristaux unimodaux sont respectivement de 495 et 293 MPa. A cet état de déformation, l'écrouissage du CG est encore faible mais à partir de 0,5% la relation liant les contraintes observées et f_{CG} n'est plus linéaire. Pour des niveaux de déformation plus élevés, la relation liant la contrainte moyenne des matrices (U)FG et f_{CG} a évolué; **elle est linéaire pour des faibles fractions volumiques de CG et sature à une certaine valeur pour les valeurs de f_{CG} les plus élevées**. Pour les CG, les valeurs de contraintes s'éloignent de plus en plus de celle du polycristal unimodal CG mais pour la matrice (U)FG ce couplage semble maximal pour 0,5% de déformation puis les contraintes se rapprochent de celles du polycristal unimodal (U)FG.

Les CG des polycristaux bimodaux complexes sont plus contraints que leur homologue unimodal, et c'est également le cas des matrices des polycristaux à CG isolés (en violet et en bleu). Cependant pour le polycristal $Bi-9CG-f29$ et pour 0,25% et 0,5% de déformation, cette matrice (U)FG est légèrement moins contrainte que la prédiction : 6 et 7 MPa. Bien que cette différence soit faible, pour les polycristaux à CG isolés, les contraintes moyennes sont plus élevées que celles prédites par le modèle, autant pour la matrice (U)FG que pour les CG. A 0,5% de déformation, les écarts de prédiction des matrices (U)FG de ces deux polycristaux sont respectivement de 27 et 32 MPa. En comparaison, pour ces deux polycristaux les écarts au polycristal unimodal (U)FG sont de 54 et 76 MPa.

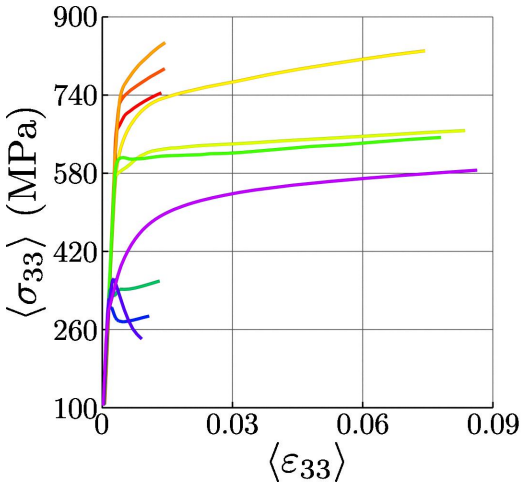
8.2. Comportement individuel des grains à différentes positions dans la matrice (U)FG

Comme nous l'avons vu précédemment, le CG d'un polycristal bimodal entre le premier dans le régime plastique et cela entraîne à la fois une réduction de contrainte dans la matrice à la verticale du CG mais aussi des surcontraintes de part et d'autre du CG. Le CG est par ailleurs le siège de la localisation des déformations à 45° de la direction de sollicitation. Dans les chapitres précédents, ces phénomènes ont été mis en évidence grâce aux champs et aux distributions. Pour décrire leur évolution au cours de la sollicitation on se propose de tracer le comportement de certains grains au sein de la matrice (U)FG. Comme première analyse, ces grains seront sélectionnés dans la matrice du polycristal $Bi-1CG-f20$ de telle sorte que l'on puisse observer l'influence des souscontraintes, des surcontraintes ainsi que la localisation de la déformation (*cf.* figure 8.2a). Pour limiter l'influence de paramètres supplémentaires, ces zones sont prises à des distances similaires du CG (environ 1,25 μm) et pour chaque position, trois grains sont sélectionnés pour limiter l'influence de l'orientation cristallographique. Les comportements de ces grains seront décrits avec les composantes axiales, transverses, en cisaillement et équivalentes au sens de Von Mises, présentées respectivement en figures 8.2b, 8.2c, 8.2d et 8.2e.

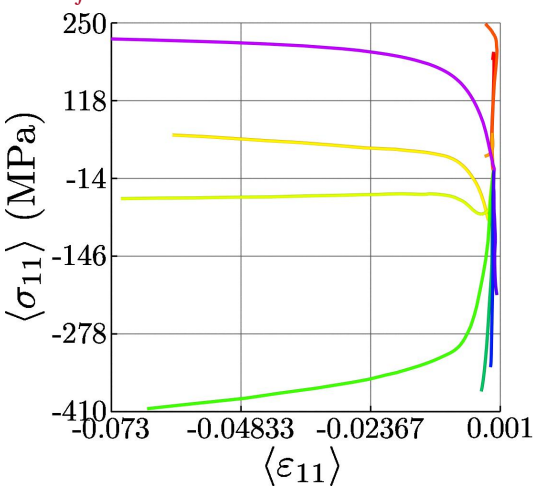
Lors du déclenchement de la plasticité du CG, les comportements axiaux des grains (U)FG sont grandement modifiés (*cf* figure 8.2b). Ceux positionnés à la verticale du CG affichent un écrouissage négatif, en revanche ceux à l'horizontal présentent en comparaison une contrainte



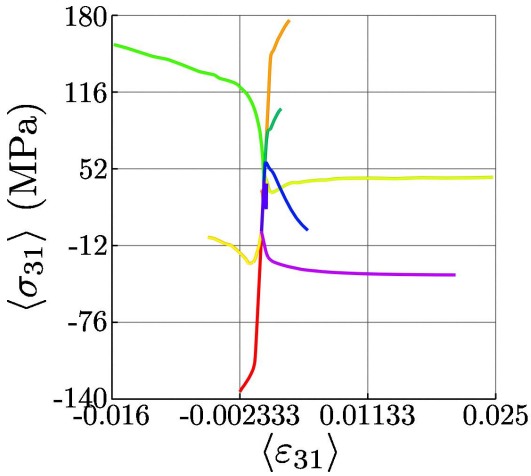
(a) $Bi-1CG-f20$



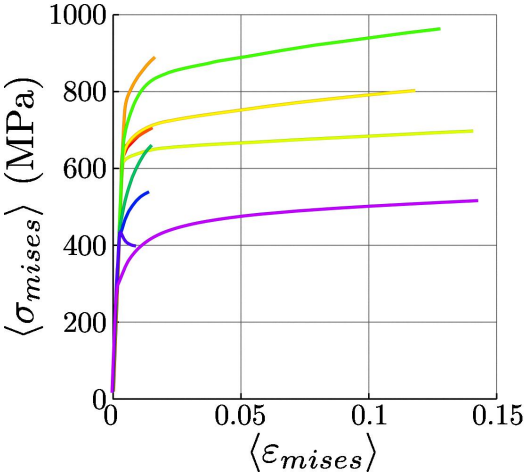
(b)



(c)



(d)



(e)

FIGURE 8.2. – (a) Sélection de certains grains au sein de la matrice (U)FG du polycristal $Bi-1CG-f20$ décrit par leur comportement (a) axial, (b) transverse, (c) en cisaillement et (d) en contrainte/déformation équivalente au sens de Von Mises. La direction de traction est verticale.

2,5 fois plus élevée et un écrouissage positif. Pour des niveaux de déformations faibles, ceux positionnés à 45° illustrent des comportements intermédiaires en contrainte et en déformation axiale car la déformation ne s'est pas encore localisée. Au cours de la sollicitation, la déformation se localise et ces grains se déforment de manière similaire au CG.

Concernant les comportements transverses (*cf.* figure 8.2c), cette fois encore, les grains placés à 45° présentent des déformations similaires à celles du CG. Pour les autres grains, la différence de comportement est encore plus marquée, ceux à la verticale sont en compression, ceux à l'horizontal en traction.

L'analyse des comportements en cisaillement est plus complexe (*cf.* figure 8.2d), mais l'étude des champs du polycristal $Bi{-}1CG{-}f13$ (*cf.* figures 6.13e et 6.13f) permet d'expliquer l'état de contrainte des grains positionnés à « droite » du CG. Un grain présente un cisaillement positif, l'autre négatif, ceci est dû à la présence des lobes observables sur les champs qui perdurent malgré la plasticité de la matrice, mais ces valeurs de cisaillement sont similaires en termes de valeur absolue.

Finalement, les comportements en contrainte et déformations équivalentes sont représentés en figure 8.2e et permettent de remarquer un comportement similaire entre déformation axiale et déformation équivalente. Les grains de la matrice (U)FG positionnés au sein de la bande de localisation se déforment le plus, bien que les valeurs de déformation équivalente soient différentes de celles de déformation axiale. En revanche, en contrainte équivalente, les grains à la verticale et à l'horizontale ont un comportement plus proche qu'en contrainte axiale. Ces constats sur les déformations et contraintes équivalentes s'expliquent grâce aux comportements axiaux, transverses et en cisaillement. Pour ces trois composantes du tenseur de déformation, les grains positionnés à 45° présentent une déformation plus élevée. En revanche, pour les contraintes, les comportements varient plus largement entre les grains à la verticale et à l'horizontale, ce qui explique une différence moins marquée pour les contraintes équivalentes.

Le comportement individuel des grains est clairement influencé par la présence d'un ou plusieurs CG à proximité. Au-delà de la distance au CG, la position angulaire du grain par rapport au CG est également importante. Les champs de contrainte axiale de ce polycristal (*cf.* figures 6.13a et 6.13b) permettent de positionner les canaux de basse contrainte à ±90° par rapport à l'horizontal et les phénomènes de surcontrainte à 0° et 180°. Les champs de déformation présentent également une certaine localisation de la déformation orientée à ±45° et ±135°. Bien évidemment, ces angles ne prennent pas en compte la largeur des phénomènes mais plutôt un angle moyen pour lequel ces phénomènes sont observés.

En s'intéressant plus précisément à la position de ces canaux, on peut tracer les valeurs de contraintes observées au sein de la matrice en fonction de l'angle θ pour lequel elles sont observées. Ces contraintes sont représentées en figure 8.3b pour le polycristal $Bi{-}1CG{-}f20$ à 0,5% de déformation et pour différentes distances au CG (*cf.* figure 8.3a). **Pour la distance la plus faible ($0,5\,\mu$m), on observe les canaux de basse contrainte à la verticale du CG mais**

les valeurs les plus faibles ne sont pas exactement positionnées à 90° et −90°. On observe également des fluctuations au sein de ces canaux de basse contrainte dû au comportement individuel des grains. En s'éloignant du CG (1 μm et 1,5 μm), les canaux de basse contrainte sont toujours présents et les contraintes pouvant y être observés sont légèrement supérieures mais présentent, à cet état de déformation, moins de fluctuations. Il semble également que les valeurs minimales soient observées pour des angles plus proches de 90° et −90°. **Cette représentation permet également de visualiser les phénomènes de surcontrainte. Ces derniers sont d'autant plus marqués pour des distances au CG faibles.** Pour la distance égale à 1,5 μm, les surcontraintes conduisent à des contraintes inférieures à celles observées dans le cas unimodal (U)FG.

Pour chaque distance au CG, on observe deux canaux de basse contrainte, au « dessus » et en « dessous ». On représente en figure 8.3c l'évolution de la contrainte minimale observée dans ces deux canaux et pour les différentes distances au CG. Ce graphe est accompagné de l'angle pour lequel sont observées les valeurs de contraintes minimales (*cf.* figure 8.3d).

Le polycristal se comporte initialement de manière entièrement élastique, la contrainte évolue de manière linéaire et aucun phénomène de réduction de contrainte n'est observable (θ égal à 0°). A partir de l'entrée en plasticité du CG, les contraintes observées pour les différentes distances au CG se différencient et les valeurs de θ correspondent à environ ±90°. Les contraintes diminuent drastiquement au cours de la sollicitation et sont d'autant plus faibles que la distance au CG est faible. **Pour la distance correspondant à 0,5 μm, les angles pour lesquels la réduction de contrainte maximale est observée correspondent à 90° lors de l'établissement des canaux mais évoluent au cours de la solution et diminuent. Ceci correspond au décalage du canal visible sur les champs de contrainte (*cf* figure 6.13b) dû à un phénomène de localisation au sein du CG suite à son comportement plastique**. Des variations brusques peuvent être observées pour les différentes distances au CG correspondant au changement de grain de la contrainte minimale.

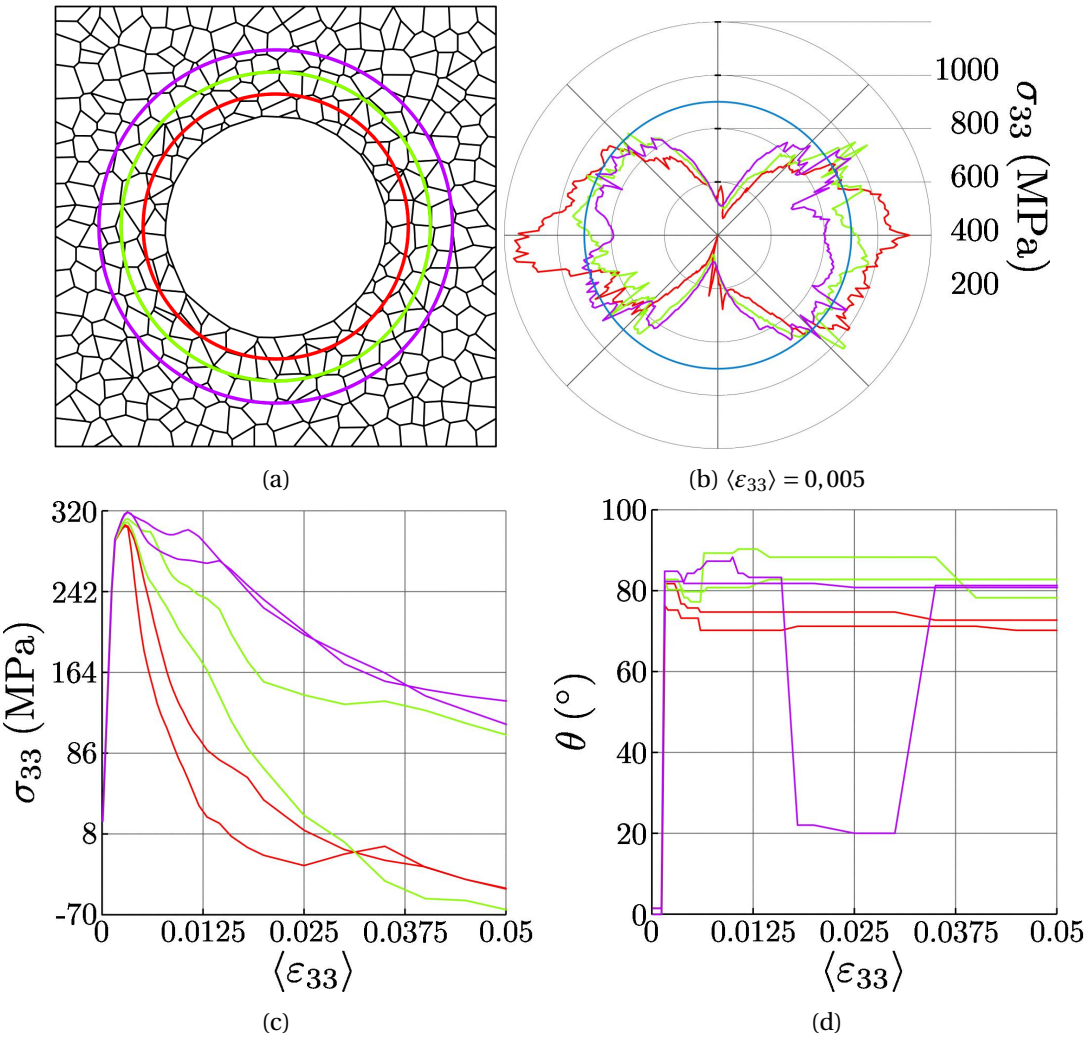


FIGURE 8.3. – (b) Valeurs de contraintes axiales mesurées à différentes distances du CG central représentées en (a). A titre de comparaison, le comportement de la matrice (U)FG du polycristal unimodal (U)FG (cercle bleu) figurent également. En (c), évolution de la contrainte minimale (dans le canal de basse contrainte) en fonction de la déformation imposée. En (d), position de la contrainte minimale (donnée par l'angle θ) en fonction de la déformation imposée. La direction de traction est verticale.

8.3. Modification de la répartition des contraintes au sein des polycristaux bimodaux

Le comportement plastique du CG conduit à un matériau composite élastique/plastique dans lequel on retrouve conjointement des phénomènes de réduction de contrainte à la verticale des zones écrouies (*i.e.* des CG) et des zones de surcontrainte de part et d'autre. Il est

alors nécessaire de déterminer une méthode permettant de quantifier cet effet dû à la présence du CG. Cette méthode doit permettre de mesurer la dimension des canaux et des lobes de surcontrainte ainsi que leur intensité respective.

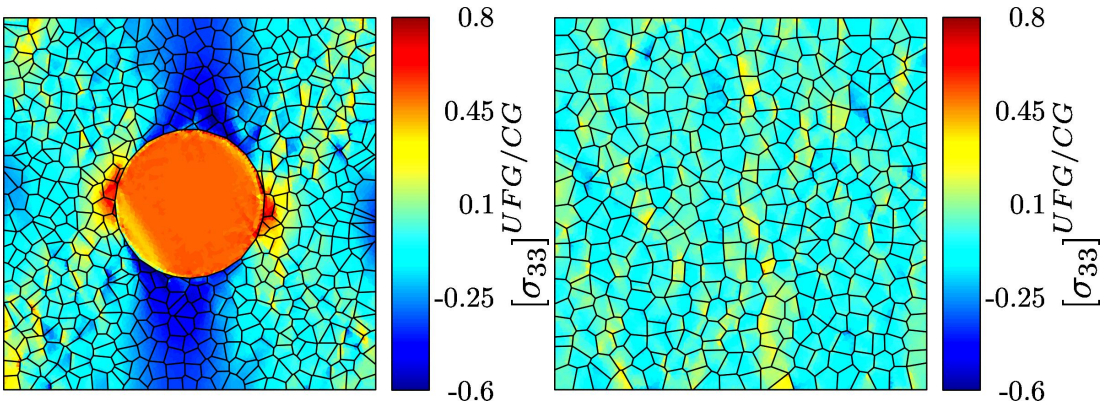
On se propose, dans un premier temps, de normaliser les contraintes présentes au sein des polycristaux bimodaux par celles observées dans les polycristaux unimodaux : le comportement de chaque population de tailles de grains est normalisé par celui de son homologue unimodal soumis au même niveau de déformation. Cette normalisation des contraintes axiales fera appel au comportement macroscopique de chaque polycristal unimodal, sans prendre en compte sa variance. Cette normalisation est décrite par l'équation 8.1, où $[\sigma_{33}]^{UFG/CG}$ est la contrainte normalisée soit dans la matrice (U)FG soit dans les CG. Dans ce dernier cas elle est notée $[\sigma_{33}]^{CG}$.

$$[\sigma_{33}]^{UFG/CG} = \frac{\sigma_{33}^{UFG/CG} - \langle\sigma_{33}\rangle^{UFG/CG}}{\langle\sigma_{33}\rangle^{UFG/CG}} \tag{8.1}$$

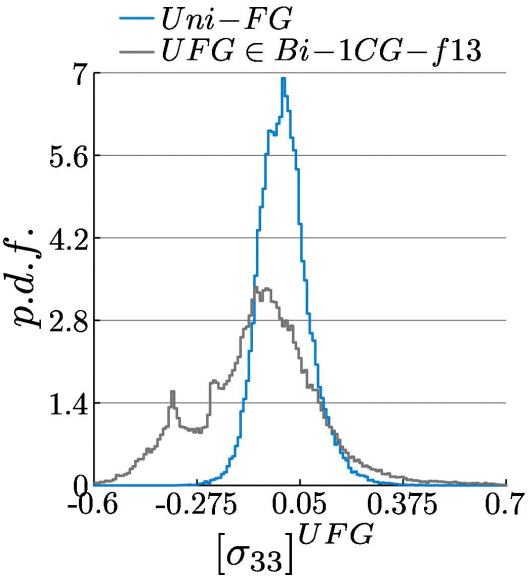
Pour illustrer cette méthode de normalisation, on présente à 0,5% de déformation, les champs de contrainte normalisées du polycristal bimodal à un CG central (*cf.* figure 8.4a) et celui polycristal unimodal (U)FG (*cf.* figure 8.4b). Les valeurs observées au sein de la matrice (U)FG et du polycristal unimodal sont regroupées dans l'histogramme présenté en figure 8.4c.

Le champ du polycristal bimodal permet, en premier lieu, de constater que le CG central est 60% plus contraint que la valeur moyenne associée à son homologue unimodal. Deux lobes peuvent être observés de part et d'autre du CG ainsi qu'un canal à la verticale, affichant, à cet état de déformation, respectivement 60% de surcontrainte et 60% de souscontrainte. Pour éviter de complexifier l'analyse, les distributions associées à ces champs (*cf.* figure 8.4c) présentent uniquement la normalisation des contraintes au sein de la matrice (U)FG. Une grande portion de la matrice présente des contraintes inférieures à celles pouvant être observées au sein du polycristal unimodal, une très faible fraction présente toutefois des contraintes supérieures. Ces contraintes sont positionnées de part et d'autre du CG et dans une certaine mesure au sein des bandes de localisation de la déformation à ±45°. Ces champs et distributions associées permettent de confirmer l'influence du CG, en comparaison, les contraintes observées au sein du polycristal unimodal (U)FG s'écartent peu de la moyenne.

La caractérisation de ces mécanismes de réduction de contrainte doit permettre de quantifier à la fois leurs dimensions et leurs intensités. Une première suggestion pourrait être d'étendre l'analyse présentée en figure 8.3c consistant à se placer au sein des canaux à une certaine distance du CG et d'observer la variation de la contrainte en ce point. Cependant cette méthode présente un défaut majeur, provenant du fait que les valeurs de contraintes varient de manière significative au sein d'un même grain et également d'un grain à un autre. Bien que ceci puisse être corrigé grâce à une moyenne sur plusieurs grains, cette valeur reste locale et ne rend pas réellement compte des phénomènes de réduction de contrainte dans leur ensemble.



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$



(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

FIGURE 8.4. – (a,b) Champs de contrainte axiale normalisée (a) d'un polycristal unimodal et (b) d'un polycristal bimodal à un CG central. La normalisation est effectuée selon l'expression de l'équation 8.1. (c) Distributions de contrainte axiale normalisée au sein de la matrice (U)FG. La direction de traction est verticale.

On propose ainsi une méthode basée sur les distributions normalisées présentées en figures 8.4c. La portée des phénomènes de réduction de contrainte peut être quantifiée, sur l'exemple donné en figure 8.5, par l'écart du côté des basses contraintes entre les distributions de contrainte (la surface jaune). De même, la portée des surcontraintes correspond à l'écart pour les hautes valeurs de contraintes (la surface violette). Cette méthode est valable pour tous les polycristaux puisqu'elle dépend uniquement du polycristal unimodal (U)FG. Dans le cas des surcontraintes, seules celles de la matrice (U)FG, pourront être quantifiées par cette distribution mais un traitement similaire peut être réalisé sur les contraintes observées au sein du CG.

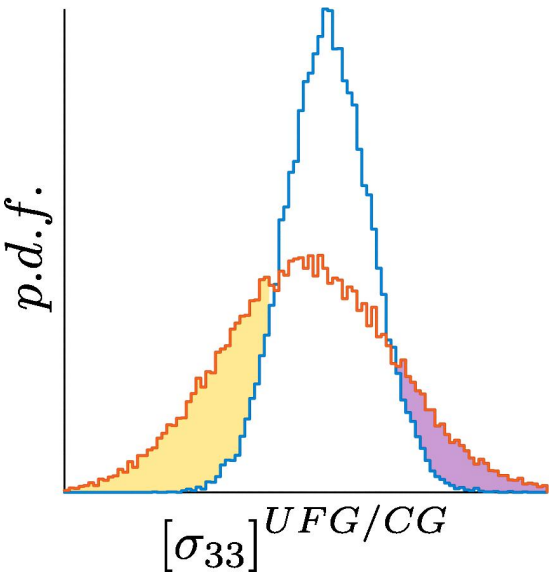


FIGURE 8.5. – Illustration de la quantification des effets de souscontrainte et de surcontrainte dans un polycristal bimodal (en rouge) par rapport à son homologue unimodal (en bleu) : les aires des surfaces en jaune et en violet permettent de mesurer la portée de ces phénomènes respectifs.

8.3.1. Phénomènes de réduction des contraintes axiales

Intensité et fraction volumique des phénomènes de réduction de contrainte

L'aire de la surface en jaune sur la figure 8.5 est considérée comme représentative de la fraction de la microstructure affectée par les canaux de basse contrainte ($f_{\sigma_{33}}$). Une moyenne effectuée sur cet intervalle permet dans un second temps de quantifier l'intensité des phénomènes de réduction de contrainte ($\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$). Les évolutions de chacune de ces mesures en fonction de la déformation imposée sont présentées en figures 8.6a et 8.6b. La fraction de canaux augmente lors du déclenchement de la plasticité au sein du CG, jusqu'à atteindre un certain seuil, puis diminue lors de l'entrée en plasticité de la matrice (U)FG (0,3%). Le seuil atteint représente une fraction de la matrice (U)FG très importante. A cet état de déformation, le polycristal unimodal (U)FG se comporte encore de manière élastique et tous les grains présentent la même contrainte. La plasticité du CG modifie la répartition des contraintes, mais les lobes de surcontrainte sont de dimension relativement limitée ce qui justifie une fraction aussi importante.

L'évolution de $f_{\sigma_{33}}$ est semblable pour les différents polycristaux bimodaux puis se différencie peu après l'apparition de la plasticité au sein du (ou des) CG et se poursuit jusqu'à 5% de déformation totale. On remarque que pour le polycristal à CG isolés, l'évolution de $f_{\sigma_{33}}$ est similaire à celles des microstructures bimodales simplifiées. En revanche, la microstructure à CG partiellement agrégés démontre une fraction plus élevée et une diminution plus lente. **A partir d'environ 2% de déformation totale, l'écart de fraction $f_{\sigma_{33}}$ entre les différentes**

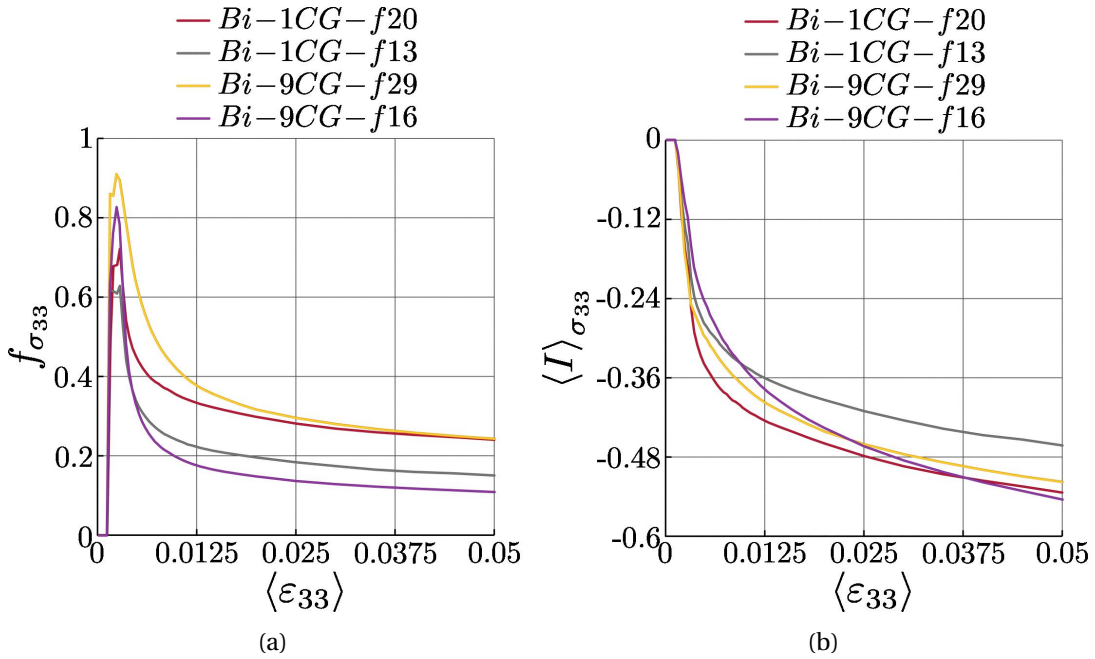


FIGURE 8.6. – Evolution des phénomènes de réduction de contrainte au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité.

microstructures demeure constant, ce qui semble indiquer qu'au-delà d'un certain niveau de déformation, la distribution spatiale ne semble pas jouer de rôle majeur sur l'évolution des canaux de basse contrainte. A 5% de déformation totale, la fraction $f_{\sigma_{33}}$ la plus élevée correspond au polycristal $Bi-9CG-f29$ (25%) et la plus faible au polycristal $Bi-9CG-f16$ (11%).

L'intensité des canaux de basse contrainte présentée en figure 8.6b permet de constater une évolution similaire de cette intensité de réduction de contrainte jusqu'au déclenchement de la plasticité au sein de la matrice (U)FG. A partir de ce niveau de déformation l'évolution se différencie pour les microstructures présentées. L'intensité continue son évolution mais le taux de variation est plus faible. En comparaison au polycristal $Bi-9CG-f29$ à partir de 2.5% de déformation, l'intensité de réduction de contrainte est plus importante pour la microstructure à CG isolés.

Dimension des canaux de basse contrainte

Ce premier traitement permet de déterminer l'intensité des phénomènes de réduction de contrainte ainsi que la fraction de la microstructure impactée mais ces analyses ne permettent pas de déterminer la largeur réelle des canaux de basse contrainte. Dans le cas de microstructure comportant un CG central, des hypothèses peuvent permettre d'estimer la largeur des canaux, en supposant par exemple que le canal s'étend du CG à la limite de la microstructure.

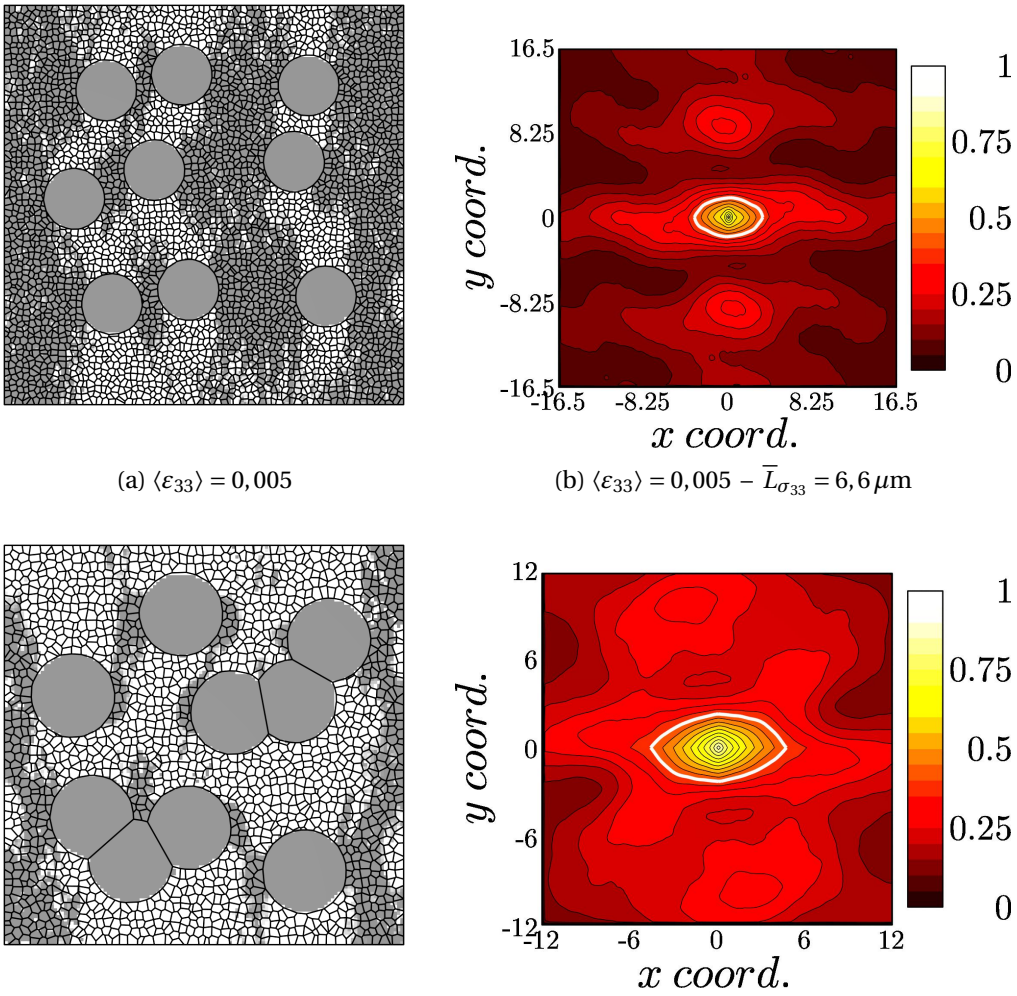
Mais dans le cas des microstructures complexes à 9 CG, on suppose que les canaux de basse contrainte ont la possibilité d'interagir entre eux ce qui rend l'estimation de la largeur de ces canaux plus complexe.

Les processus décrits en partie 8.3.1 peuvent, par le biais de quelques modifications, être appliqués à la **binarisation de champs pour déterminer la position des canaux de basse contrainte**. Ce processus permet d'obtenir des champs pseudo-binarisés où les valeurs sont comprises entre 0 et 1. Les champs des polycristaux à 9 CG issus de ce processus sont présentés en figure 8.7a et 8.7c pour une déformation totale de $0,5\%$. Ces champs permettent une visualisation de l'interaction entre les différents canaux de basse contrainte. Les canaux de basse contrainte de la microstructure à CG isolés présentent uniquement des interactions verticales. **Pour la microstructure à CG partiellement agrégés, on peut observer à la fois des interactions verticales et horizontales pour les CG agrégés.** Ces interactions horizontales conduisent à un élargissement des canaux de basse contrainte par rapport aux canaux observés en figure 8.7a. L'appui de l'évolution des intensités présenté en figure 8.6b semble montrer l'effet associé aux interactions verticales des canaux de basse contrainte. La différence d'intensité entre les deux microstructures est faible car la microstructure à CG partiellement agrégés présente des interactions à la fois horizontales et verticales, toutefois la seconde microstructure présente uniquement des interactions verticales. **Il semble que les interactions verticales entre canaux tendent à augmenter l'intensité de réduction de contrainte (*cf.* figure 8.6b)**.

Grâce aux champs pseudo-binarisés, il est à présent possible d'établir les covariogrammes présentés en figures 8.7b et 8.7d pour les microstructures à 9 CG. Ces covariogrammes permettent alors d'estimer la largeur moyenne des canaux de basse contrainte $\overline{L}_{\sigma_{33}}$. Pour ces deux polycristaux, pour la courbe d'isovaleurs $0,4$, la largeur des canaux équivaut à $6,6\,\mu$m pour le polycristal à CG isolés et $9,2\,\mu$m pour celui à CG partiellement agrégés.

Influence de la fraction volumique et de la distribution spatiale des CG

Les processus décrits au sein de la partie 8.3.1 ont permis d'estimer la fraction volumique de la matrice (U)FG influencée par les canaux de basse contrainte ($f_{\sigma_{33}}$) et l'intensité de ces phénomènes de réduction de contrainte ($\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$). Ces processus ont été appliqués aux polycristaux bimodaux à un CG central (*cf.* tableau 8.1 : groupe (1)) pour plusieurs niveaux de déformations. Ainsi, pour résumer l'influence de la fraction volumique des CG sur les phénomènes de réduction de contrainte, ces résultats sont présentés par des lignes continues correspondant à l'interpolation des résultats associés à ces polycristaux bimodaux à un CG central par un polynôme de degré 3. Le premier diagramme, présenté en figure 8.8a décrit la fraction de la matrice (U)FG impactée par les phénomènes de réduction de contrainte et le second, présenté en figure 8.8b, illustre l'intensité de ces phénomènes. La quantification des phénomènes de réduction de contrainte a également été réalisée au sein des deux microstructures à 9 CG ainsi qu'au sein du polycristal $Bi-4CG-R10$. Ces valeurs sont renseignées au sein des diagrammes par des points discrets.



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ – $\overline{L}_{\sigma_{33}} = 6,6\,\mu$m

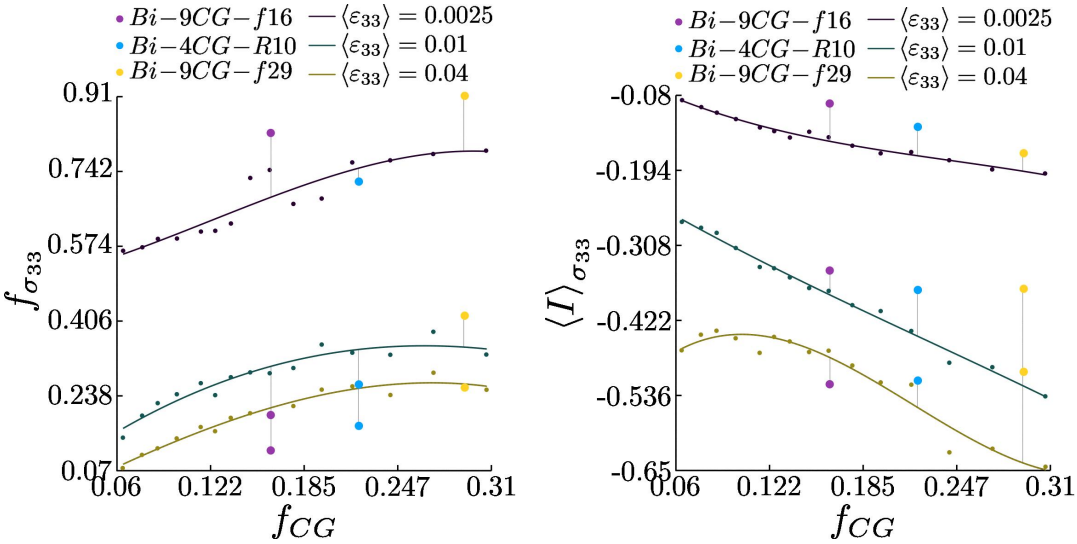
(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

(d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ – $\overline{L}_{\sigma_{33}} = 9,2\,\mu$m

FIGURE 8.7. – (a,c) Champs de contrainte pseudo-binarisés à partir des champs normalisés par les comportements des polycristaux unimodaux (les valeurs élevées sont en gris foncé) et (b,d) covariogrammes établis sur ces champs pseudo-binarisés avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs $0,4$. $\overline{L}_{\sigma_{33}}$ définit la largeur des canaux de basse contrainte à l'isovaleur $0,4$. La direction de traction est verticale.

Il est important de préciser que le nombre de grains constituant la matrice (U)FG diminue avec l'augmentation de f_{CG}. Le comportement de la matrice sera ainsi d'autant plus dépendant des orientations cristallographiques et des tailles de grains pour une nombre de grains décroissant. Bien que tous les CG possèdent la même orientation cristallographique, la matrice (U)FG est différente entre les polycristaux bimodaux. Ainsi chaque point représente le comportement d'un seul polycristal, mais la variation de ce comportement est supposée plus

importante pour des fractions volumiques élevées bien que les barres d'erreurs ne soient pas représentées.



(a) (b)

FIGURE 8.8. – Quantification et évolution des phénomènes de réduction de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la fraction volumique de CG, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I\rangle_{\sigma_{33}}$. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets les données des polycristaux bimodaux complexes (à 9 CG).

Pour 0,25% de déformation, seuls les CG sont entrés en plasticité et la matrice (U)FG demeure élastique ce qui explique la fraction volumique aussi élevée. A partir de 0,5%, cette fraction est beaucoup plus faible et évolue de 27% à 45% pour les fractions volumiques de CG extrêmes (respectivement 6,4% et 30,6%). La fraction de la matrice impactée diminue au cours de la sollicitation, mais l'écart constaté entre les différents niveaux de déformation ne semble pas dépendre de f_{CG}. Pour les différents niveaux de sollicitation, l'évolution de la fraction de la matrice impactée est plus sensible à f_{CG} lorsque le CG occupe des faibles fractions volumiques.

La fraction de matrice impactée observée sur les polycristaux bimodaux à CG isolés (en violet et en bleu) est inférieure à celle prédite par le diagramme. Ceci peut être en partie expliqué par l'interaction des différents canaux. Lorsque la microstructure est composée de plusieurs CG, les canaux de basse contrainte interagissent entre eux (*cf.* figures 8.7a et 8.7c). Les canaux de basse contrainte s'étendent verticalement au sein de la matrice (U)FG à partir des CG. Pour la microstructure $Bi-9CG-f16$, les canaux interagissent de manière verticale ce qui

réduit globalement la fraction de la microstructure impactée par ces phénomènes de réduction de contrainte car les canaux se recouvrent et affectent les mêmes zones. **En revanche, la microstructure à CG partiellement agrégés présente une fraction de matrice impactée supérieure à celle attendue, pouvant être expliquée par les interactions horizontales entre canaux. Ce type d'interaction conduit à un élargissement de ces canaux, tout particulièrement visible sur les champs pseudo-binarisés (*cf.* figure 8.7c).**

Pour $0,25\%$ de déformation, l'intensité (*cf.* figure 8.8b) semble évoluer linéairement avec f_{CG}. Mais à partir de 2%, on peut observer une modification de l'interpolation liant intensité de réduction de contrainte et fraction volumique de CG. Ceci suggère la présence de différents mécanismes de réduction de contrainte pour les fractions volumiques de CG faibles et importantes.

Au premier état de déformation considéré, $0,25\%$, les intensités de réduction de contrainte observées au sein des bimodaux complexes sont proches de celles prédites pour les polycristaux bimodaux simplifiés. La prédiction est légèrement inférieure pour les deux microstructures à CG isolés (en violet et en bleu) mais correspond pour la microstructure $Bi-9CG-f29$. Pour $0,5\%$ de déformation, les intensités de réduction de contrainte prédites sont largement plus importantes que celles observées dans les polycristaux bimodaux. Toutefois, on remarque une évolution différente pour le polycristal $Bi-9CG-f16$, l'intensité de réduction de contrainte évolue jusqu'à devenir plus importante que celle prédite à 4% de déformation. Ceci peut être en partie expliqué par les interactions verticales entre canaux qui favorisent des réductions de contrainte plus importantes (synergie des canaux).

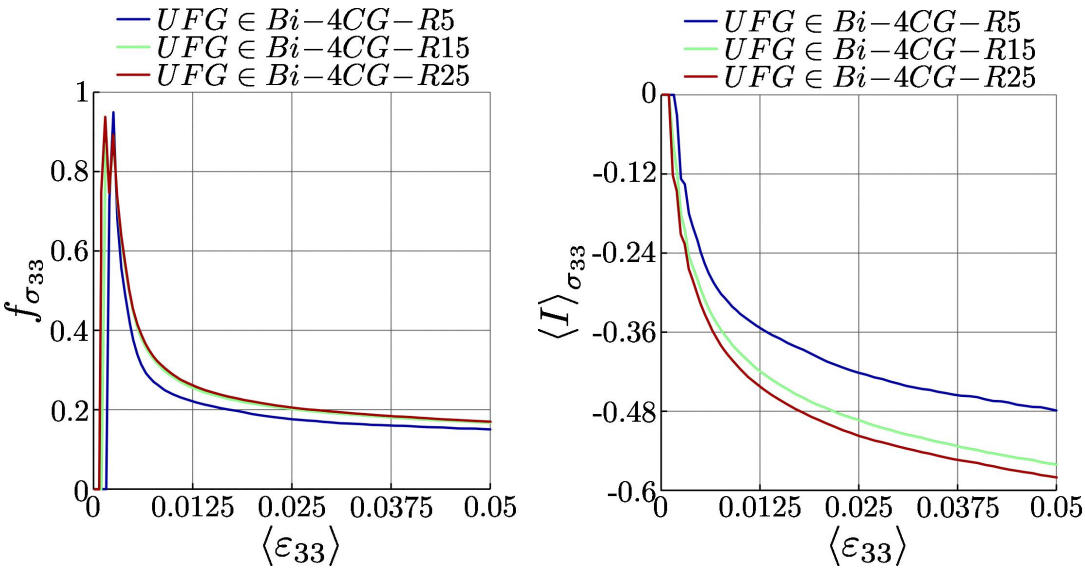
Ces résultats corroborent les résultats présentés par population de tailles de grains. **Plus la fraction volumique de CG est importante, plus la contrainte moyenne au sein de la matrice (U)FG est faible (*cf.* figure 6.9a) et plus la variance des contraintes est élevée (*cf.* figure 6.11a).** Concernant la variance, ce couplage est maximal vers 1% de déformation et tend à s'estomper au cours de la sollicitation. C'est également à 1% de déformation que l'on observe la différence d'intensité maximale en fonction de la fraction volumique.

Après la généralisation de la plasticité, une fraction volumique de CG importante favorise une réduction de contrainte plus intense et affecte une plus grande proportion de la matrice à grains ultrafins. Pour la gamme de fraction volumique étudiée, une fraction volumique de CG élevée permet ainsi de limiter les contraintes dans la matrice (U)FG. Concernant la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée (*cf.* figure 8.8a), l'effet de la fraction volumique semble être saturant à partir de 25% mais cela peut en partie provenir de la dimension des microstructures étudiées pour les hautes fractions volumiques. En revanche, aucun effet saturant n'est observé pour l'intensité de réduction de contrainte (*cf.* figure 8.8b.

Influence du contraste de tailles de grains

Les phénomènes de réduction de contrainte sont ensuite quantifiés pour trois microstructures à différents contrastes de tailles de grains ($\mathcal{R} = 5$, 15 et 25). La fraction de la matrice affectée et l'intensité de ces phénomènes sont respectivement présentées en figure 8.9a et 8.9b.

Comme pour les phénomènes de réduction de contrainte présentés pour la partie précédente, la fraction de la microstructure impactée augmente lors de l'entrée en plasticité des CG. Cette augmentation est détectée de manière simultanée pour la majorité des polycristaux dû au nombre limité de pas de temps et aux faibles différences entre les termes de Hall-Petch (126,5, 73,3, 56,6, 47,8, 42,1 pour les différents contrastes de tailles de grains croissants). Après le déclenchement de la de la matrice (U)FG, la fraction volumique diminue et une légère différence de fraction volumique peut être observée entre les microstructures. L'évolution continue jusqu'à 5% de déformation mais reste relativement constant. Cet écart, relativement faible peut en partie provenir de l'écart de fraction volumique entre les différentes microstructures (*cf.* tableau 8.1 : groupe (2)) mais également de la variation du nombre de grains composant les microstructures.



(a) (b)

FIGURE 8.9. – Quantification et évolution des phénomènes de réduction de contrainte au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux, pour différents contrastes de tailles de grains, en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$.

Les phénomènes de réduction de contrainte peuvent également être décrits par leur intensité, présenté en figure 8.9b. Pour cette seconde quantification, l'écart est plus clairement visible entre les différentes microstructures et l'intensité des phénomènes de réduction de contrainte est d'autant plus importante pour des contrastes de tailles de grains croissants. Au cours de la déformation, entre les contrastes de tailles de grains $\mathcal{R} = 5$ et $\mathcal{R} = 25$, l'intensité de réduction de contrainte est de 10% supérieure (en valeur absolue) pour le polycristal $Bi-4CG-R25$.

Les comportements moyennés par population de tailles de grains (*cf.* figure 7.3) avaient

d'ores et déjà permis de mettre en évidence l'avantage d'utiliser un contraste de tailles de grains plus important sur le couplage des comportements de la matrice (U)FG et des CG (*cf.* figure 7.3a). Ce couplage est bénéfique pour une déformation faible et permet de réduire les contraintes au sein de la matrice (U)FG par le biais des canaux de basse contrainte. **Cependant, au-delà d'une certaine déformation, la tendance s'inverse et pour des contrastes de tailles de grains plus important, la matrice (U)FG est finalement plus contrainte.**

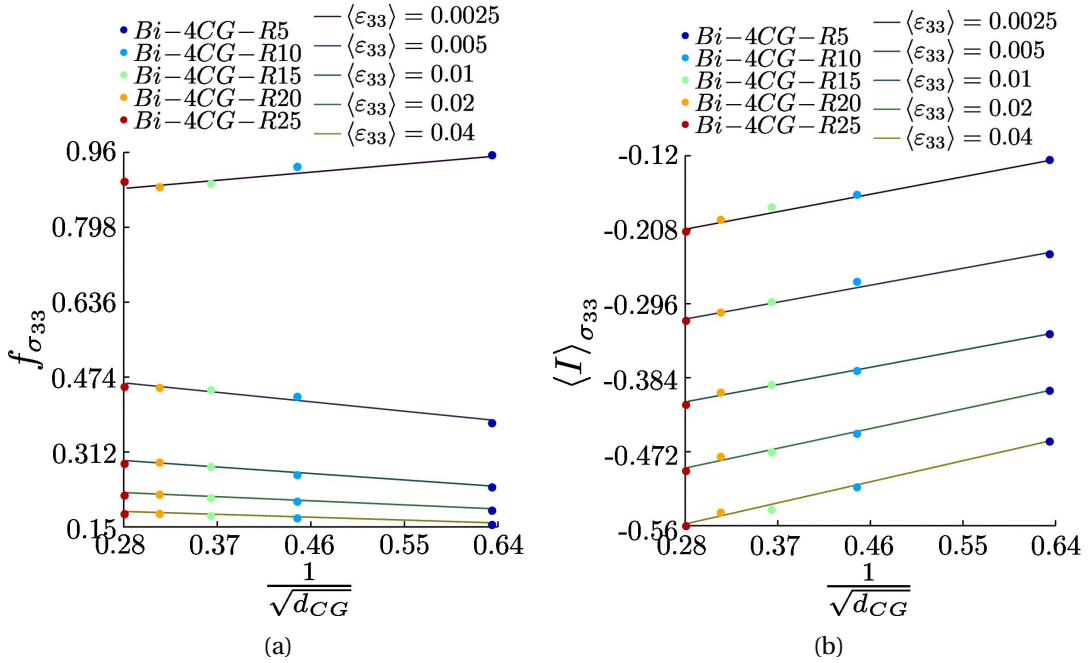


FIGURE 8.10. – Evolution des phénomènes de réduction de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I\rangle_{\sigma_{33}}$. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets les données des polycristaux bimodaux complexes.

Pour le groupe de microstructures à différents contrastes de tailles de grains (*cf.* tableau 8.1 : groupe (2)), l'évolution de la fraction $f_{\sigma_{33}}$ et de l'intensité $\langle I\rangle_{\sigma_{33}}$ sont résumés dans deux diagrammes (*cf.* figures 8.10a et 8.10b) en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$ pour plusieurs niveaux de déformation. Cette représentation provient du terme de Hall-Petch proportionnel à $d^{-1/2}$. Pour les différents niveaux de déformation, un contraste de tailles de grains plus élevé favorise une fraction de la matrice impactée plus importante. Au cours de la transition élastique/plastique, cet effet est de moins en moins marqué mais demeure plus important pour des contrastes de tailles de grains croissants. Au-delà de l'influence de f_{CG} démontré grâce à la figure 8.9a, on observe également un effet dû à la différence de limite d'élasticité entre les populations de tailles de grains (U)FG et CG.

L'intensité des phénomènes de réduction de contrainte est également plus importante pour des contrastes de tailles de grains plus important due aux limites d'élasticité plus faibles des CG. Cette intensité augmente au cours de la sollicitation. En les comparant à différents niveaux de déformations, on remarque une évolution similaire en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$. Pour les différents niveaux de déformation considérés, les pentes sont comparables ce qui confirme la présence de mécanismes similaires pour différents contrastes de tailles de grains mais une répartition spatiale des CG identiques.

Par ailleurs, les champs et les distributions avaient permis de mettre en évidence des zones de surcontrainte positionnées de part et d'autre des CG. Les valeurs de contraintes pouvant y être observées sont plus importantes pour un contraste de tailles de grains croissants. Ces deux phénomènes étant possiblement liés, il semble essentiel de décrire l'évolution de ces phénomènes de surcontrainte au cours de la sollicitation.

8.3.2. Phénomènes de surcontrainte

La plasticité des CG modifie la répartition des déformations et des contraintes. Cette modification est l'origine des canaux de basse contrainte mais génère également, pour chaque CG, deux lobes de surcontrainte situés à « gauche » et à « droite » des CG. La modélisation numérique n'intègre pas de notion de rupture, toutefois il semble important de s'intéresser à ces phénomènes du fait de leur effet potentiellement néfaste à la tenue mécanique.

Pour quantifier ces phénomènes, un protocole similaire à la description des canaux de basse contrainte est appliqué. Dans ce cas on s'intéressera à l'écart entre les deux distributions représenté en violet) sur la figure 8.5 grâce à un processus similaire à celui établi en partie 8.3.1 mais dans le cas des surcontraintes.

Influence de la fraction volumique et de la distribution spatiale des CG

Les résultats obtenus pour les phénomènes de surcontrainte sont présentés en figure 8.11a pour la fraction volumique ($f_{\sigma_{33}}$) et en figure 8.11b pour l'intensité des zones de surcontrainte ($\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$).

Après le déclenchement de la plasticité des CG, la fraction volumique de ces phénomènes de concentration de contrainte augmente jusqu'à une valeur maximale puis diminue jusqu'à atteindre un palier. En comparaison aux fractions volumiques observées pour les phénomènes de réduction de contrainte, ces fractions volumiques restent très faibles après établissement de la plasticité généralisée. Les polycristaux présentant les plus hautes fractions volumiques de CG ($Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f29$) présentent un comportement similaire à partir de 1% de déformation axiale et la fraction volumique reste constante jusqu'à 5%. Pour le second polycristal simplifié, $Bi-9CG-f16$, un palier est également observé à partir de 1% mais pour une fraction volumique plus élevée. Contrairement aux autres polycristaux, celui à 9 CG isolés présente une fraction volumique minimale vers $0,6\%$ de déformation puis cette dernière augmente jusqu'à atteindre un palier vers $2,5\%$ pour une fraction volumique supérieure à celles des autres polycristaux.

Pour les différents polycristaux l'intensité des zones de surcontrainte augmente lors de l'apparition de la plasticité au sein des CG puis ralentit sa croissance au cours de la sollicitation (*cf.* figure 8.11b). Cette fois encore, les polycristaux $Bi{-}1CG{-}f20$ et $Bi{-}9CG{-}f29$ présentent un comportement similaire. Le polycristal à CG isolés bien qu'ayant la fraction volumique la plus élevée à partir de 2% de déformation présente l'intensité des phénomènes de surcontrainte la plus faible.

Ces phénomènes de surcontrainte affectent une très faible portion de la matrice à grains ultrafins. Cette proportion est légèrement plus importante dans le cas des polycristaux à CG isolés (en violet et en bleu) mais toujours relativement limitée. **En revanche, les intensités de ces zones de surcontrainte sont très importantes, dans le cas des polycristaux $Bi{-}1CG{-}f20$ et $Bi{-}9CG{-}f29$, les contraintes observées sont jusqu'à deux fois plus élevées que la contrainte moyenne.**

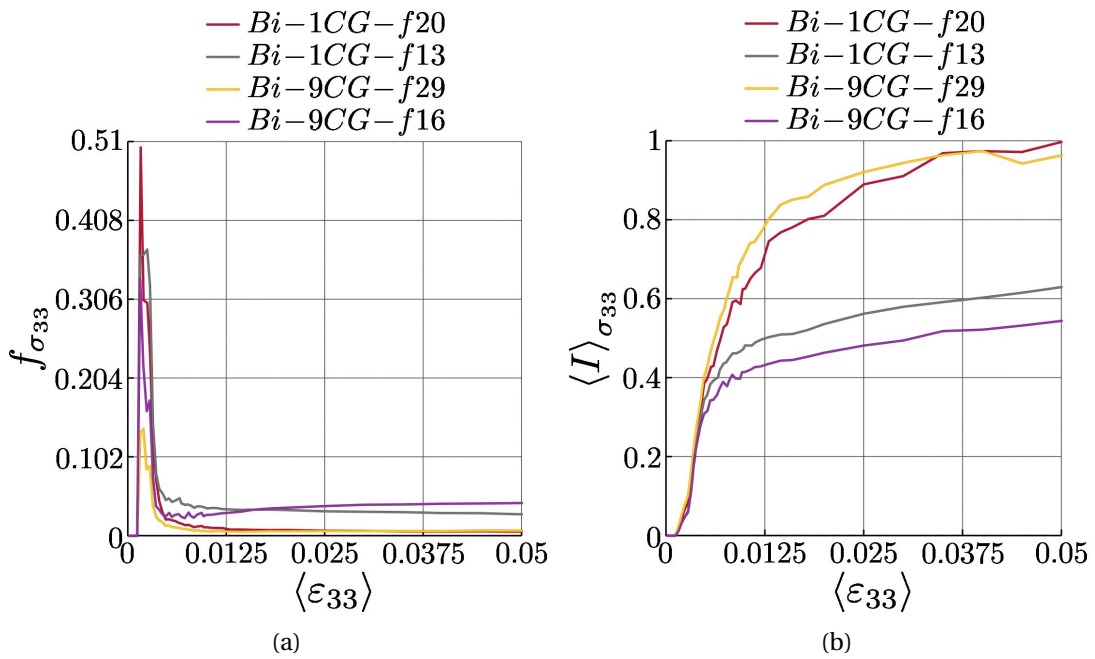


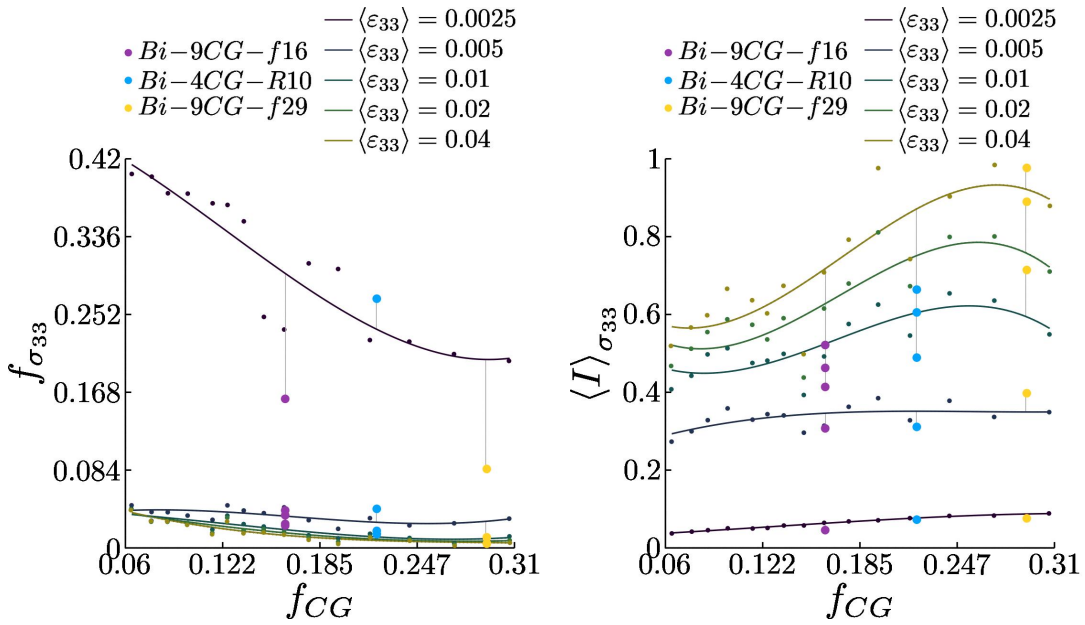
FIGURE 8.11. – Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité.

Comme pour l'évolution des phénomènes de réduction de contrainte tracés en fonction de la fraction volumique de CG (*cf.* figures 8.8a et 8.8b), il est possible de décrire l'évolution des phénomènes de surcontrainte de manière similaire. Les figures 8.12a et 8.12b représentent respectivement l'évolution de la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et l'intensité de ces phénomènes.

Pour $0,25\%$ de déformation, la matrice (U)FG demeure élastique ce qui s'illustre par une fraction volumique des phénomènes de surcontrainte élevées (*i.e.* des lobes de surcontrainte). Ces zones sont les premières à s'écrouir et leur fraction volumique évolue peu au cours de la déformation. Dans le modèle de plasticité cristalline utilisé, l'effet de taille de grains est pris en compte par l'ajout d'un terme de Hall-Petch dans l'écrouissage isotrope mais n'intervient pas dans la saturation ou la non-linéarité de l'écrouissage. Pour cette raison, une fois la plasticité généralisée, la répartition des contraintes évolue peu et donc la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée par les phénomènes de surcontrainte reste stable.

Pour $0,25\%$ de déformation, l'intensité des phénomènes de surcontrainte est constante peu importe la fraction volumique. A cette déformation, le CG vient juste d'entrer en plasticité et la différence de contrainte induit par le comportement plastique (actuel) en comparaison au comportement élastique est très faible. Cette faible différence s'illustre par des lobes de surcontrainte de très faible intensité. Cette différence de contrainte augmente avec la déformation et cause l'augmentation de l'intensité des phénomènes de surcontrainte. **L'intensité des phénomènes de surcontrainte augmente avec la fraction volumique de CG mais rediminue pour la microstructure avec la fraction volumique de CG la plus importante** ($30,65\%$)**. Ceci peut s'expliquer par la proximité des limites du domaine due à cette fraction volumique très élevée.**

Une fraction volumique élevée de CG favorise les phénomènes de réduction de contrainte de contrainte mais également ceux de surcontrainte. En comparaison, ceux-ci impactent une portion de la matrice (U)FG beaucoup moins importante que les phénomènes de réduction de contrainte mais d'un point de vue intensité, les intensités de surcontrainte sont largement supérieures à celles de réduction de contrainte.



(a) (b)

FIGURE 8.12. – Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la fraction volumique de CG, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité.

Influence du contraste de tailles de grains

Les phénomènes de surcontrainte ont été dans un second temps estimés pour les microstructures à différents contrastes de tailles de grains, la fraction volumique et l'intensité sont respectivement présentés en figures 8.13a et 8.13b. Dans un premier temps, concernant la fraction volumique, le palier est observé pour une fraction d'autant plus élevée que le contraste de tailles de grains est important.**Contrairement aux phénomènes de réduction de contrainte (*cf.* figure 8.9), les fractions volumiques des zones de surcontrainte sont plus fortement impactées par le contraste de tailles de grains.**

Au cours du chapitre précédent, les champs de contrainte axiale des polycristaux à différent contrastes de tailles de grains semblaient montrer une influence du contraste de tailles de grains sur les phénomènes de surcontrainte (*cf.* figures 7.5a, 7.5b et 7.5c). Or, une analyse plus fine de ces lobes de surcontrainte ne semble pas montrer une intensité plus importante pour des contrastes de tailles de grains plus importants. Toutefois, on peut remarquer une évolution de cette intensité radicalement différente et « bruitée » pour le cas $\mathcal{R} = 5$ qui peut être en partie expliqué par le faible nombre de grains présent au sein de cette microstructure. Concernant les deux autres polycristaux, l'évolution de l'intensité est similaire au cours de la déformation.

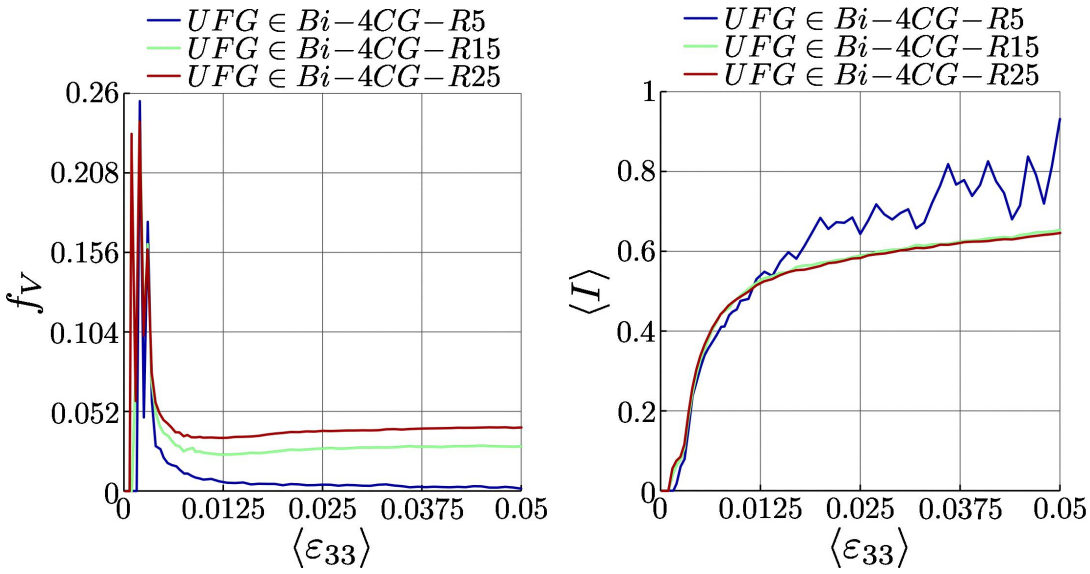


FIGURE 8.13. – Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux, pour différents contrastes de tailles de grains, en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité.

Ces quantifications des phénomènes de surcontrainte sont résumées au sein de deux diagrammes établis en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$ (*cf.* figures 8.14a et 8.14b). Le premier diagramme décrit l'évolution de la fraction volumique en fonction du contraste de tailles de grains pour différents niveaux de déformations. Pour les faibles niveaux de déformation, la fraction de la microstructure impactée par ces phénomènes de surcontrainte est fortement dépendante du contraste de tailles de grains. En revanche, on observe peu de différence entre 1%, 2% et 4%, cela suggère qu'au de l'établissement de la plasticité des CG, la fraction de la matrice (U)FG impactée par ces phénomènes de surcontrainte dépend de la position des CG.

Aux premiers niveaux de déformation, les intensités des phénomènes de surcontrainte sont légèrement plus importantes pour des contrastes de tailles de grains élevés. A ces niveaux de déformations, les limites d'élasticité contrôlent les états de contrainte des CG mais les différences entre limites d'élasticité sont relativement faibles par rapport à celle de la matrice (U)FG.

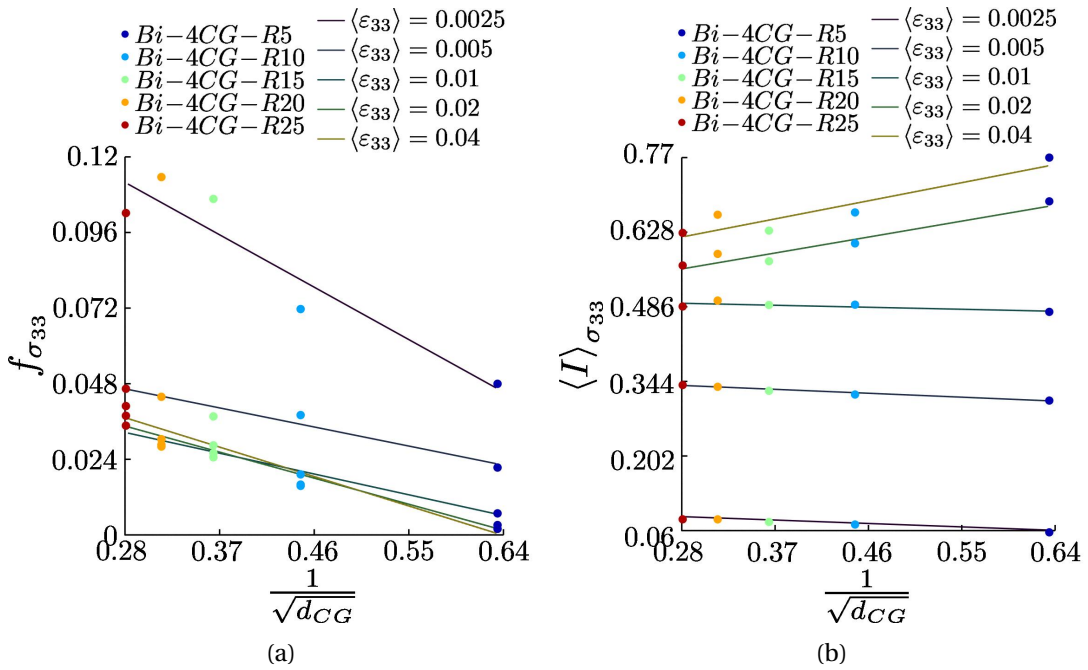


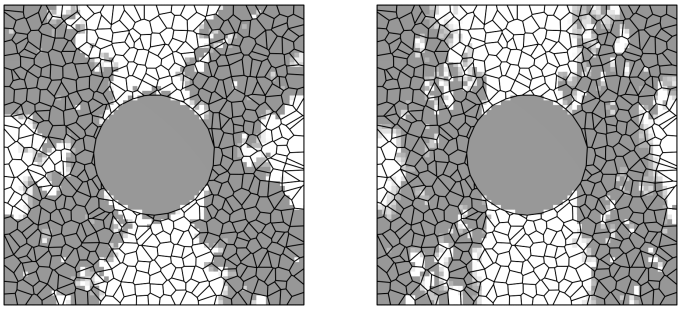
FIGURE 8.14. – Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité.

8.3.3. Similarité des phénomènes de réduction de contrainte au sein de la matrice

Le covariogramme constitue une mesure de la similarité spatiale d'un phénomène et permet de mesurer les dimensions de ce phénomène. Dans ce cas, le champ binarisé et le champ translaté sont identiques et la similarité est égale à 1 au centre du covariogramme. Mais cet outil peut également être utilisé pour comparer des champs différents et dans ce cas la valeur centrale n'est plus égale à 1.

On souhaite dans cette partie comparer l'éventuel lien entre la réduction des contraintes et celle des déformations. Les processus résumés en partie 8.3.1 peuvent être adaptés aux champs de déformations. Les champs présentés en figure 8.15a et 8.15b sont issus de ce processus une fois appliqué aux contraintes et aux déformations du polycristal $Bi-1CG-f13$. Ces champs sont présentés pour 0,5% de déformation et affichent une certaine similarité des phénomènes de réduction de contrainte au sein de la matrice (U)FG. Des déformations faibles sont observées où se trouvent des contraintes faibles bien que la matrice soit entrée en plasticité. Ces zones sont situées à la verticale des CG ainsi qu'au niveau des limites de la microstructure au-delà des lobes de surcontrainte.

On se propose ainsi de tracer l'évolution de la similarité des phénomènes de réduction de



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$

FIGURE 8.15. – Champs pseudo-binarisés de (a) déformation axiale et (b) de contrainte axiale du polycristal $Bi-1CG-f13$ à 0,5% de déformation. Les valeurs élevées sont en gris foncé. La direction de traction est verticale.

contrainte grâce à la valeur centrale du covariogramme appliqué à ces champs. Ces résultats sont présentés en figure 8.16 pour deux polycristaux bimodaux simplifiés et pour les microstructures à 9 CG. Cette similarité est initialement nulle au début de la sollicitation puisqu'aucune réduction de contrainte n'est observée par rapport au polycristal unimodal (U)FG. Lors de l'entrée en plasticité des CG, la répartition des contraintes et des déformations est modifiée, et à ce stade la matrice demeure très majoritairement élastique (et isotrope) ce qui explique une valeur de similarité maximale proche à 1. Cette valeur diminue lors de l'apparition de la plasticité au sein de la matrice (U)FG mais reste relativement élevée à 5% de déformation bien que la plasticité soit généralisée au sein de la matrice (U)FG. Au sein du polycristal $Bi-1CG-f20$, environ 60% des phénomènes de réduction de contrainte et déformation sont similaires à 5% de déformation. Cette valeur est plus faible pour le second polycristal bimodal simplifié $Bi-1CG-f13$, environ 40% à 5% de déformation. Pour le polycristal à CG partiellement agrégés, la similarité est très proche de celle du polycristal $Bi-1CG-f20$ puis se différencie à partir de 1,5% de déformation diminuant plus fortement.

La capacité de déformation des CG engendre des canaux de basse contrainte à sa verticale. **Après le déclenchement de la plasticité du CG, la matrice (U)FG demeure élastique et isotrope, pour cette raison les canaux de basse contrainte de déformation et de contraintes sont très similaires.** Puis les grains de la matrice (U)FG entrent en plasticité et la similarité diminue mais les canaux de basse contrainte se maintiennent à la verticale du CG ce qui permet de réduire les contraintes et déformation dans la matrice.

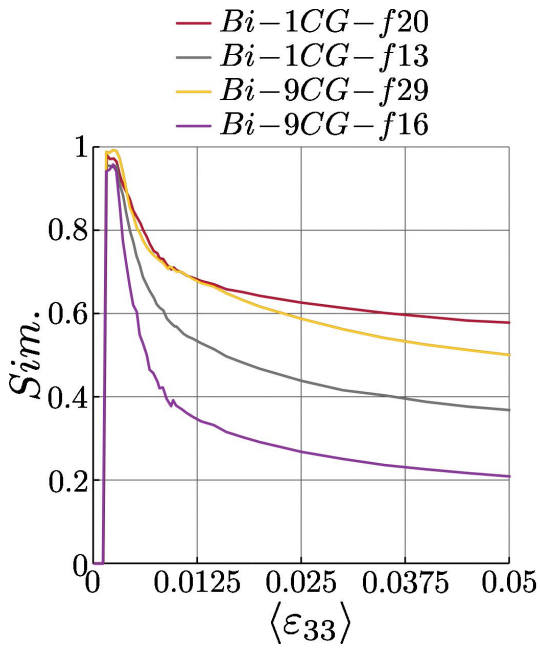


FIGURE 8.16. – Evolution de la similarité des phénomènes de réduction de contrainte déterminée par covariogrammes entre les champs de contrainte et déformations normalisés.

8.4. Chronologie de l'apparition de la plasticité

On s'intéresse dans cette partie à la chronologie du déclenchement de la plasticité dans une microstructure bimodale : à quelle déformation imposée le 1er système de glissement s'active-t-il? Pour cette analyse, on représente sous la forme de champs sur les contours de 3 microstructures bimodales, la déformation imposée à partir de laquelle la plasticité survient dans un élément. Ces champs sont donnés en figure 8.17 pour les deux critères de l'activation du glissement : γ^s et $\dot{\gamma}^s$. Pour ces champs, une double échelle sera utilisée en raison des cissions résolues critiques différentes entre la matrice (U)FG et les CG.

Les champs associés au polycristal bimodal à un CG central sont présentés en figures 8.17a et 8.17b. Les deux critères permettent de confirmer le déclenchement prématuré de la plasticité au sein des CG. Toutefois ces deux critères ne conduisent pas à des mesures équivalentes, le critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ résulte en une activation uniforme de la plasticité au sein du CG. Le critère basé sur le glissement plastique γ^s permet de distinguer certaines différences quant au déclenchement de la plasticité du CG. Pour la matrice (U)FG, le constat est similaire, le critère γ^s illustre mieux le retard de l'activité plastique. L'usage de ce critère permet de distinguer quatre zones distantes du CG, positionnées de manière verticale et équatoriale au CG, pour lesquelles la plasticité est particulièrement retardée.

Les champs du polycristal à 9 CG isolés sont présentés en figures 8.17c et 8.17d. Cette fois encore les CG présentent une activation prématurée par rapport aux grains de la matrice (U)FG.

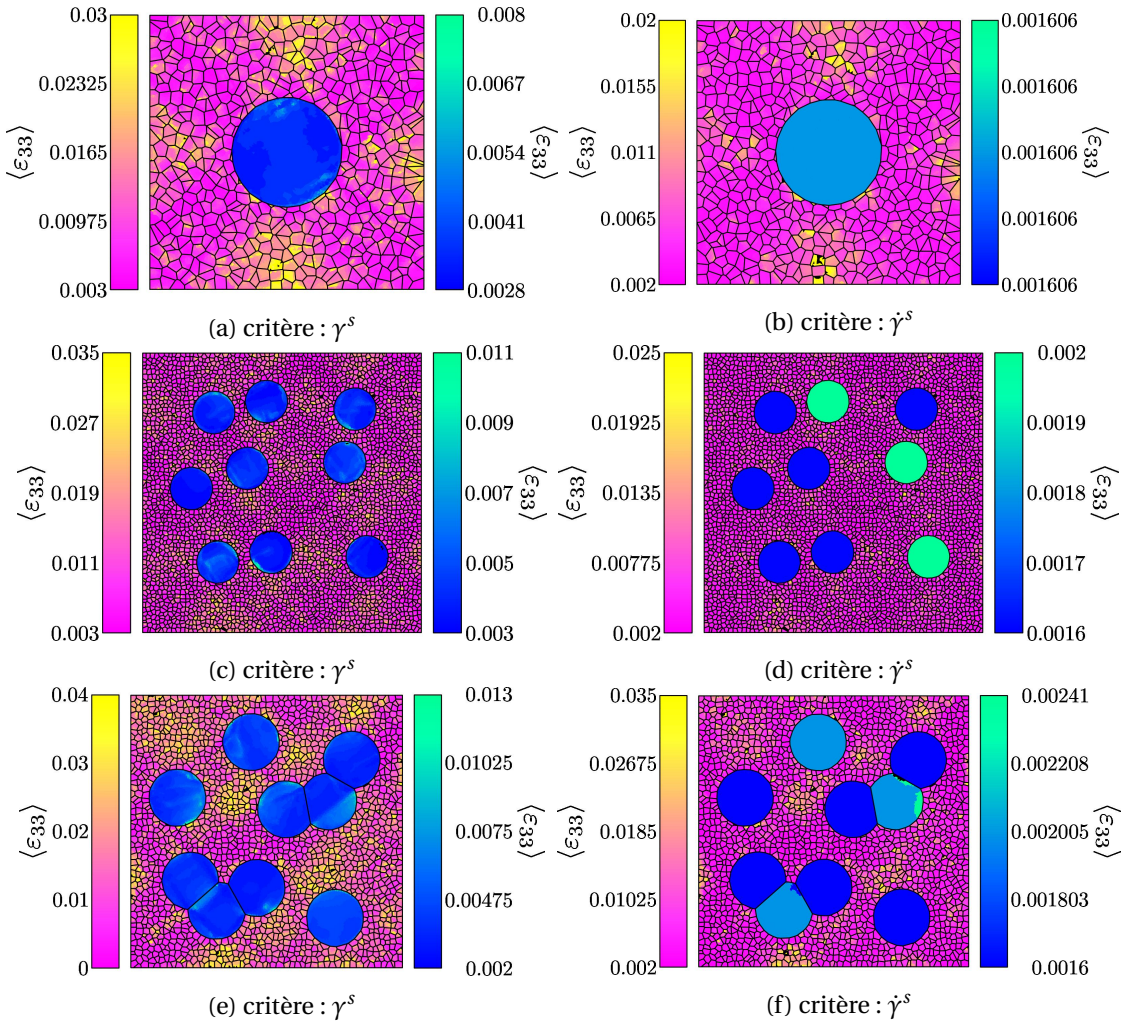


FIGURE 8.17. – Champs représentant la déformation imposée à partir de laquelle la première activité plastique est détectée dans 3 microstructures bimodales : (a,b) $Bi-1CG-f13$, (d,c) $Bi-9CG-f16$ et (e,f) $Bi-9CG-f29$ selon les deux critères d'activation du glissement (a,c,e) γ^s et (b,d,f) $\dot{\gamma}^s$.

L'usage du critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ ne permet pas d'observer des nuances d'activation au sein d'un même grain. On peut toutefois remarquer une apparition de la plasticité à partir $0,2\%$ de déformation pour trois CG contre $0,16\%$ pour les autres. Le critère γ^s présente un déclenchement de la plasticité pour des niveaux de déformations supérieurs, de $0,2\%$ à $1,1\%$ pour les CG. Pour les deux critères, le déclenchement de la plasticité au sein de la matrice (U)FG débute à $0,2\%$, soit à des niveaux de déformation similaires à ceux des CG. Sur les champs, le critère γ^s permet de mettre en évidence plus clairement les zones présentant un retard de la plasticité, ces zones sont positionnées à la verticale et de manière équatoriale aux CG (mais distante des CG). En revanche, le critère $\dot{\gamma}^s$ ne permet difficilement

de mettre en évidence ces zones.

Pour ce qui est de la microstructure à CG partiellement agrégés, les champs associés sont présentés en figures 8.17e et 8.17f. Ces deux critères confirment l'activation prématurée de la plasticité au sein des CG, mais contrairement aux deux microstructures présentées précédemment, on distingue des différences d'activation plus importantes au sein des CG. Localement, pour cette microstructure, le critère basé sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ permet également d'observer des activations à différents niveaux de déformation au sein d'un même grain. En comparant ces champs avec ceux de déformation axiale (*cf.* figures 6.18c et 6.18d), l'établissement de la bande de localisation semble pouvoir retarder la transition élastique/plastique en dehors de cette bande. En comparaison aux autres microstructures, celle-ci illustre également un retard plus marqué de la plasticité au sein de la matrice (U)FG, particulièrement visible avec le critère γ^s.

De manière générale sur les 3 **microstructures bimodales, les champs illustrent un certain retard de la plasticité ou une diminution de l'activité plastique, plus clairement visible avec le critère basé sur le glissement plastique γ^s. L'usage de ce critère conduit à l'obtention d'un champ « opposé » à celui des déformations axiales. Les bandes où se localise la déformation s'activent plastiquement en premier, retardant ainsi l'apparition de la plasticité au sein des zones entre les bandes**.

L'usage du critère $\dot{\gamma}^s$ conduit à des résultats différents concernant le niveau de déformation auquel est détectée l'activité plastique ainsi que la dimension de zones présentant un certain retard. Ceci est lié au choix des valeurs seuil pour chacun des critères. Malgré ces différences, ces zones sont positionnées de manière similaire pour les deux critères.

Sur le plan général, les critères γ^s ou $\dot{\gamma}^s$ apportent des résultats différents. D'un point de vue fraction élastique (*cf.* figures 6.6a, 6.15a, 6.25a et 6.25c), pour que le critère γ^s soit activé, les glissements doivent accumuler une certaine quantité de glissement. En revanche, pour le critère $\dot{\gamma}^s$, les systèmes sont plus rapidement considérés comme actifs car le critère est plus facilement validé. Ceci explique une transition élastique/plastique observée pour des niveaux de déformations plus faibles pour le critère $\dot{\gamma}^s$ comme dans les champs présentés en figure 8.17. Pour cette raison, pour un même niveau de déformation, le nombre de systèmes de glissement considérés comme actifs pour le critère $\dot{\gamma}^s$ est généralement plus importante (*cf.* figures 6.6b, 6.15b, 6.25b et 6.25d). Lorsque la plasticité se généralise, les systèmes de glissement activés (selon $\dot{\gamma}^s$) accumulent du glissement puis sont également considérés comme actifs pour le critère de glissement plastique γ^s. C'est pourquoi, les deux critères apportent des réponses différentes au début de la plasticité puis similaires pour des déformations plastiques d'environ 5%.

8.4.1. Comparaison globale des microstructures

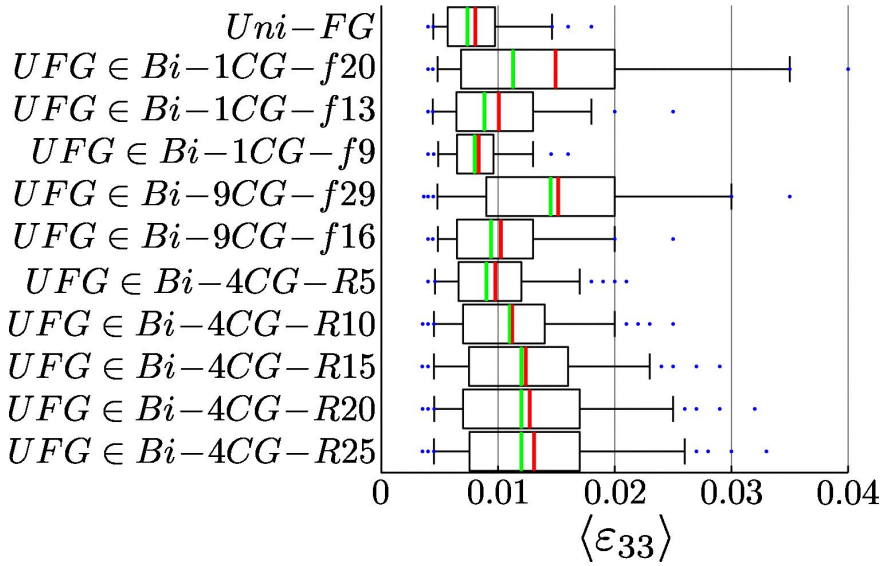
L'usage des champs ou des distributions rend parfois la comparaison des microstructures complexe. Pour comparer de manière plus efficiente les microstructures présentées jusqu'ici

(résumées dans le tableau 6.1), on résume les retards d'activité plastique au sein des matrices grâce à des diagrammes en boîtes à moustaches présentés en figures 8.18a et 8.18b. Les deux critères décrivent un déclenchement de l'activité plastique différents. Pour le critère $\dot{\gamma}^s$ et dans la majorité des microstructures, les premiers centiles sont confondus avec la moustache. Ceci peut être interprété comme une apparition de la plasticité pour au moins 5% de la matrice (U)FG à un certain niveau de la déformation. Il serait nécessaire de réduire significativement les pas de temps pour confirmer cette interprétation. En revanche le critère basé sur le glissement plastique permet de distinguer ces premiers quantiles.

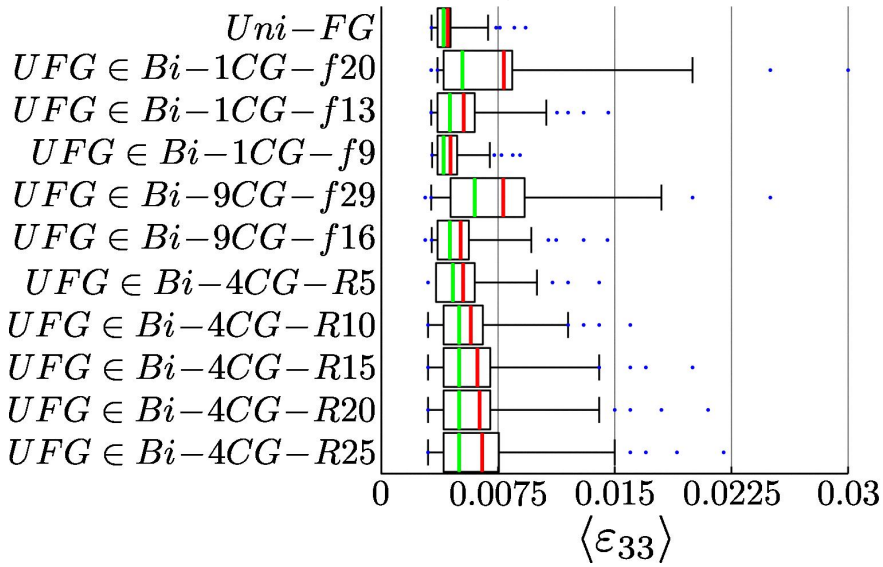
Pour les trois microstructures bimodales simplifiées ($Bi-1CG-f20$, $Bi-1CG-f13$ et $Bi-1CG-f9$) et pour les deux critères, l'initiation de la plasticité (mise en évidence par les premiers centiles) est observée pour des niveaux de déformations similaires. Cette transition élastique/plastique reste similaire jusqu'au premier quartile au-delà duquel on peut observer l'effet de la fraction volumique de CG qui semble s'étaler vers des niveaux de déformations plus importants.

L'initiation de la plasticité au sein des microstructures complexes est similaire pour les deux critères à celle pouvant être observée au sein des microstructures bimodales simplifiées. La microstructure à CG isolés présente une transition élastique/plastique très similaire à la microstructure $Bi-1CG-f13$. Toutefois, au-delà de l'influence de la fraction volumique décrit pour les microstructures bimodales simplifiées, la microstructure $Bi-9CG-f29$ présente un premier quartile significativement plus élevé que pour les autres microstructures.

Les 5 dernières microstructures permettent d'étudier l'influence du contraste de tailles de grains. Le critère γ^s présente une initiation similaire de la plasticité au sein des matrices (U)FG pour $0,5\%$ de déformation. Cette activation similaire de la plasticité est d'autant plus visible pour le critère $\dot{\gamma}^s$. Pour les contrastes de grains de 10 à 20, la transition élastique/plastique est observée pour les mêmes niveaux de déformations pour la moitié de la matrice (U)FG. Cette activation simultanée de la plasticité est liée à la configuration des CG ainsi qu'à leur orientation cristallographique. Toutefois, pour la microstructure $Bi-4CG-R5$, les premiers quantiles sont légèrement différents de ceux correspondant aux contrastes de tailles de grains de 10 à 20 due à la limite d'élasticité supérieure de ses CG. L'influence du contraste de grains est visible à partir du dernier quartile pour lequel la transition élastique/plastique est d'autant plus longue que le contraste de tailles de grains est élevé.



(a) critère : γ^s



(b) critère : $\dot{\gamma}^s$

FIGURE 8.18. – Boîtes à moustaches permettant de résumer les distributions des niveaux de déformation auxquels sont observés les premières activations des systèmes de glissement en s'appuyant sur le critère (a) de glissement plastique γ^s ou (b) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Les boîtes et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles (en bleu) représentés avec leurs couleurs dédiées.

8.5. Influence de la sollicitation

Les résultats présentés au cours du chapitre précédent ont permis de mettre en évidence des différences significatives entre les différents modes de sollicitation. Au sein des différentes microstructures et pour les différentes sollicitations la plasticité apparait en premier au sein des CG. Alors que cette microstructure composite élastique/plastique conduit à une certaine localisation de la déformation pour la traction uniaxiale et le cisaillement, les champs associés à la traction biaxiale ne présentent aucun phénomène de localisation (*cf.* figures 7.13e et 7.13f).

Cette localisation de la déformation est liée à la localisation de la plasticité au sein de la microstructure. Pour les sollicitations de traction uniaxiale et de cisaillement, les CG sont la source de ces phénomènes, en revanche pour la traction biaxiale les grains de la matrice (U)FG semble s'activer de manière isotrope (*cf.* figures 7.15e et 7.16e pour le critère $\dot{\gamma}^s$). L'activation de ces systèmes de glissement a ensuite permis de caractériser la transition élastique/plastique (*cf* figures 7.17a, 7.17c et 7.17e).

On rappelle que la sollicitation de cisallement génère des effets de bords mais les résultats présentés par la suite portent uniquement sur la zone d'intêret distante de ces effets de bords.

8.5.1. Réduction des contraintes équivalentes

Le processus présenté en partie 8.3.1 a permis de quantifier la réduction des contraintes par la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et par l'intensité de ce phénomène. Ce processus peut également être appliqué aux contraintes équivalentes observées dans les microstructures bimodales soumises aux différents types de sollicitation : la traction uniaxiale, la traction biaxiale et le cisaillement. Ces résultats de fraction volumique $f_{\sigma_{mises}}$ et d'intensité $\langle I \rangle_{\sigma_{mises}}$ sont présentés par type de sollicitation en figure 8.19.

Les résultats associés à la traction uniaxiale sont présentés en figures 8.19a et 8.19b. Comme pour les contraintes axiales, la fraction volumique des phénomènes de réduction de contrainte est très importante lors du déclenchement de la plasticité des CG (*cf.* figures 8.6a). Comparativement aux phénomènes de réduction des contraintes axiales, la fraction volumique des phénomènes de réduction des contraintes équivalentes diminue plus rapidement. Pour les microstructures $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f16$, la fraction volumique n'évolue plus après $2,5\%$ de déformation équivalente macroscopique. Cette évolution perdure jusqu'à 9% pour la microstructure $Bi-9CG-f29$. A 9% de déformation équivalente macroscopique (correspondant à 5% de déformation imposée verticale), les valeurs de $f_{\sigma_{mises}}$ sont significativement plus faible. Dans le cas le plus favorable, la réduction des contraintes équivalente représente 8% de la microstructure $Bi-1CG-f20$, en comparaison à 25% pour la microstructure $Bi-9CG-f29$, la plus favorable d'un point de vue de la réduction des contraintes axiales (*cf.* figures 8.6a).

Concernant l'intensité de réduction des contraintes équivalentes, l'évolution est très différente de celle des contraintes axiales (*cf.* figures 8.6b). Pour les 4 polycristaux présentés pour les contraintes axiales, l'intensité évolue de manière monotone et augmente (en termes de

valeur absolue) jusqu'à 5% de déformation macroscopique. Pour les contraintes équivalentes, l'évolution est seulement monotone pour le polycristal $Bi-9CG-f16$. En revanche pour les deux autres polycristaux, l'évolution n'est pas monotone et diminue (en termes de valeur absolue) à partir de 0,7%. Ceci illustre ainsi la présence de phénomènes supplémentaires d'un point de vue des contraintes et déformations équivalentes. Comparativement aux contraintes équivalentes, la réduction des contraintes axiales affecte une fraction volumique 2 à 3 fois plus importante et l'intensité est 50% plus élevée.

S'intéressant dans un second temps au cas de la traction biaxiale, l'évolution de la fraction volumique et de l'intensité sont présentés en figures 8.19c et 8.19d. Pour ce type de sollicitation, le comportement plastique prématuré des CG ne conduit pas à des phénomènes de localisation. Ainsi lors de l'entrée en plasticité des CG, alors que la fraction volumique $f_{\sigma_{mises}}$ est très élevée pour la traction uniaxiale, la valeur maximale atteinte est seulement de 4% pour la traction biaxiale pour le polycristal bimodal à un CG central $Bi-1CG-f20$. Pour les deux polycristaux bimodaux à 9 CG qui illustrent mieux les microstructures expérimentales, la fraction volumique impactée chute à 0% à partir de 2% de déformation équivalente macroscopique. Pour ces polycristaux, de faibles variations (brusques) peuvent être observées entre 4% et 12% mais sont peu représentatives au vu du fonctionnement de l'algorithme permettant de caractériser les phénomènes de réduction de contrainte.

Pour l'intensité de réduction des contraintes équivalentes observées au sein de la microstructure à un CG central vis-à-vis de la traction biaxiale, l'intensité augmente (en valeur absolue) jusqu'à une valeur de -0.22 et se stabilise. En revanche, pour les deux polycristaux à 9 CG, l'intensité augmente puis diminue subitement vers $\sim 4\%$ alors que la fraction volumique est égale à 0%. Une fois cette valeur de 0% atteinte, les intensités de réduction de contrainte sont jugées non représentatives et ont été fixées à 0.

Comme pour la traction uniaxiale, ce type de sollicitation implique la présence de phénomènes de localisation de la déformation (*cf.* figures 7.13c et 7.13f) et des canaux de basse contrainte (*cf.* figures 7.14c et 7.14f). Les résultats de quantification de ces phénomènes sont présentés en figures 8.19e et 8.19f et traitent uniquement des phénomènes de réduction de contrainte observés dans la région d'intêret. Pour les microstructures $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f16$, la fraction volumique diminue rapidement puis évolue peu après $\sim 2\%$ de déformation équivalente. Une variation brusque du comportement peut être observée à $\sim 4\%$, autant au niveau de la fraction volumique que de l'intensité. En revanche, pour la microstructure $Bi-9CG-f29$, l'évolution perdure jusqu'à 7% de déformation équivalente pour atteindre la valeur de 18%. Cette fraction est significativement plus importante que pour les deux autres polycristaux (10% et 8%).

Pour le cisaillement, l'évolution de l'intensité est moins « lisse » que pour la traction uni- et bi-axiale. Lors de la diminution, un pic est observable à $\sim 0,004\%$. Il peut correspondre à des phénomènes mis en évidence par les variations observées dans les nombres de systèmes de glissements considérés comme actifs (*cf.* figure 7.17f : critère γ^s).

D'un autre point de vue, il est également envisageable de comparer l'impact de la sollicitation sur une microstructure donnée. Pour ces analyses, on se restreindra aux deux microstructures à 9 CG qui sont les plus représentatives des microstructures expérimentales. Les figures 8.20a et 8.20b décrivent les phénomènes de réduction de contrainte pour la microstructure $Bi-9CG-f16$ et les figures 8.20c et 8.20d pour la microstructure $Bi-9CG-f29$. D'un point de vue des fractions volumiques, le cisaillement conduit aux phénomènes de réduction de contrainte les plus importants suivis de la traction uniaxiale. Comparativement à la microstructure à CG isolés, dans le cas des sollicitations qui conduisent à des phénomènes de localisation de la déformation (traction uniaxiale et cisaillement), les phénomènes de réduction de contrainte au sein de la microstructure $Bi-9CG-f29$ affectent une portion plus importante de la matrice (U)FG.

Concernant dans un second temps l'analyse des intensités de réduction de contrainte (*cf.* figures 8.20b et 8.20d), les intensités estimées sont également plus importantes pour le cisaillement. Comme précisé précédemment, la traction biaxiale présente une évolution très bruitée mais peu représentative en raison de la faible fraction volumique de ces phénomènes de réduction de contrainte. L'agrégation des CG semble favoriser des phénomènes de réduction de contrainte de dimension plus importante. Ainsi, au-delà de l'agrégation des CG, leur position respective semble également être critique. La position des CG peut conduire à des phénomènes de localisation très importants comme pour la microstructure $Bi-9CG-f29$ au sein de laquelle se forme une bande de localisation qui traverse l'ensemble de la microstructure (*cf.* figure 6.18d). Cette localisation permet de relaxer une partie des contraintes en limitant la déformation de la matrice (U)FG. Les agrégats de CG favorisent quant à eux la formation de canaux plus large (pour la configuration étudiée). Cette même microstructure, sollicitée en cisaillement ne donne pas lieu à la même localisation de la déformation ce qui se traduit par une réduction des contraintes différente. De plus, les agrégats engendrent des motifs de localisation et des canaux de basse contrainte différents, en lien avec la sollicitation. Pour la microstructure $Bi-9CG-f16$, la localisation de la déformation est certes moins importante que celle observée pour la microstructure $Bi-9CG-f29$. En revanche, l'intensité de réduction de contrainte est plus élevée en raison des interactions verticales entre canaux.

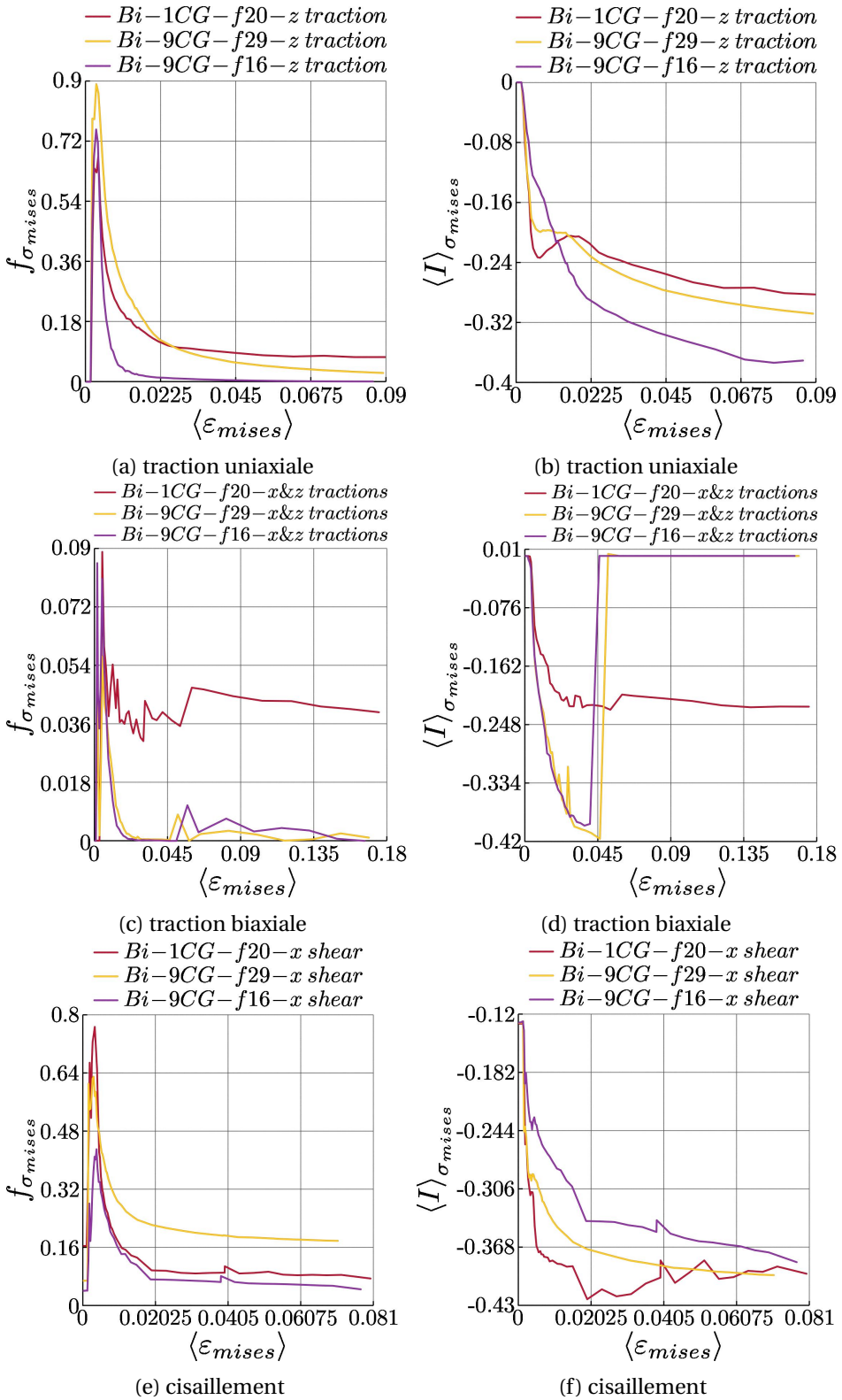
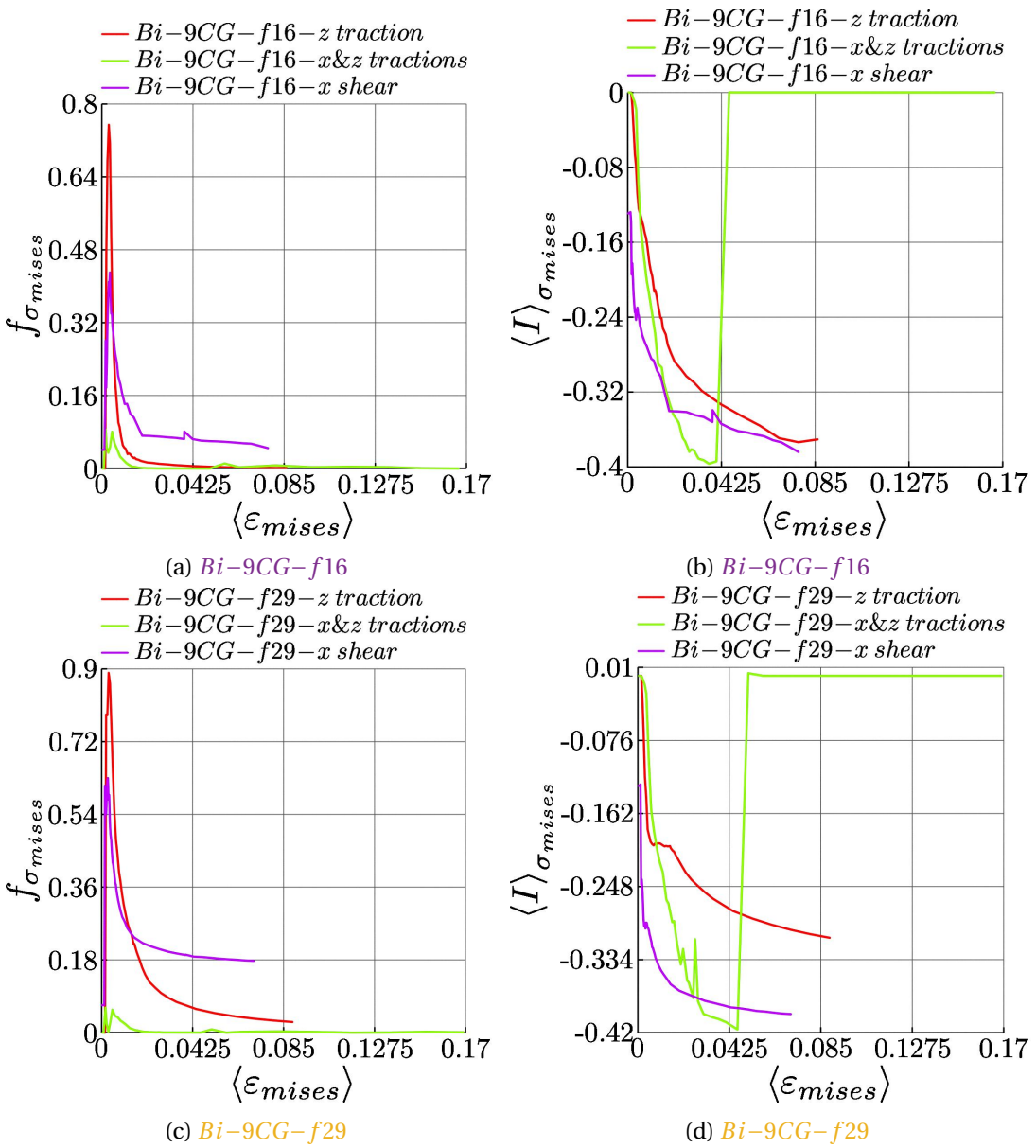


FIGURE 8.19. – Evolution des phénomènes de réduction des contraintes équivalentes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation équivalente. Ces phénomènes sont quantifiés par la (a,c,e) fraction de la matrice (U)FG impactée et (b,d,f) leur intensité. Les groupes de microstructures sont soumis à différents chargements (a,b) une traction verticale, (c,d) une traction biaxiale et (e,f) un cisaillement. Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la matrice (U)FG mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement.



(a) $Bi-9CG-f16$ (b) $Bi-9CG-f16$

(c) $Bi-9CG-f29$ (d) $Bi-9CG-f29$

FIGURE 8.20. – Evolution des phénomènes de réduction des contraintes équivalentes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux soumis à trois chargement différents (une traction verticale, une traction biaxiale et un cisaillement) : (a,b) Bi–$9CG$–$f16$, (c,d) Bi–$9CG$–$f29$. Ces phénomènes sont quantifiés par la (a,c) fraction de la matrice (U)FG impactée et (b,d) leur intensité.

8.5.2. Retard d'activation de la plasticité

Comme pour les diagrammes présentés en figure 8.18a et 8.18b, on peut représenter la distribution des niveaux de déformation équivalente correspondant aux premières activités plastiques pour les différents types de sollicitation. On souhaite dans ce cas s'intéresser à la faculté d'une microstructure à retarder la plasticité dans son ensemble. Pour cette raison, plutôt que de représenter uniquement à la transtion élastique/plastique de la matrice (U)FG comme dans les précédents diagrammes, les diagrammes décrivent ici le déclenchement de la plasticité sur l'ensemble des microstructures. Les résultats correspondant sont présentés en figure 8.21a pour le critère γ^s et en figure 8.21b pour le critère $\dot{\gamma}^s$. S'ajoutent aux résultats jusque-là présentés le comportement du polycristal $Bi-1CG-f20$ soumis au cisaillement et à une traction biaxiale.

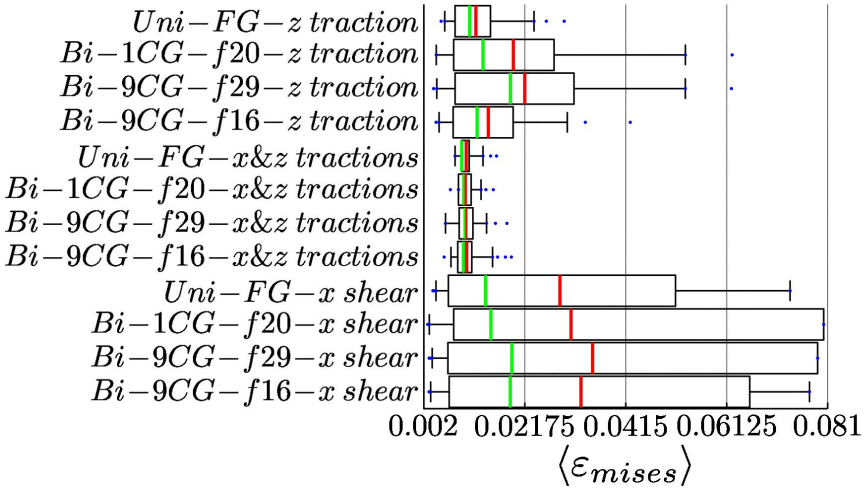
Avant de décrire l'influence du type de sollicitation, on peut d'ores et déjà remarquer des différences par rapport aux diagrammes présentées en figures 8.18a et 8.18b dues à la représentation des résultats sur l'ensemble de la microstructure. On remarque pour les deux critères une activation de la plasticité pour des niveaux de déformation plus élevés pour le polycristal unimodal (U)FG car aucun CG n'est présent au sein de la microstructure pour provoquer une plasticité prématurée. Le critère γ^s nous renseigne sur une activation simultannée de la plasticité provenant des CG dans les trois polycristaux bimodaux. On constate également peu de différences sur le premier quantile mais l'interprétation est différente. Les deux polycristaux $Bi-1CG-f20$ et $Bi-9CG-f16$ présentent tous deux des fractions volumiques de CG inférieures à 25%. Les premiers quantiles étant observables pour le même niveau de déformation équivalente, une portion plus importante de la matrice (U)FG du polycristal $Bi–9CG–f16$ est écrouie. Pour le polycristal $Bi-9CG-f29$ qui présente une fraction volumique de CG égale à 29%, on s'attendrait à trouver ce quartile pour un niveau de déformation plus bas puisque les CG entrent en plasticité avant la matrice. On observe dans ce cas l'effet de la localisation de la déformation au sein des CG (*cf.* figures 6.24c) qui permet de retarder leur transition élastique/plastique. Pour le critère $\dot{\gamma}^s$, une certaine différence est toutefois visible entre le polycristal $Bi-1CG-f20$ et les polycristaux à 9 CG. Cet écart a certainement pour origine l'orientation cristallographique des CG car les CG des polycristaux ont la même orientation bien que répartis différemment.

Pour les sollicitations de traction biaxiale et de cisaillement, la plasticité intervient également à un niveau de déformation équivalente plus élevée pour le polycristal unimodal (U)FG. La plasticité est également repérée de manière simultanée dans les polycristaux $Bi-9CG-f16$ et $Bi-9CG-f29$. En comparaison, pour le polycristal $Bi-1CG-f20$ elle intervient plus tôt pour le cisaillement et plus tard pour la traction biaxiale.

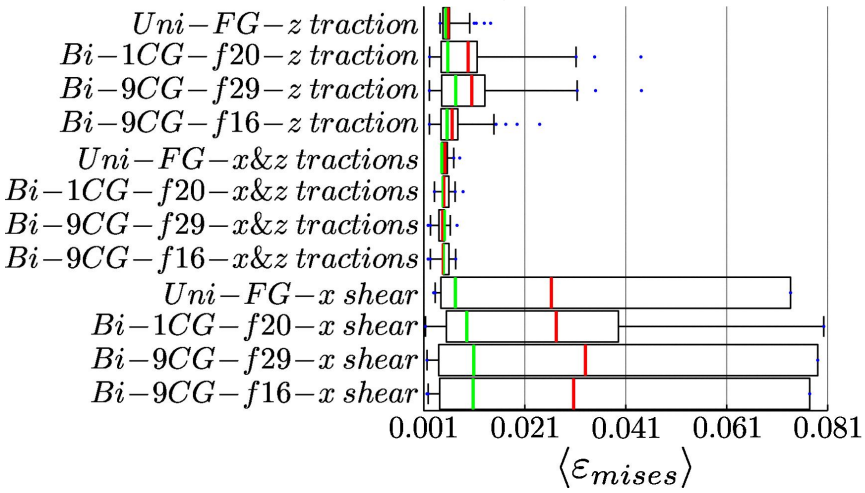
Dans le cas de la traction biaxiale les deux critères apportent des résultats très différents. Alors que le critère $\dot{\gamma}^s$ indique que la plasticité apparait pour des niveaux de déformations égaux à ceux de la traction uniaxiale, la plasticité semble apparaître beaucoup plus tard selon le critère γ^s. Contrairement à la sollicitation de traction uniaxiale, le premier quartile associé au polycristal $Bi-9CG-f29$ correspond à une déformation équivalente inférieure à celles

des autres polycristaux bimodaux. Ce résultat est confirmé par les champs des systèmes de glissement activés (*cf.* figures 7.16b et 7.16e) pour lesquels on observe aucune localisation de la plasticité au sein des CG. Une fois les CG écrouis au sein des différentes microstructures, la transition élastique/plastique est très rapide en comparaison aux autres modes de sollicitation. Outre cette transition rapide, on constate peu de différence entre la transition élastique/plastique du cas unimodal et des cas bimodaux une fois les CG écrouis. Cette remarque est confirmée par les champs d'activation des systèmes de glissement qui ne présente aucun motif particulier de localisation au sein de la matrice (U)FG (*cf.* figures 7.16e et 7.15e). Dans le cas de la sollicitation biaxiale, la plasticité prématurée des CG ne parvient pas à retarder l'apparition de la plasticité au sein de la matrice (U)FG.

Considérant les deux critères pour le cisaillement, la plasticité débute plus tôt que pour les tractions uni- et bi-axiale. Toutefois l'élasticité se maintient pendant une grande majorité de la sollicitation (*cf.* figure 7.17e) et une portion de la microstructure demeure même élastique à la fin de la sollicitation numérique. On rappelle que les éléments encore considérés comme élastiques à la fin de la sollicitation numérique sont finalement considérés comme plastiques pour l'établissement des diagrammes. Ceci explique pourquoi les boîtes s'étendent jusqu'à la déformation équivalente maximale.



(a) critère : γ^s



(b) critère : $\dot{\gamma}^s$

FIGURE 8.21. – Boîtes à moustaches permettant de résumer les distributions des niveaux de déformation équivalente auxquels sont observés les premières activation des systèmes de glissement basé sur le critère (a) de glissement plastique γ^s ou (b) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Les boîtes et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles (en bleu). Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la microstructure mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement.

8.6. Synthèse

La plasticité prématurée des CG redistribue les contraintes et les déformations au sein de la matrice (U)FG. Cette dernière étant encore élastique, les phénomènes de réduction de contrainte sont observables sur les champs de déformation et de contraintes. La fraction de la matrice affectée ainsi que l'intensité sont clairement affectées par la fraction volumique de CG, le contraste de tailles de grains ainsi que la distribution spatiale des CG. Pour les microstructures bimodales simplifiées, des fractions volumiques de CG élevées favorisent la réduction des contraintes. Les microstructures complexes donnent lieu à des interactions entre canaux de basse contrainte. L'agrégation des CG du polycristal $Bi-9CG-f29$ conduit à un élargissement des canaux, en revanche, la configuration CG isolés conduit à une interaction verticale des canaux qui favorise une intensité de réduction de contrainte supérieure. Pour une configuration spatiale donnée, l'augmentation du contraste de tailles de grains favorise des phénomènes de réduction de contrainte plus importants.

Mis à part les phénomènes de réduction de contrainte, des lobes de surcontrainte apparaissent également suite au déclenchement de la plasticité du CG. En comparaison, aux phénomènes de réduction de contrainte, l'intensité des surcontraintes est supérieure mais la fraction impactée de la matrice (U)FG est significativement plus faible. L'agrégation des CG du polycristal $Bi-9CG-f29$, réduisant le nombre de « pôles » réduit d'autant plus la fraction de la matrice affectée. L'augmentation du contraste de tailles de grains génère des lobes de surcontrainte de dimension plus importante.

D'un point de vue plasticité de la matrice (U)FG, les premières activations de la plasticité sont dues à la formation des lobes de surcontrainte, eux-mêmes issus de la plasticité prématurée du CG. Cette transition élastique/plastique intervient pour des niveaux de déformations inférieurs à ceux attendus pour un polycristal unimodal (U)FG. L'augmentation du contraste de tailles de grains influence peu les premières activations de la plasticité mais permet d'étaler la transition élastique/plastique jusqu'à des niveaux de déformation plus élevés.

Pour les sollicitations de traction uniaxiale et de cisaillement, qui conduisent à une certaine localisation de la déformation, des phénomènes de réduction de contrainte sont observables et affectent une proportion de la matrice (U)FG plus importante pour le polycristal à CG partiellement agrégés comparativement à une configuration isolée. En revanche, d'un point de vue de l'intensité de ces phénomènes de réduction de contrainte, l'intensité est plus importante pour le polycristal $Bi-9CG-f16$ pour la traction uniaxiale et pour le polycristal $Bi-9CG-f29$ pour le cisaillement. Dans le cas de la traction biaxiale, les phénomènes de réduction de contrainte s'estompent peu après l'entrée en plasticité des CG et la configuration des CG semblent avoir peu d'impact sur ce constat.

Ces phénomènes de réduction de contrainte se traduisent par un retard d'apparition de la plasticité pour la traction uniaxiale comparativement au polycristal unimodal (U)FG. Pour le cas du cisaillement, la localisation de la déformation est particulièrement importante et des effets de bords sont également présents. Ainsi tout en restant dans les petites déformations,

la plasticité affecte seulement une faible proportion de la microstructure autant pour le polycristal unimodal (U)FG que les polycristaux bimodaux ce qui ne permet pas de donner des conclusions définitives. Dans le cas de la traction biaxiale, la transition élastique/plastique est très rapide et similaire entre polycristal unimodal (U)FG et polycristaux bimodaux. L'absence de phénomènes de réduction de contrainte et de localisation de la déformation semble alors limiter l'apport de la bimodalité de taille de grains pour ce type de sollicitation.

English below

The early plasticity of the CGs modify the stress and strain spatial distribution within the (U)FG matrix. This one being still elastic, stress reduction can be observed on both strain and stress fields. The affected fraction of (U)FG matrix as well as the intensity are clearly impacted by the CG volume fraction, their spatial distribution and finally the GS contrast. For CG-centered bimodal samples, high CG volume fraction favors stress reduction. Complex microstructures give rise to interactions between different low-stress channels. For the $Bi-9CG-f29$ polycrystal in which CG are partially aggregated, the interaction between low-stress channels leads to channels broadening. In comparison, the microstructure $Bi-9CG-f16$ depicts only vertical interaction that leads to higher stress reduction intensity. For a given spatial configuration of the CGs, a greater GS contrast favors higher reduction phenomena.

Apart from the under-stress phenomena, over-stress zones also occur as a result of plasticity of the CG. In comparison, to the low-stress channels, the intensity of the over-stress is much higher yet the impacted fraction of the (U)FG matrix is significantly lower. In the $Bi–9CG–f29$ polycrystal, the CG aggregation reduces the number of poles which lowers the fraction of the matrix affected. For increasing GS contrast, the over-stress lobes are larger.

From an elastic/plastic transition point of view of the (U)FG matrix, first activations are due to the formation of over-stress zones, themselves resulting from the early plasticity of the CG. First activations observed in the (U)FG matrix occurs at a lower strain than those expected for unimodal (U)FG polycrystal. The increase in GS contrast has a minor influence on the onset of plasticity but enables to extend the elastic/plastic transition to higher strain levels.

These affects a larger portion of the (U)FG matrix within $Bi-9CG-f29$ polycrystal compared to the isolated configuration for both loadings. On the other hand, considering the intensity of the under-stress phenomena, the intensity is greater within the $Bi-9CG-f16$ polycrystal for uniaxial tensile loading and within the $Bi-9CG-f29$ polycrystal for shear loading. For biaxial tensile loading, under-stress phenomena fade shortly after CG early plasticity. CG configuration seems to have no clear effect on elastic/plastic transition.

These under-stress phenomena observed in bimodal microstructures delay the onset of plasticity compared to unimodal (U)FG polycrystal. For the shear case, the strain localization is particularly strong and boundary effects are also present. Thus while remaining in small perturbations, plasticity only affects a small portion of the microstructure for both unimodal (U)FG and bimodal polycrystals which does not allow to give definitive conclusions. For biaxial tensile loading, the elastic/plastic transition occurs similarly in unimodal (U)FG polycrystal and bimodal polycrystals. This lack of stress reduction and strain localization seems to negate the effect of GS bimodality for this type of loading.

9
Conclusions et perspectives

9.1. Conclusions

Dans une problématique de réduction des coûts et des émissions de gaz à effets de serre, il est essentiel de développer de nouvelles solutions technologiques pour la réduction de masse des structures. Le développement de nouveaux matériaux est alors nécessaire pour répondre à ce besoin et la réduction de taille de grain apporte une solution partielle. Cette stratégie permet de conserver la nature chimique de l'alliage et d'améliorer sa limite d'élasticité, mais cela entraîne également une perte de ductilité drastique. Pour pallier à cette perte de ductilité, une solution est d'ajouter des grains de taille conventionnelle au sein d'une matrice à grains ultrafins, les premiers conférant la ductilité tandis que la matrice apporte la résistance mécanique.

Après une revue bibliographique portant à la fois sur des aspects expérimentaux et numériques. Le contexte de cette étude a pu être clairement établi. Les matériaux bimodaux ont été largement étudiés dans la littérature. Obtenus soit par métallurgie des poudres soit par déformation plastique sévères, sur des métaux purs ou des alliages, ils présentent des propriétés mécaniques prometteuses. En revanche, l'explication de cette amélioration de ductilité est rarement étudiée et les mécanismes de déformation de ces matériaux sont encore mal compris. Dans cette étude, le choix du matériau s'est orienté vers le 316L pour sa large utilisation industrielle, les nombreuses études portant sur cet alliage et l'expertise de notre équipe de recherche.

En comparaison à l'approche expérimentale, la modélisation numérique permet d'accéder facilement aux comportements locaux ce qui facilite l'étude des mécanismes de déformation et d'écrouissage. Ainsi, des microstructures numériques ont été réalisées par tessellation de Laguerre-Voronoï s'affranchissant ainsi de la nécessité de posséder un matériau support pour les différentes analyses. Pour décrire le comportement individuel de chaque grain, le modèle de Méric-Cailletaud a été utilisé et sa formulation a été modifiée pour prendre en compte l'effet de taille de grains.

L'étude des mécanismes de déformation a dans un premier temps porté sur l'étude de polycristaux bimodaux à un CG central qui jouent le rôle de microstructures modèles. En comparaison aux cas unimodaux, la répartition des contraintes et des déformations est significativement différente. La déformation se localise sous la forme de deux bandes orientées à

±45° prenant pour origine le CG central, ce qui permet de limiter la déformation dans la matrice en dehors de ces bandes. Ces microstructures ont aussi permis de mettre en évidence la présence de canaux de basse contrainte ainsi que de lobes de surcontrainte. L'usage de nouveaux outils basés sur les distributions ont permis de quantifier ces phénomènes par leur intensité mais également la fraction de la matrice impactée. En comparaison aux phénomènes de réduction de contrainte, les lobes de surcontrainte sont plus intenses mais ils affectent une fraction de la matrice significativement plus faible. Des analyses supplémentaires menées sur l'activation des systèmes de glissement permettent la description de la transition élastique/plastique de ces matériaux. La plasticité du CG conduit localement à un déclenchement prématuré de la plasticité de la matrice à grains ultrafins mais permet surtout de retarder l'apparition de la plasticité de la matrice à grains ultrafins dans son ensemble.

Dans le cas de microstructures bimodales plus complexes, les contraintes et déformations sont largement affectées par la distribution spatiale des CG. La présence d'agrégats de CG parvient à localiser la déformation sous la forme d'une seule bande et permet ainsi de réduire les déformations au sein de la matrice. Ceci retarde l'apparition de la plasticité en dehors de cette bande dans la matrice à grains ultrafins mais également dans les CG. Les positions des CG influence également les phénomènes de réduction de contrainte et de surcontrainte. L'utilisation de champs de contrainte binarisés a permis de mettre en évidence les différentes interactions entre les phénomènes de réduction de contrainte. Si les grains sont isolés, alors les interactions verticales conduisent à des phénomènes plus intenses sans modification significative de la fraction de la matrice impactée. Pour les agrégats considérés, ils sont formés de telle manière qu'ils conduisent à un élargissement des canaux qui permet impactent alors une portion de la matrice plus importante.

Peu d'études dans la littérature font mention de l'influence du contraste de tailles de grains entre matrice à grains ultrafins et grains de taille conventionnelle. Or, dans le cadre d'une démarche d'ingénierie des microstructures, il est essentiel de connaitre l'influence de ce paramètre sur les propriétés mécaniques. Pour limiter le nombre de paramètres microstructuraux d'influence, un groupe de microstructures a été généré avec des CG occupant les mêmes positions et représentant la même fraction volumique. Ceci permet de s'affranchir de paramètres supplémentaires et d'étudier directement l'effet de ce contraste de tailles de grains. En augmentant le contraste de tailles de grains, l'état de contrainte et de déformation de la matrice tend vers des valeurs plus faibles en moyenne, les phénomènes de réduction de contrainte sont également plus intenses et affectent une portion de la matrice plus importants. Bien que les phénomènes de surcontrainte soient influencés de manière similaire, les analyses menées sur l'activation des systèmes de glissement démontrent un ralentissement de la transition élastique/plastique favorisé par une augmentation du contraste de tailles de grains.

Les différentes analyses ont permis de mettre en évidence la chronologie d'activation de la plasticité au sein des grains de la matrice des microstructure bimodales. Cette plasticité est d'autant plus retardée que la fraction volumique de CG est importante, et au-delà de ce paramètre, l'agrégation génère un retard supplémentaire due à la localisation particulière de la

déformation. Pour une fraction volumique de CG constante, la plasticité peut également être retardée en augmentant le contraste de tailles de grains. Ces différentes analyses conduisent à la proposition de différentes méthodes pour retarder l'apparition de la plasticité au sein des polycristaux bimodaux et donc contribuent guider, d'une certaine manière, l'élaboration de ces matériaux bimodaux. Ceci encourage par exemple l'élaboration de nouveaux échantillons par le biais du procédé par agglomération associé à un contraste de taille de grain très important.

L'amélioration de ductilité associée à l'utilisation d'une distribution bimodale ou plus largement multimodale est largement documentée dans la littérature vis-à-vis de sollicitation uniaxiale (traction et compression). Pour étendre les applications de ces matériaux bimodaux, en particulier industrielles, il semble essentiel de s'intéresser à leur comportement face à d'autres chargements. Contrairement à la traction uniaxiale, lorsque ces matériaux sont sollicités en traction biaxiale, la redistribution des contraintes ne s'effectue plus. Ceci se traduit par l'absence de phénomènes de réduction de contrainte et par une transition élastique/plastique similaire à celle attendue pour un matériau à grain ultrafins. Aucun effet de la bimodalité n'est clairement visible, et ce, pour les différentes distributions spatiales de CG. Dans le cas du cisaillement, le constat est bien différent, la localisation de la déformation est très marquée et accompagnée de phénomènes de réduction de contrainte importants. Bien que la transition élastique/plastique n'ait pas pu être caractérisée dans son ensemble, l'effet de la bimodalité est clairement visible.

English below

Within a context of cost reduction and greenhouse gas emissions reductions, it is essential to develop new technological solutions to reduce the mass of structures. The development of new materials is required to meet this need and grain size reduction is a partial answer to this challenge. This strategy, while preserving the chemical nature of the alloy, enables to improve its yield stress, but it also leads to a drastic loss of ductility. To remedy this loss of ductility, one solution is to add coarse grains within a matrix of ultrafine grains, the former conferring ductility and the latter mechanical strength.

After a literature review on both experimental and numerical aspects, the context of this study has been clearly established. Bimodal materials have been extensively studied in the literature, obtained either by powder metallurgy or by severe plastic deformation, on pure metals or alloys. They present promising mechanical properties. However, the reason for the improvement in ductility is rarely studied and consequently the deformation mechanisms of these materials are still poorly understood. In this study, the choice of material was oriented towards 316L for three reasons : its wide industrial use, the numerous studies on this alloy and the expertise of our research team.

Compared to the experimental approach, numerical modelling provides easy access to local behavior, which simplifies the study of deformation and strain hardening mechanisms. Thus, numerical microstructures have been produced by means of Laguerre-Voronoï tessellation,

without the need for a support material for the different analyses. To describe the individual behavior of each grain, the Méric-Cailletaud model was used and its formulation was modified to take into account the effect of grain size.

The study of deformation mechanisms started with the study of CG-centered bimodal polycrystals which are used as model microstructures. Compared to unimodal cases, the stress and strain distributions are significantly different. The strain is localized in the form of two bands oriented at ±45° originated from the central CG, which allows to limit the strain in the matrix outside these bands. These microstructures have highlighted the presence of low-stress channels as well as over-stress lobes and the use of new tools based on distributions have enabled us to quantify these phenomena by their intensity but also by the fraction of the matrix impacted. Compared to the under-stress phenomena, the over-stress lobes are more intense but affect a significantly smaller fraction of the matrix. Complementary analyses based on slip systems activations allow to describe the elastic/plastic transition of these materials. The CG early plasticity leads locally to premature plasticity of the UFG matrix but mostly delays the elastic/plastic transition of the UFG matrix.

In the case of more complex bimodal microstructures, the stresses and strains are largely affected by the spatial distribution of the CG. In the presence of CG aggregates, the strain is localized as a single band and the strains are reduced in other parts of the matrix. This delays the onset of plasticity outside this band in the UFG matrix but also in the CG. The positions of the CG also influence the low-stress and over-stress phenomena. The use of binarized stress fields revealed the different interactions between the low-stress phenomena. If the grains are isolated, then the vertical interactions lead to more intense phenomena without a clear change in the fraction of the matrix impacted. For the considered CG aggregates, they are formed in such a way that they lead to a broadening of the channels which then allow to impact a more important portion of the matrix.

Few studies in the literature mention the influence of the GS contrast between UFG matrix and CG. However, for the purpose of microstructure engineering, it is essential to know the influence of this parameter on the mechanical properties. To limit the number of influencing microstructural parameters, a group of microstructures was generated with CG at the same positions and representing the same volume fraction. This enables to concentrate the analyses only on the effect of GS contrast. For increasing grain size contrasts, the matrix is less stressed and deforms less, the under-stress phenomena are also more intense and affect a larger portion of the matrix. Although the over-stressing phenomena are similarly influenced, the analyses conducted on the activation of slip systems show a slowing down of the elastic/plastic transition favored by an increase of the grain size contrast.

The different analyses have highlighted the chronology in the onset of plasticity within the grains of the matrix of bimodal microstructures. As the volume fraction of CG is increasing, the plasticity is more delayed, and beyond this, the CG aggregation generates an additional delay due to the intense strain localization. For a given CG volume fraction, plasticity can also be delayed by increasing the GS contrast. These different analyses thus propose different methods to delay the onset of plasticity within bimodal polycrystals and thus to guide, in a way,

the elaboration of these bimodal materials. This encourages, for example, the development of new samples through the agglomeration process associated with CG aggregates dispersed in an UFG matrix.

The improvement of ductility associated with the use of a bimodal or more widely multimodal distribution is widely documented in the literature with respect to uniaxial loading (tension and compression). To extend the applications of these bimodal materials, and in particular for industrial applications, it seems essential to consider their behavior under other loads. Contrary to uniaxial tension, when these materials are submitted to biaxial loadings, the redistribution of stresses does not occur. This results in the absence of under-stress phenomena and in an elastic/plastic transition similar to the one expected for an ultrafine grain material. No effect of bimodality is clearly visible for the different spatial distributions of CG. In the case of shear, the observation is entirely different, the strain localization is very pronounced and accompanied by significant low-stress phenomena. Although the elastic/plastic transition could not be fully characterized, the effect of bimodality is clearly visible.

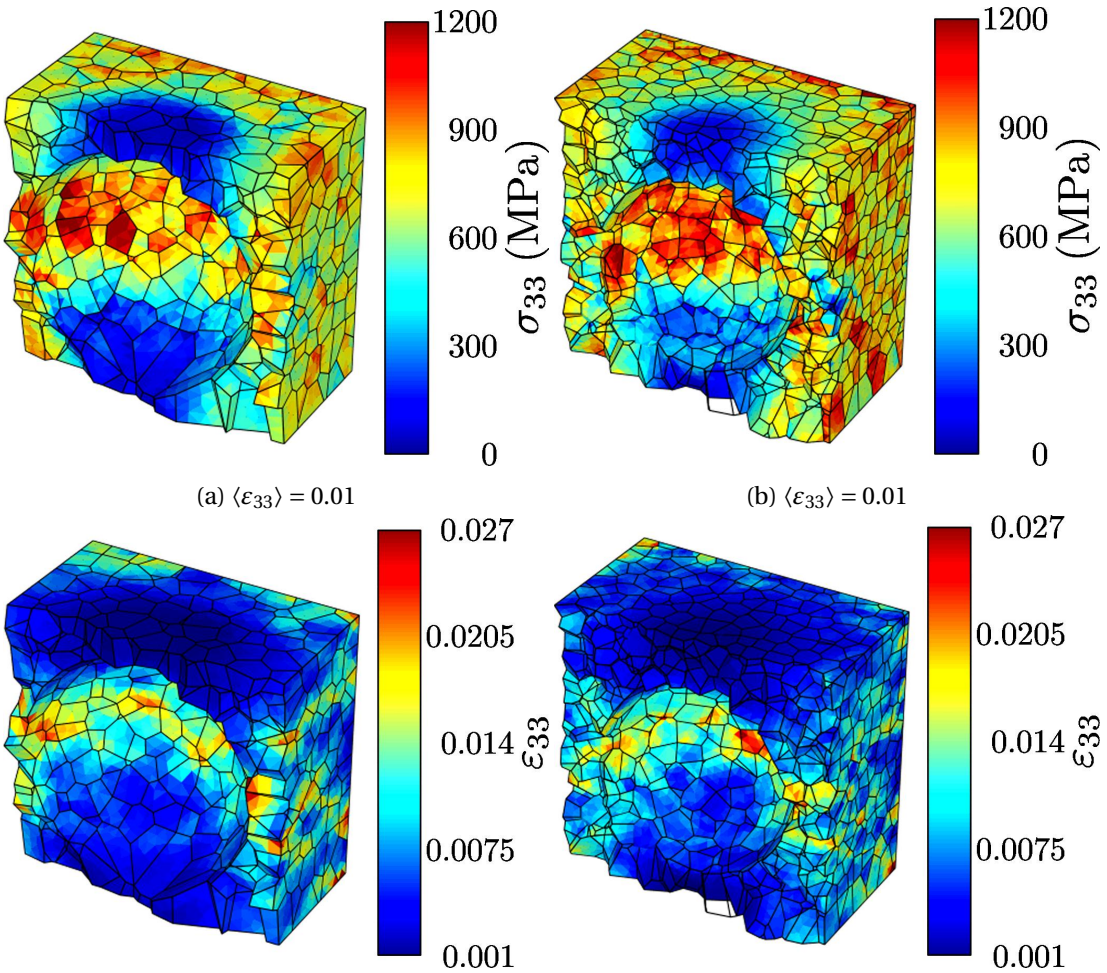
9.2. Perspectives

A la suite de ces travaux, les pistes à explorer restent encore nombreuses. D'un point de vue numérique, certaines pistes ont déjà fait l'objet de nombreuses simulations qui sont regroupées en annexe A.9. On présente ci-après différentes perspectives sur les différents plans.

Relations microstructure-propriétés sur le plan numérique La réalisation de simulations 3D est un des aspects à prioriser pour tirer des conclusions définitives sur les motifs de localisation et les phénomènes de souscontrainte/surcontraintes. Les outils développés au cours de ces travaux, que ce soit pour la génération de microstructures, la réalisation des simulations (*cf.* figure 9.4) ou les post-traitements (classifications, pseudo-binarisation des champs, covariogrammes, ...) sont tous opérationnels pour des analyses sur des microstructures 3D. Les simulations 3D restent cependant coûteuses en termes de ressources de calcul et les simulations 2D-extrudées constituent encore une bonne alternative pour l'étude systématique de certains paramètres. Dans un objectif de compréhension des interactions entre canaux de basse contrainte, un ensemble de microstructures a été généré et est présenté en figure 9.2. Pour chaque microstructure, les positions relatives des CG sont modifiées au sein de la même matrice (U)FG. Ceci permettra de mieux comprendre les interactions se déroulant dans les différentes microstructures complexes et d'enrichir le taux d'agrégation et la tortuosité avec des notions de directions.

Les outils de génération des microstructures ont été améliorés de manière à mieux contrôler les positions des CG, en 2D-extrudé ou en 3D, ce qui a notamment permis d'étudier l'influence du contraste de tailles de grains en maintenant une fraction volumique de CG constante. Toutefois les microstructures numériques générées proposent une certaine bimodalité de tailles de grains pour laquelle la morphologie et la taille des CG est constante (à la cylindricité ou sphéricité des CG près). Les microstructures expérimentales sont bien différentes de celles simulées au cours de ce travail mais l'objectif est de pouvoir complexifier ces microstructures numériques pour mieux rendre compte des couplages intervenant entre les différentes populations de tailles de grains. Pour faciliter l'analyse de la morphologie des agrégats de CG tout en limitant les ressources de calcul, une alternative est de modifier la morphologie des CG. Il a pu être montré que la morphologie de ces inclusions avait un réel impact sur la dimension des phénomènes de réduction de contrainte et de surcontrainte. Il semble ainsi intéressant d'étudier des microstructures bimodales avec des morphologies de CG différentes. Une des solutions est de modifier la notion de distance utilisée nécessaire à la génération des microstructures. Une alternative à cette modification de la notion de distance est de contrôler les germes de tessellations pour créer un grain à partir de plusieurs polygones (ou polyèdres en 3D) comme proposé dans les travaux de Altendorf *et al.* [213].

Les microstructures bimodales considérées dans cette étude correspondent à une distribution spatiale hétérogène des grains de chaque population. C'est aussi le type de microstructure bimodale le plus courant et à priori le plus simple à élaborer. Les travaux de Zhang *et al.* [119] proposent un type de microstructure bimodale, dite harmonique, faisant figurer des



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$

(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$ (d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$

FIGURE 9.1. – Champs de (a,b) de contrainte axiale et (c,d) de déformation axiale de deux polycristaux bimodaux à un CG central 3D se différenciant par la fration volumique de CG. La direction de traction est verticale.

agrégats de CG séparés par une « colonie » de grains ultrafins (*cf.* figure 9.3). Cette proposition permet d'améliorer le compromis résistance-ductilité par rapport à un matériau bimodal hétérogène et présente donc un fort intérêt [122]. Afin d'aborder l'analyse des interactions entre grains dans cette situation spécifique de microstructure harmonique, deux microstructures ont pu être générées avec un contrôle des germes des grains basé sur l'algorithme de maillage Distmesh [214–216]. Ceci a permis d'obtenir une microstructure à gradient et une microstructure avec un certain agrégat rappelant le cas des microstructures harmoniques. Le comportement de ces microstructures a été simulé en traction monotone et les champs de contrainte et déformations axiales sont présentés en figures 9.4.

Bien que les outils de génération aient pu être améliorés, ces microstructures restent toujours

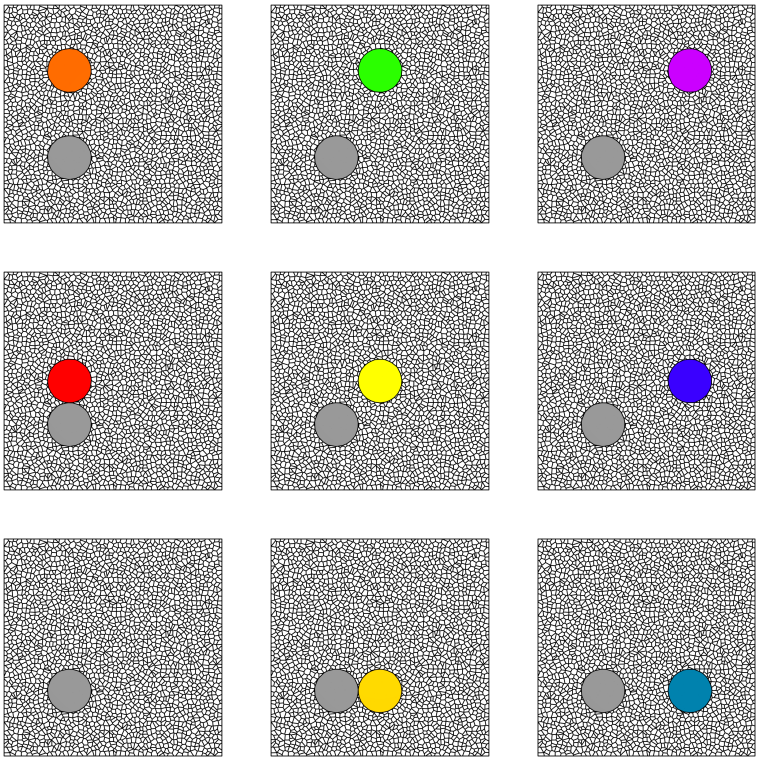
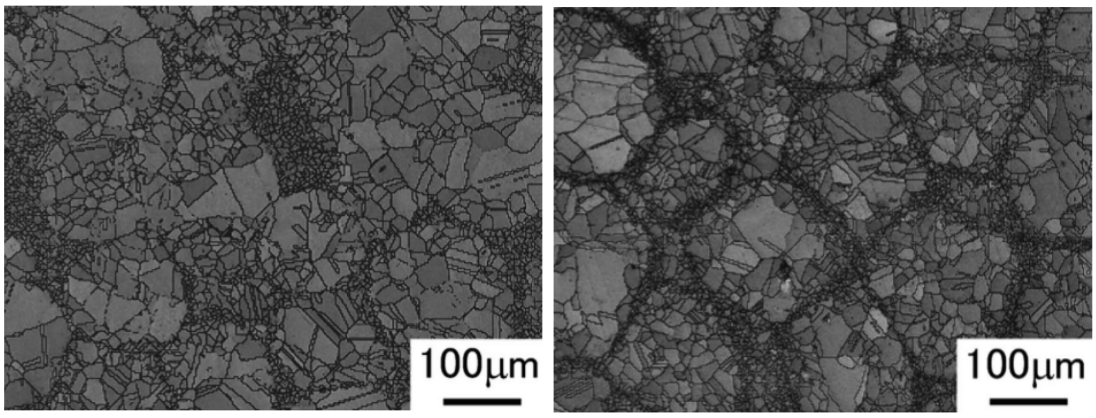


FIGURE 9.2. – Exemples de microstructures d'analyses destinées à l'analyse de l'interaction entre CG en explorant un espace représentatif de toutes les positions relatives possibles de 2 CG dans une matrice (U)FG.

significativement différentes des microstructures réelles. Certains traitements ont été développés dans le but d'ajouter des caractéristiques additionnelles aux microstructures comme des joints de grains, des macles, des oxydes, des porosités, une variation de l'orientation cristallographique, au sein des grains basée sur le bruit de Perlin [217], un contrôle de la texture, la création d'une distribution de tailles de grains continue. Certains de ces exemples sont présentés en figure 9.5.

Modèle de comportement mécanique Les analyses présentées dans ce manuscrit se sont appuyées sur le modèle de comportement en plasticité cristalline de Méric-Cailletaud. La justification de ce choix réside dans la robustesse de ce modèle et des réalisations de simulations dans un contexte de comportement de structure hétérogène avec des non-linéarités importantes et fortement contrastées. L'analyse des mécanismes d'interactions locales mis en jeu dans un polycristal bimodal nécessite d'être approfondie avec une représentation plus fine de l'effet des joints de grain et des tailles de grain. Deux modèles de comportement sont déjà disponibles et opérationnels suite aux travaux de B. Flipon pour aller dans ce sens : la modélisation de Méric-Cailletaud en retenant la distance au joint de grain comme longueur

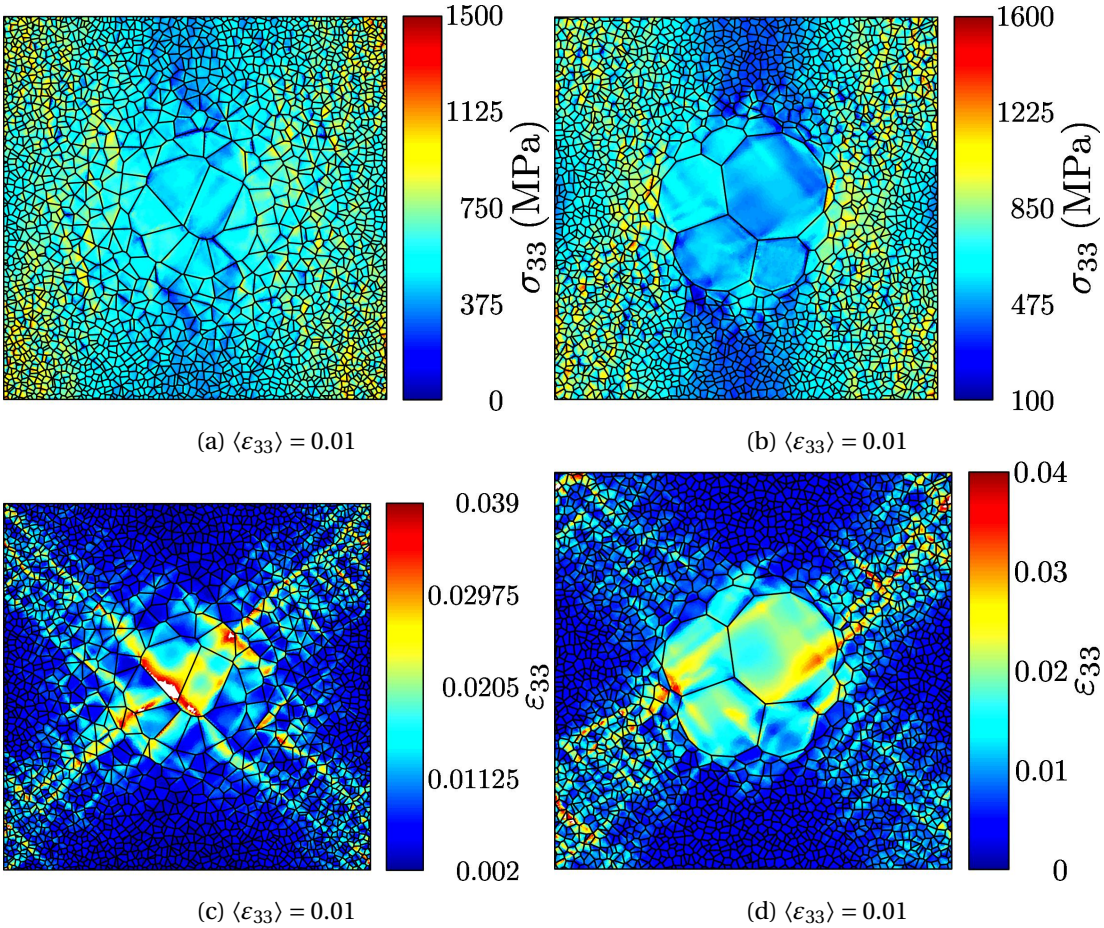


(a) (b)

FIGURE 9.3. – Microstructures bimodales expérimentales (a) hétérogènes et (b) harmoniques. Figures tirées des travaux de Z. Zhang *et al.* [119].

interne (au lieu de la taille de grain), introduisant ainsi un effet de taille à l'échelle locale d'un élément fini plutôt qu'à l'échelle moyenne d'un grain [203]. La modélisation avec le modèle de comportement de Tabourot modifié pour tenir compte d'une longueur interne, qui repose sur l'évolution des densités de dislocations et offre donc la possibilité d'affiner la compréhension des interactions sur le plan des dislocations. Enfin, afin d'analyser le gain d'une introduction de grain à taille conventionnelle dans une matrice de grains ultrafins pour augmenter l'élongation à rupture, des modélisations incluant l'endommagement à l'échelle des systèmes de glissement (*cf.* Bouchedjra *et al.* [218]) ou la rupture intergranulaire (*cf.* Barbe *et al.* [219]) constituent des perspectives complémentaires prometteuses.

Analyses expérimentales Parmi les perspectives figurent également les aspects expérimentaux de cette étude. La campagne d'élaboration devra être complétée par l'élaboration de nouveaux échantillons bimodaux : sous boîte à gants, avec le processus d'agglomération ou non. De manière à augmenter ou contrôler le contraste de tailles de grains, un des points d'amélioration réside dans l'amélioration du cycle de frittage. Le cycle de frittage utilisé au cours de ces travaux n'a pas été optimisé pour des poudres broyées, qui sont radicalement différentes des poudres commerciales en termes de morphologie et réactivité. Une fois ces échantillons élaborés, les premiers essais à réaliser devront porter sur la validation du procédé BAG d'un point de vue mécanique par le biais d'essais interrompus et d'étude des faciès de rupture. Dans un second temps, les essais mécaniques doivent être choisis de manière à étendre les applications des matériaux bimodaux : essais de traction biaxiale/cisaillement pour confirmer ou infirmer les résultats numériques puis réalisation d'essais de ténacité et de fatigue.



(a) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$ (b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$

(c) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$ (d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0.01$

FIGURE 9.4. – Champs de (a,b) de contrainte axiale et (c,d) de déformation axiale de deux polycristaux à large distribution de tailles de grains. Soumis à un une traction (direction verticale). Leur microstructure s'approchent des cas dits « harmoniques » et mettent en évidence le contrôle qui est opéré sur le gradient de taille entre l'agrégat centrale et la matrice (U)FG.

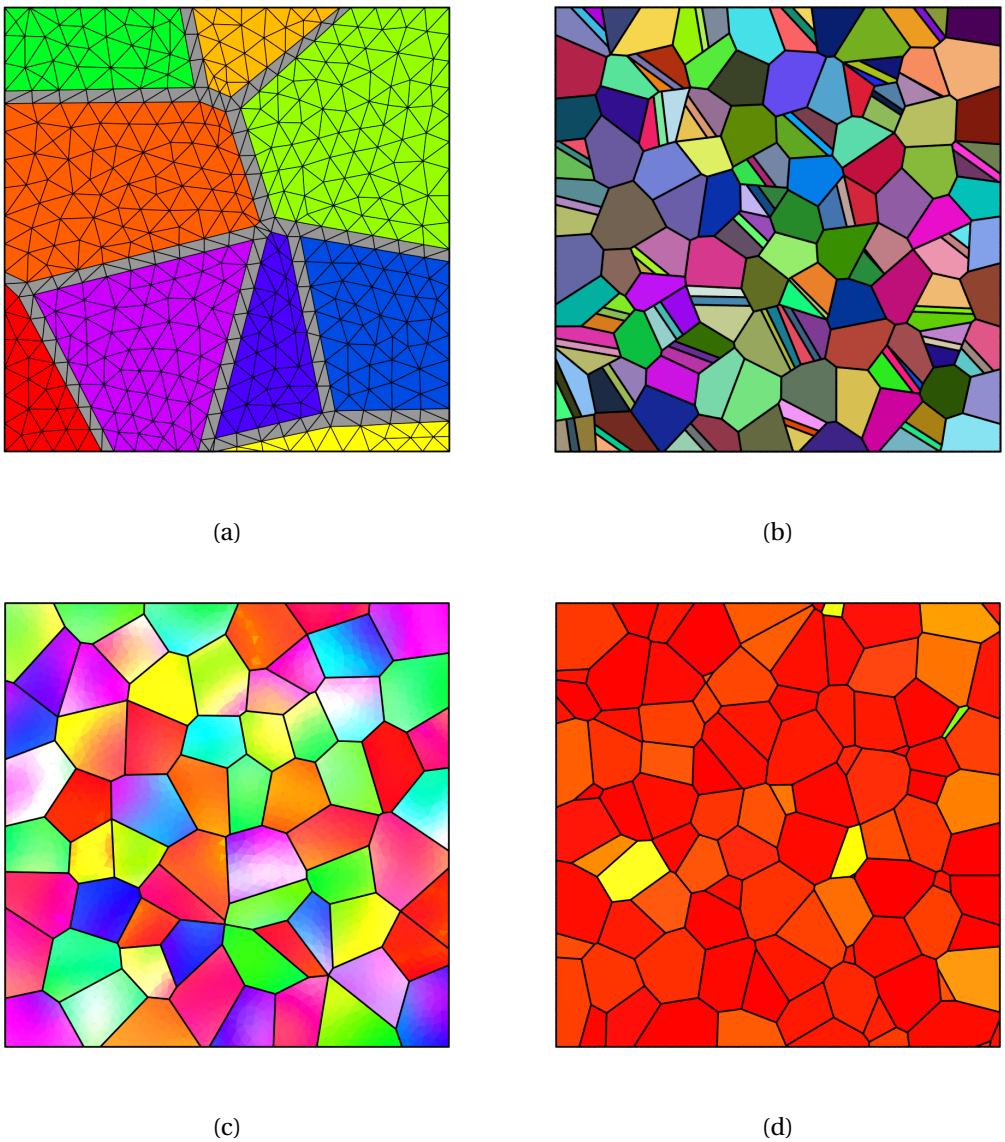


FIGURE 9.5. – Exemples de caractéristiques pouvant être ajoutées aux microstructures (a) joints de grains, (b) macles, (c) variation de l'orientation cristallographique dans un grain et (d) contrôle de la texture.

Liste des figures

2.1. Illustration des allongement d'un échantillon, élastique (réversible) et plastique (irréversible). 8

2.2. Les 14 réseaux de Bravais. 9

2.3. Schéma décrivant le glissement atomique vis-à-vis du cisaillement. 10

2.4. Différents types de défauts : (a) atome étranger en interstitiel, (b) dislocation, (c) atome interstitiel de même nature chimique, (d) précipité cohérent, (e) dislocation extrinsèque, (f) atome étranger de faible dimension en substitution, (g) lacune, (h) dislocation intrinsèque et (f) atome étranger de grosse dimension en substitution. Figure tirée des travaux de thèse de E. Dornberger [26]. 11

2.5. Boucles de dislocation mettant en évidence (a) les cas extrêmes de la dislocation purement vis et la dislocation purement coin et mettant en évidence le cas de la dislocation mixte ; (b) représentation au sein d'une structure cristalline et (c) champ de contraint associé à la présence d'une dislocation. 12

2.6. Exemples de précipités (a) cohérents, (b) cohérents avec la présence de dislocation et (c) incohérents. 13

2.7. Directions de glissement admissibles pour le plan de glissement (111) d'une structure cubique à faces centrées. 14

2.8. Cisaillement dans un monocristal : loi de Schmid et Boas [30]. 15

2.9. Projection stéréographique d'une structure CFC et systèmes appliqués. 16

2.10. (a) Courbes expérimentales contrainte-déformation d'un monocristal de cuivre en traction. (b) Stades caractéristiques d'écrouissage d'un monocristal orienté en glissement simple. Figures tirées de (a) Franciosi *et al.* [34] et (b) *Mechanical metallurgy*, G. Dieter, 1961 [23]. 17

2.11. Mécanismes de formation des dislocations géométriquement nécessaires lors de l'entrée dans le domaine plastique. Figures tirées de Ashby [36]. 18

2.12. Courbes d'écrouissage : (a) $\theta = f(\sigma)$ et (b) $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour un polycristal de cuivre à trois températures différentes. Figures tirées de Mecking *et al.* [38]. . . 19

2.13. (a) Apparition d'une macle au sein d'une microstructure, mise en évidence des joints de grains cohérents dits joints de macles et (b) macles observés dans un échantillon en 316L obtenu par fabrication additive SLM (figure tirée de Wu *et al.* [40]). 20

2.14. Mécanismes associés au durcissement structural : (a) mécanisme de Friedel correspondant au cisaillement des précipités par les dislocations et (b) mécanisme d'Orowan correspondant au contournement des précipités par les dislocations. 22

2.15. Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille moyenne de grains. Figure tirée de Kumar *et al.* [12]. 23

2.16. (a) Courbes de compression statiques ($\dot{\varepsilon} = 1 - 4 \times 10^{-4}$) et dynamiques ($\dot{\varepsilon} = 3 - 6 \times 10^{3}$) d'échantillon à grain ultrafins et nanocristallins. Images MEB montrant les bandes de localisation du cisaillement à (b) 3,7% et (c) 7,8% de déformation. Figures tirées de Jia *et al.* [55]. 24
2.17. (a) Evolution des mécanismes de déformation en fonction de la taille de grains (figure tirée de Cheng *et al.* [58]) et (b) illustration du compromis entre limite d'élasticité et ductilité grâce à des résultats issus de la littérature (figure tirée de Koch *et al.* [60]). 25
2.18. Stratégies permettant de limiter la perte de ductilité associée à la réduction de tailles de grains (a) nano-macles, (b) nanoprécipitation, (c) matériaux dual- ou plus généralement multiphases et (d) distribution bimodale de tailles de grains. Figures tirées et adaptées de Pineau *et al.* [59]. 26
2.19. (a) Schéma des deux processus de réversion de l'austénite et (b) position du traitement thermique par rapport aux températures A_s et A_f pour les alliages 16Cr-10Ni et 18Cr-9Ni. Figures tirées de Tomimura *et al.* [69]. 28
2.20. Procédés de déformation plastique sévère : (a) différentes stratégies utilisées en ECAP (figure tirée de Langdon *et al.* [80]) et (b) HPT (figure tirée de Sakai *et al.* [51]). 29
2.21. (a) Microstructure bimodale obtenue sur du cuivre laminé à 77K suivi d'un TTh à 200°C pendant 3 minutes. (b) Courbes de traction : A traité thermiquement, B laminé à température ambiante (95%), C laminé à $77K$ (93%), D (bimodal) laminé à $77K$ (93%) et traitement thermique à $180°C$ pendant 3 minutes et F (bimodal) laminé à $77K$ (93%) et traitement thermique à $200°C$ pendant 3 minutes. Figures tirées de Wang *et al.* [82]. 30
2.22. (a) Exemple de microstructure bimodale de 304L obtenue par laminage à froid suivi de deux traitements thermiques (700°C pendant 3h et 850°C pendant 5 minutes). (b) Evolution des propriétés mécaniques d'échantillons bimodaux pour différentes réductions d'épaisseur et différents traitements thermiques. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21]. 31
2.23. Différentes types de broyeurs : (a) broyeur à boulet, (b) broyeur planétaire et (c) broyeur attriteur (figure tirée de Suryanarayana *et al.* [103]). 34
2.24. (a) Schéma de principe d'un équipement de type Spark Plasma Sintering et répartition des températures lors du cycle de frittage et (b) mécanismes associés au transport de matière pendant le frittage. 36
2.25. (a) Essai de poinçonnage et (b) évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du déplacement normalisé. Figures tirées de Mahesh *et al.* [114]. . . . 37
2.26. (a) Limites d'élasticité tracées en fonction de la déformation à rupture pour des échantillons uni- et bi-modaux d'échantillons en 316L élaborés par métallurgie des poudres et frittage SPS. (b) Fractographie d'un échantillon bimodal élaboré à partir de 75% de poudre broyée (0,3 μm) et de 25% de poudre commerciale (15 μm). La zone entourée en noir représente la zone probablement occupée par un agrégat de CG avant rupture. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21]. 38

2.27. Particules de poudre de Ti-6Al-4V après (a) broyage planétaire et (b) jet milling. Figures tirées de Vajpai *et al.* [120]. 39
2.28. Microstructures bimodales harmoniques (a) hétérogènes (Heterogeneous Structures – HG) et (b) harmoniques (Harmonic Structures – HS), toutes deux obtenues par métallurgie des poudres. (c) Courbes de traction associées : (1) microstructure bimodale hétérogène, (2) microstructure bimodale harmonique et (3) échantillon massif. Figures tirées des travaux de Z. Zhang *et al.* [119]. 39
2.29. Exemples de microstructures bimodales : (a) microstructure harmonique [148, 149], (b) microstructure bimodale possédant grains équiaxes et colonies lamellaires [150] et (c) microstructure régulière représentant en blanc, les zones à grains ultrafins et en rouge les zones recristallisées [151] et (d) représentation à deux échelles : VER et échelle granulaire [152]. 43
2.30. Exemples du même agrégat polycristallin 3D maillé avec (a) des hexaèdres ou (b) des tétraèdres. Figures tirées de Diard *et al.* [140]. 45
2.31. (a) Microstructure bimodale, (b) champ de contrainte équivalente au sens de Von Mises et (c) champ de déformation axiale associés à une modélisation en champs complets en 2D grâce au modèle de Méric-Cailletaud. Figures tirées de Barbe *et al.* [193]. 53
2.32. Champs de (a) contrainte équivalente et de (b) première déformation principale. La direction de traction est horizontale. Figures tirées de Magee *et al.* [152]. 54
2.33. champs de contrainte d'un polycristal bimodal à 9 CG partiellement agrégés au sein d'une matrice à grain ultrafins issus d'une modélisation en 2D extrudées (a) modèle de Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain, (b) modèle de Tabourot avec prise en compte de la taille de grain et (c) modèle de Tabourot avec prise en compte de la distance au joint de grain. Figures tirées du manuscrit de B. Flipon [21]. 54
2.34. Microstructure bimodale harmonique soumise à un cisaillement pur : champs de (a) contraintes de cisaillement et (b) déformations de cisaillement. Figures tirées de Wang *et al.* [148]. 55

3.1. Observations au microscope électronique à balayage des différentes poudres commerciales (a) G3m, (b) A10m, (c) G45m et (d) H150n. 63
3.2. Distributions granulométriques des quatre poudres commerciales sans dispersant et dans deux solvants (a) éthanol (96%) et (b) ispropanol. 64
3.3. Diffractogrammes par rayons X des quatre poudres commerciales. 65
3.4. Description schématique du processus d'élaboration regroupant une étape de broyage planétaire et une étape de frittage grâce au procédé SPS. La poudre G3m est présentée dans son état initial puis après broyage. 66
3.5. Cycles de frittage SPS décrivant l'évolution de la température ainsi que la pression au long du cycle. 68
3.6. Cartographies d'orientation des différents échantillons frittés à partir des poudres commerciales (a) G3m, (b) A10m et (c) G45m. Code couleur des cartographies correspondant au (d) triangle standard des matériaux CFC dans la direction ND. 69

3.7. Diffractogrammes par rayons X des échantillons frittés à partir des poudres commerciales selon le cycle représenté en figure 3.5. 70

3.8. (a,b) Observations au microscope électronique à balayage de la poudre commerciale G3m broyée à (a) 300 RPM et (b) 500 RPM. (c, d) Cartographies d'orientation résultant du frittage des poudres respectivement présentés en (a) et (b). Code couleur des cartographies EBSD issu du triangle standard présenté en figure 3.6d 76

3.9. Diffractogrammes par rayons X des échantillons issus des différentes voies d'amélioration du processus d'élaboration. 76

3.10. Cartographies d'orientation des échantillons bimodaux (a) (H150n + G3m) – SPS, (b) (H150n + G45m) – SPS, (c) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – SPS et (d) ((G45m – BM_{500}) + G45m) – BM_{300} – SPS. Code couleur issu du triangle standard présenté en figure 3.6d. 77

3.11. (a) Exemple d'éprouvette à usiner à partir de pastilles de diamètre 30 mm obtenues par frittage SPS et (b) éprouvette soumise à une traction uniaxiale par le biais de 4 rouleaux. 78

4.1. Visualisation du processus associé à la tessellation de Voronoï (a) initialisation des positions des germes, (b) croissance isotrope des germes à vitesses égales et (c) tessellation de Voronoï finale. 84

4.2. Exemple de génération de deux microstructures à 20 grains maillées (a) sans régularisation des petites arêtes et (b) avec régularisation localisées au niveau des cercles noirs. (c,d) Zoom respectivement réalisés sur les maillages (a) et (b) au niveau du cercle noir central. Tessellations réalisées grâce au logiciel Neper [157]. 86

4.3. Différence entre (a) tessellation de Voronoï et (b,c) tessellation de Laguerre-Voronoï avec différents poids associés, tessellations générées grâce au logiciel Neper [142, 157]. L'étape de régularisation donne lieu pour deux des trois cercles à un sommet commun pour 4 cellules. 87

4.4. Génération de microstructure à distribution bimodale de tailles de grains (d'après Flipon *et al.* [20]) : (a) génération des germes des grains de la matrice (U)FG grâce à une grille, (b) randomisation des germes autour de leur position initiale, (c) ajout des positions des CG et suppression des germes des grains de la matrice (U)FG dans un certain rayon autour du (ou des) germes des CG, (d) tessellation de Laguerre-Voronoï et (e) maillage de la tessellation précédemment obtenue. 88

4.5. Génération de microstructures à facteur d'échelle : (a) génération des germes des CG et calcul des dimensions du domaine pour que la fraction volumique des CG corresponde, (b,e) génération des germes des grains de la matrice (U)FG grâce à une grille pour les contrastes $\mathcal{R}$ souhaités, (c,f), randomisation des germes de la matrice (U)FG autour de leur position initiale et suppression des germes dans un certain rayon autour du (ou des) germes des CG (d,g) microstructures obtenues. 89

4.6. Génération de microstructures bimodales à maillage commun : (a) Position des germes des grains de la matrice (U)FG, (b) Tessellation de Laguerre-Voronoï associée pour la matrice (U)FG, (c) Tessellation multi-échelles intégrant les joints des CG au sein des grains de la matrice (U)FG, (d) Maillage et attribution des propriétés aux grains pour obtenir une microstructure unimodale (U)FG, (e) Position des germes des grains de la matrice (U)FG avec suppression des germes dans un certain rayon équivalent au rayon souhaité pour les CG, (f) Tessellation de Laguerre-Voronoï pour le matériau contenant la matrice (U)FG et les CG et (g) Attribution des propriétés aux grains de manière à obtenir un matériau bimodal à un CG. 90

4.7. Exemples de microstructures bimodales 3D (a,b) à facteur d'échelle avec 2 CG et (c,d) à maillage commun avec un seul CG. 91

4.8. Processus d'identification de k^* : (a) Courbes macroscopiques de polycristaux numériques permettant la détermination de $\sigma_{0,2\%}$ et (b) Graphe de Hall-Petch établi grâce aux $\sigma_{0,2\%}$ et tailles de grains des microstructures numériques présentées. La pente de ce graphe correspond au paramètre k^*, la valeur obtenue est comparée à la valeur expérimentale pour valider l'identification (d'après [21]). 96

4.9. Coordonnées des nœuds au sein d'une microstructure pour l'application des conditions aux limites. 98

5.1. Analyse de l'effet d'insertion d'un CG au centre d'un polycristal (U)FG : (d,f) le polycristal unimodal (U)FG et à droite (e,f) son correspondant bimodal avec le même maillage et la même microstructure de matrice (U)FG (les polyèdres à l'intérieur du CG reçoivent la même orientation cristallographique de telle sorte à constituer le CG). Ils sont soumis à une déformation axiale verticale de 1%. (a) courbes de traction macroscopiques, (b,c) distribution de déformation et contrainte (respectivement) axiales (moyennées par élément). (d,e) et (f,g) présentent respectivement les champs de déformation et de contrainte. 104

5.2. Exemples de distributions et influence sur les valeurs des moments d'ordre 3 et 4 : (a) signe de l'asymétrie et (b) valeurs caractéristiques de kurtosis. 106

5.3. Description du processus permettant l'établissement du covariogramme (a) Champ de déformation axiale obtenu sur une microstructure unimodale (b) Champ de déformation axiale seuillé à sa moyenne (c) covariogramme associé et isovaleurs correspondantes. La direction de traction est verticale. 107

5.4. Illustration du processus de classification grâce aux K-moyennes des réponses par élément (en termes de déformation et de contrainte axiale) dans un polycristal bimodal à un CG central sollicité en traction. (a,d) distributions des valeurs, (b) leur représentation en nuage de points dans un diagramme déformation - contrainte et (c) répartition spatiale des 2 classes au sein de la microstructure, en respectant le code couleur de (b). 109

5.5. (a) Analyse du comportement en traction monotone d'un polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (polycristaux respectivement présentés en figures 5.1d et 5.1e) : (a) courbes de traction macroscopiques, (b,c) variance ($\overline{\mu}^2$) et asymétrie ($\overline{\mu}^3$) des contraintes axiales locales. Les grandeurs représentées sont issues de chaque polycristal dans leur globalité et pour chaque population de tailles de grains (en jaune et en violet) pour le polycristal bimodal. 112
5.6. Exemple de boîte à moustaches : la boîte et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles sont représentés par des points bleus aux extrimités des moustaches. 113
5.7. Boîtes à moustaches établies grâce aux distributions de contrainte axiale au sein des deux polycristaux d'étude (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) en distinguant les populations de tailles de grains au sein du polycristal bimodal. Les niveaux de déformations représentés par les boîtes à moustaches sont de haut en bas égaux à $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,24\%$ et $0,33\%$. 114
5.8. Analyse de la localisation de déformation axiale sur le polycristal unimodal (U)FG et son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e). (a,c) Champs seuillés à la valeur de déformation imposée ($\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,72\%$). (c,d) Covariogrammes associés (établis à partir des valeurs supérieures au seuil) avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs $0,4$. La direction de traction est verticale. 115
5.9. Analyse de la localisation de contrainte axiale sur le polycristal unimodal (U)FG et son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e). (a,c) Champs seuillés à leur valeur de contrainte moyenne à $0,31\%$ de déformation imposée. (c,d) Covariogrammes associés (établis à partir des valeurs supérieures au seuil) avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs $0,5$. La direction de traction est verticale. 117
5.10. Classifications en 2 (a,b) et 3 classes (c,d) des éléments du polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) sur la base de leur état de contrainte et déformation axiale pour une traction à $0,31\%$, d'après la méthode des K-médianes. La direction de traction est verticale. 118
5.11. Classifications en 2 (a,b) et 3 classes (c,d) des éléments du polycristal unimodal (U)FG et de son correspondant bimodal à un CG central (*cf.* figures 5.1d et 5.1e) sur la base de leur état de contrainte et déformation axiale pour une traction à $0,72\%$, d'après la méthode des K-médianes. La direction de traction est verticale. 119

6.1. Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de deux polycristaux unimodaux (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) jusqu'à 5% de déformation totale. 125
6.2. Champs de déformation axiale à $\langle\varepsilon^p_{33}\rangle = 0,01$ d'un polycristal (a) (U)FG, (b) CG et (c) distribution associées. La direction de traction est verticale. 126
6.3. Champs de contrainte axiale à $\langle\varepsilon^p_{33}\rangle = 0,01$ d'un polycristal (a) (U)FG, (b) CG et (c) distributions associées. La direction de traction est verticale. 127

6.4. Champs d'activation des systèmes de glissement au sein d'un polycristal unimodal CG pour une déformation plastique globale de $\langle \varepsilon_{33}^{p} \rangle = 1\%$. Activation des systèmes de glissement au sein des éléments pour différents seuils appliqués sur (a,c,e) le glissement plastique γ^s et (b,d,f) la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. La direction de traction est verticale. 129

6.5. Champs d'activation des systèmes de glissement au sein d'un polycristal unimodal CG pour différentes déformations macroscopiques (a,b) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,25\%$ (c,d) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,5\%$ et (e,f) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 1\%$. Activation des systèmes de glissement au sein des éléments sur la base des critères en γ^s ou $\dot{\gamma}^s$ avec des seuils de 5×10^{-3} et 1×10^{-4} respectivement. La direction de traction est verticale. 130

6.6. (a) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle v \rangle$), en fonction de la déformation axiale imposée. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. 133

6.7. Microstructures bimodales à un CG central retenues pour l'analyse de l'effet de la fraction volumique de CG. 134

6.8. Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de 3 polycristaux bimodaux à un CG central à différentes fractions volumiques de CG ($19,67\%$,$12,56\%$ et $8,73\%$), et dont les populations de tailles de grains (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) correspondent aux tailles de grains moyennes des deux polycristaux unimodaux. 135

6.9. Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale moyennées par population de tailles de grain s(a) (U)FG et (b) CG, au sein de différents polycristaux bimodaux à un CG central. Ces comportements par population de tailles de grains sont également comparés à leur homologue unimodal respectif. 136

6.10. Distributions de contrainte axiale au sein des (a) matrices (U)FG et (b) des CG provenant de différents polycristaux bimodaux à un CG central. Déformation plastique globale de 1% pour tous les échantillons considérés. 137

6.11. Moments de la distribution de contrainte axiale au sein de la matrice (U)FG : (a) variance et (b) asymétrie. A titre de comparaison, les moments des distributions des polycristaux unimodaux (U)FG et CG sont également renseignées. 138

6.12. Champs de déformation axiale au sein du polycristal $Bi-1CG-f13$ pour deux niveaux de déformation imposée. La direction de traction est verticale. 139

6.13. Champs de contraintes (a,b) axiale, (c,d) transverse et (e,f) de cisaillement au sein du polycristal $Bi-1CG-f13$. Les champs présentent une double échelle pour permettre la visualisation des phénomènes apparaissant respectivement dans la matrice (U)FG ou dans le CG. La direction de traction est verticale. . . . 140

6.14. Nombre de systèmes de glissement actifs au sein du polycristal $Bi-1CG-f13$ à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. L'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale. 144

6.15. (a) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle\nu\rangle$), en fonction de la déformation axiale imposée. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. 145

6.16. Microstructures bimodales à 9 CG dans une configuration (a) isolée ou (b) partiellement agrégée. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG. 146

6.17. Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale de polycristaux bimodaux à 9 CG partiellement agrégés ou isolés. Les populations de tailles de grains (U)FG ($d = 0,5\,\mu$m) et CG ($d = 5\,\mu$m) correspondent aux tailles de grains moyennes des deux polycristaux unimodaux. 147

6.18. (a,b,c,d) Champs de déformation axiale d'un polycristal bimodal à 9 CG en configuration (a,b) isolée et (c,d) partiellement agrégée. (e,f) Distributions de déformation axiale distinguant les valeurs de la matrice (U)FG et des CG. La direction de traction est verticale. 151

6.19. (a,b,c,d) Champs de contrainte axiale d'un polycristal bimodal à 9 CG en configuration (a,b) isolée et (c,d) partiellement agrégée. (e,f) Distributions de contrainte axiale distinguant les valeurs de la matrice (U)FG et des CG. La direction de traction est verticale. 152

6.20. Evolution de la contrainte axiale en fonction de la déformation axiale moyennées par population de tailles de grains (a) (U)FG et (b) CG, au sein des polycristaux à 9 CG. Les résultats obtenus peuvent être comparés à ceux obtenus dans deux polycristaux bimodaux à 1 CG central et dans les polycristaux unimodaux homologues. 153

6.21. Moments des distributions de contrainte axiale au sein de la matrice (U)FG : (a) variance et (b) asymétrie. A titre de comparaison, les moments des distributions des polycristaux unimodaux (U)FG et CG figurent également. 155

6.22. Représentation en ellipses des variabilités de déformation et contrainte axiale observées au sein de chaque CG d'un polycristal bimodal (a) à 9 CG isolés et (b) à 9 CG partiellement agrégés, à une déformation imposée de $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 2\%$. Les deux axes des ellipses correspondent aux composantes principales des contraintes et des déformations axiales des éléments, déterminés par ACP. 156

6.23. Champs d'activation des systèmes de glissement au sein de la microstructure à 9 CG isolés à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. Pour les différents champs, l'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale. 158

6.24. Champs d'activation des systèmes de glissement au sein de la microstructure à 9 CG partiellement agrégés à différentes déformations imposées (a,b) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,005$, (c,d) $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,01$ et $\langle\varepsilon_{33}\rangle = 0,02$. Pour les différents champs, l'activation d'un système de glissement repose sur le critère (a,c,e) de glissement plastique γ^s ou (b,d,f) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale. . 159

6.25. (a,c) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle v\rangle$). Observations faites (a,b) dans la matrice (U)FG et (c,d) au sein des CG. Ces comportements sont comparés à leur homologue unimodal. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. 161

7.1. Microstructures composés de 4 CG retenues pour l'étude du contraste de tailles de grains. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG. 167

7.2. Comportements en traction monotone des microstructures à 4 CG isolés avec différentes contrastes de tailles de grains, comparés à celui du polycristal unimodal (U)FG($d = 0,5\,\mu$m). 168

7.3. Comportements des microstructures à 4 CG isolés avec différents contrastes de tailles de grains, moyennés par population de tailles de grains (a) population (U)FG et (b) population CG. 169

7.4. (a,b,c) Champs de déformation axiale pour les microstructures à 4 CG et et à contrastes de tailles de grains différents (a) $\mathcal{R} = 5$, (b) $\mathcal{R} = 15$ et (c) $\mathcal{R} = 25$. (d) Distribution de déformation axiale au sein des matrices (U)FG. La direction de traction est verticale. 170

7.5. (a,b,c) Champs de contrainte axiale pour les microstructures à 4 CG et et à contrastes de tailles de grains différents (a) $\mathcal{R} = 5$, (b) $\mathcal{R} = 15$ et (c) $\mathcal{R} = 25$. (d) Distributions des contraintes axiales au sein des matrices (U)FG. La direction de traction est verticale. 172

7.6. Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil de la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$ sur les microstructures à 4 CG et à différents contrastes de taille de grains : (a,b,c) $\mathcal{R} = 5$, (d,e,f) $\mathcal{R} = 15$. Différentes déformations imposées sont considérées : (a,d,g) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,0025$, (b,e,h) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$ et (c,f,i) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,01$. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. La direction de traction est verticale. 174

7.7. (a,c) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d) Nombre moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle \nu \rangle$). Observations faites (a,b) dans la matrice (U)FG et le polycristal unimodal (U)FG et (c,d) au sein des CG. L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. 176

7.8. Comportements macroscopiques en contrainte et déformation équivalente d'un polycristal unimodal soumis à trois chargements différents : traction uniaxiale, traction biaxiale et cisaillement. 178

7.9. Champs de déformations équivalentes à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ d'un polycristal unimodal (U)FG soumis à différents chargements (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. (d) Distributions des valeurs de déformations équivalentes associées aux champs présentés. 179

7.10. Champs de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ d'un polycristal unimodal (U)FG soumis à différents chargements (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. (d) Distributions des valeurs de contraintes équivalentes associées aux champs présentés. 180

7.11. Influence de la zone d'intérêt pour un polycristal unimodal (U)FG soumis à une sollicitation de cisaillement. (a) Zone d'intérêt représentée sur un champ de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$, (b) distributions de contrainte équivalente au même niveau de déformation équivalente moyenne et (c) comportements macroscopiques en contrainte et déformation équivalente des zones d'intérêt. 181

7.12. Evolution des contraintes équivalentes en fonction des déformations équivalentes de polycristaux uni- et bi-modaux soumis à (a) une traction verticale, (b) une traction biaxiale et (c) un cisaillement. Ces résultats sont obtenus en moyennant les contraintes et les déformations équivalentes sur l'ensemble des microstructures. 182

7.13. Champs de déformation équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ du polycristal (a,b,c) $Bi-9CG-f29$ et (d,e,f) $Bi-9CG-f16$ soumis à différents chargements et (g,h,j) distributions de déformation équivalente associées. Résultats relatifs à une sollicitation de (a,d,g) traction verticale, (b,e,h) traction biaxiale et (c,f,j) cisaillement. 183

7.14. Champs de contrainte équivalente à $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$ du polycristal (a,b,c) $Bi-9CG-f29$ et (d,e,f) $Bi-9CG-f16$ soumis à différents chargements et (g,h,j) distributions des valeurs de contraintes équivalentes. Résultats relatifs à une sollicitation de (a,d,g) traction verticale, (b,e,h) traction biaxiale et (c,f,j) cisaillement. 185

7.15. Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil portant sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces champs représentent la microstructure à 9 CG isolés à différentes déformations équivalentes totales (a,b,c) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,0025$, (d,e,f) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,005$ et (g,h,i) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$. La microstructure est soumise à différents chargements (a,d,g) une traction verticale, (b,e,h) une traction biaxiale et (c,f,i) un cisaillement. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. 187

7.16. Champs d'activation des systèmes de glissement dépassant la valeur seuil portant sur la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces champs représentent la microstructure à 9 CG partiellement agrégés à différentes déformations équivalentes totales (a,b,c) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,0025$, (d,e,f) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,005$ et (g,h,i) $\langle \varepsilon_{mises} \rangle = 0,01$. La microstructure est soumise à différents chargements (a,d,g) une traction verticale, (b,e,h) une traction biaxiale et (c,f,i) un cisaillement. Le choix du critère permet également de calculer une fraction élastique, renseignée pour chaque population de tailles de grains par la variable η. 189

7.17. (a,c,e) Fraction volumique des éléments considérés comme élastiques (η). (b,d,f) nombres moyen de systèmes de glissement actifs au sein des éléments considérés comme plastiques ($\langle v \rangle$). L'activation des systèmes de glissement repose sur les critères de glissement plastique γ^s et de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la microstructure mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement. 191

8.1. Evolutions de la déformation (a,c) et de la contrainte axiale moyenne (b,d) dans la matrice (U)FG (a,b) et dans les CG (c,d), en fonction de la fraction volumique de CG, à 3 niveaux de déformation imposée différents. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets en jaune, en violet et en bleu les données des polycristaux bimodaux complexes. 196

8.2. (a) Sélection de certains grains au sein de la matrice (U)FG du polycristal $Bi-1CG-f20$ décrit par leur comportement (a) axial, (b) transverse, (c) en cisaillement et (d) en contrainte/déformation équivalente au sens de Von Mises. La direction de traction est verticale. 198

8.3. (b) Valeurs de contraintes axiales mesurées à différentes distances du CG central représentées en (a). A titre de comparaison, le comportement de la matrice (U)FG du polycristal unimodal (U)FG (cercle bleu) figurent également. En (c), évolution de la contrainte minimale (dans le canal de basse contrainte) en fonction de la déformation imposée. En (d), position de la contrainte minimale (donnée par l'angle θ) en fonction de la déformation imposée. La direction de traction est verticale. 201

8.4. (a,b) Champs de contrainte axiale normalisée (a) d'un polycristal unimodal et (b) d'un polycristal bimodal à un CG central. La normalisation est effectuée selon l'expression de l'équation 8.1. (c) Distributions de contrainte axiale normalisée au sein de la matrice (U)FG. La direction de traction est verticale. 203

8.5. Illustration de la quantification des effets de souscontrainte et de surcontrainte dans un polycristal bimodal (en rouge) par rapport à son homologue unimodal (en bleu) : les aires des surfaces en jaune et en violet permettent de mesurer la portée de ces phénomènes respectifs. 204

8.6. Evolution des phénomènes de réduction de contrainte au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité. 205

8.7. (a,c) Champs de contrainte pseudo-binarisés à partir des champs normalisés par les comportements des polycristaux unimodaux (les valeurs élevées sont en gris foncé) et (b,d) covariogrammes établis sur ces champs pseudo-binarisés avec, en blanc, la courbe d'isovaleurs $0,4$. $\overline{L}_{\sigma_{33}}$ définit la largeur des canaux de basse contrainte à l'isovaleur $0,4$. La direction de traction est verticale. 207

8.8. Quantification et évolution des phénomènes de réduction de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la fraction volumique de CG, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets les données des polycristaux bimodaux complexes (à 9 CG). 208

8.9. Quantification et évolution des phénomènes de réduction de contrainte au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux, pour différents contrastes de tailles de grains, en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$. 210

8.10. Evolution des phénomènes de réduction de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée $f_{\sigma_{33}}$ et (b) leur intensité $\langle I \rangle_{\sigma_{33}}$. Les lignes continues représentent l'interpolation (degré 3) à partir des données des polycristaux bimodaux simplifiés et les points discrets les données des polycristaux bimodaux complexes. 211

8.11. Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité. 213

8.12. Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contrainte observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la fraction volumique de CG, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité. 215

8.13. Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux, pour différents contrastes de tailles de grains, en fonction de la déformation axiale. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité. 216

8.14. Quantification et évolution des phénomènes de concentration de contraintes observés au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de $d_{CG}^{-1/2}$, et ce, pour différents niveaux de déformation. Ces phénomènes sont quantifiés par (a) la fraction volumique de la matrice (U)FG impactée et (b) leur intensité. 217

8.15. Champs pseudo-binarisés de (a) déformation axiale et (b) de contrainte axiale du polycristal $Bi{-}1CG{-}f13$ à 0,5% de déformation. Les valeurs élevées sont en gris foncé. La direction de traction est verticale. 218

8.16. Evolution de la similarité des phénomènes de réduction de contrainte déterminée par covariogrammes entre les champs de contrainte et déformations normalisés. 219

8.17. Champs représentant la déformation imposée à partir de laquelle la première activité plastique est détectée dans 3 microstructures bimodales : (a,b) $Bi{-}1CG{-}f13$, (d,c) $Bi{-}9CG{-}f16$ et (e,f) $Bi{-}9CG{-}f29$ selon les deux critères d'activation du glissement (a,c,e) γ^s et (b,d,f) $\dot{\gamma}^s$. 220

8.18. Boîtes à moustaches permettant de résumer les distributions des niveaux de déformation auxquels sont observés les premières activations des systèmes de glissement en s'appuyant sur le critère (a) de glissement plastique γ^s ou (b) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Les boîtes et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles (en bleu) représentés avec leurs couleurs dédiées. 223

8.19. Evolution des phénomènes de réduction des contraintes équivalentes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux en fonction de la déformation équivalente. Ces phénomènes sont quantifiés par la (a,c,e) fraction de la matrice (U)FG impactée et (b,d,f) leur intensité. Les groupes de microstructures sont soumis à différents chargements (a,b) une traction verticale, (c,d) une traction biaxiale et (e,f) un cisaillement. Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la matrice (U)FG mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement. 227

8.20. Evolution des phénomènes de réduction des contraintes équivalentes au sein des matrices (U)FG de polycristaux bimodaux soumis à trois chargement différents (une traction verticale, une traction biaxiale et un cisaillement) : (a,b) $Bi-9CG-f16$, (c,d) $Bi-9CG-f29$. Ces phénomènes sont quantifiés par la (a,c) fraction de la matrice (U)FG impactée et (b,d) leur intensité. 228

8.21. Boîtes à moustaches permettant de résumer les distributions des niveaux de déformation équivalente auxquels sont observés les premières activation des systèmes de glissement basé sur le critère (a) de glissement plastique γ^s ou (b) de vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}^s$. Les boîtes et les moustaches s'étendent respectivement de 25% à 75% et de 5% à 95% de la distribution. La médiane, la moyenne ainsi que les quatre premiers et derniers centiles (en bleu). Ces résultats sont obtenus, pour les tractions uni- et bi-axiale sur l'ensemble de la microstructure mais uniquement dans la zone d'intérêt pour le cisaillement. . 231

9.1. Champs de (a,b) de contrainte axiale et (c,d) de déformation axiale de deux polycristaux bimodaux à un CG central 3D se différenciant par la fration volumique de CG. La direction de traction est verticale. 241

9.2. Exemples de microstructures d'analyses destinées à l'analyse de l'interaction entre CG en explorant un espace représentatif de toutes les positions relatives possibles de 2 CG dans une matrice (U)FG. 242

9.3. Microstructures bimodales expérimentales (a) hétérogènes et (b) harmoniques. Figures tirées des travaux de Z. Zhang *et al.* [119]. 243

9.4. Champs de (a,b) de contrainte axiale et (c,d) de déformation axiale de deux polycristaux à large distribution de tailles de grains. Soumis à un une traction (direction verticale). Leur microstructure s'approchent des cas dits « harmoniques » et mettent en évidence le contrôle qui est opéré sur le gradient de taille entre l'agrégat centrale et la matrice (U)FG. 244

9.5. Exemples de caractéristiques pouvant être ajoutées aux microstructures (a) joints de grains, (b) macles, (c) variation de l'orientation cristallographique dans un grain et (d) contrôle de la texture. 245

A.1. Mesure du taux d'agrégation dans trois microstructures bimodales à 5 CG se différenciant par la distribution spatiale des CG : (a) dont 3 sont clustérisés et 2 isolés (b) dont 4 sont sous forme de deux agrégats et le dernier isolé (c) qui sont répartis au sein d'un agrégat de 3 CG et un agrégat de 2 CG. 284

A.2. Microstructures à un CG central (a) avec un contraste de taille $\mathcal{R}$ égal à 5 et une fraction volumique égale à $8,7$ et (b) avec un contraste de taille $\mathcal{R}$ égal à 10 et une fraction volumique égale à 34.9 et (c) statistiques des résultats des deux algorithmes de tortuosité sur 500 itérations et appliqués aux deux microstructures. Pour chaque microstructure sont représentés en bleu les chemins déterminés grâce à l'algorithme itératif et en rouge ceux déterminés grâce à l'algorithme de Djikstra, les chemins les plus courts sont représentés avec le même code couleur mais en pointillé. 287

A.3. (a,f) Distributions de la déformation axiale présentant en noir, la distribution des valeurs moyennées par élément, en bleu, la distribution des valeurs obtenues grâce à la méthode 1 et en rouge, la distribution de celles obtenues par la méthode 2 pour deux échantillonnages différents (a,b,c,d,e) 101 et (f,g,h,i,j) 301. Champs de déformation axiale restructurés par (b,g) la méthode 1 et (d,i) la méthode 2, puis tous seuillés à la déformation imposée (déformation axiale moyenne). Covariogrammes établis grâce à (c,h) la méthode 1 et (e,j) la méthode 2 290

A.4. (a,b,c,g et h)Présentation des nuages de points et (d,e,f,i et j) Répartition spatiale des classes obtenues grâce aux K-moyennes en imposant deux classes, en utilisant la distance euclidienne et différentes méthodes de standardisation de données : (a,d) données brutes, (b,e) données standardisées (*cf.* équation A.11), (c,f) données normalisées (*cf.* équation A.12), (g,i) données décorrélées (*cf.* équation A.13) et (h,j) données blanchies (*cf.* équation A.14). 294

A.5. (a,b,c,g et h) Présentation des nuages de points et (d,e,f,i et j) Répartition spatiale des classes obtenues grâce aux K-moyennes en imposant deux classes, en standardisant les données brutes et en utilisant différentes notions de distance : (a,d) distance de Manhattan (*cf.* équation A.16), (b,e) distance euclidienne (*cf.* équation A.15), (c,f) distance de Mahalanobis (*cf.* équation A.18), (g,i) distance de Minkowski avec $p = 0.5$ (*cf.* équation A.17) et (h,j) distance de Minkowski avec $p = \infty$ (*cf.* équation A.17). 296

A.6. Comparaison des différents indices de qualité ainsi que du nombre de classe optimal par optimisation dudit critère : (a) Index de Dunn I_D^K maximal pour $K = 2$ classes, (b) index de Davies–Bouldin $I_D^K B$ minimal pour $K = 7$ classes et (c) coefficient de silhouette moyenné par classe $\overline{S_k^K}$ 299

A.7. Champs d'activation des systèmes de glissement basés sur trois vitesses de glissement différentes : (a,b,c,d) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-5}$, (e,f,g,h) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-4}$ et (i,j,k,l) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-3}$. Critère appliqué à deux microstructures unimodales (a,b,e,f,i,j) (U)FG et (c,d,g,h,k,l) CG à deux déformations imposées différentes (a,c,e,g,i,k) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 5 \times 10^{-3}$ et (b,d,f,h,j,l) et $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 4 \times 10^{-2}$. 306

A.8. Champs d'activation des systèmes de glissement basés sur trois quantités de glissement différentes : (a,b,c,d) $\gamma = 5 \times 10^{-4}$, (e,f,g,h) $\gamma = 5 \times 10^{-3}$ et (i,j,k,l) $\gamma = 5 \times 10^{-2}$. Critère appliqué à deux microstructures unimodales (a,b,e,f,i,j) (U)FG et (c,d,g,h,k,l) CG à deux déformations imposées différentes (a,c,e,g,i,k) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 5 \times 10^{-3}$ et (b,d,f,h,j,l) et $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 4 \times 10^{-2}$. 307

Liste des tableaux

2.1. Liste des 12 systèmes de glissement, au sein d'un cristal CFC, donnés selon la convention de Schmid-Boas [29]. 14
2.2. Matrice d'interaction h^{su} pour une structure CFC issue de [161]. 50
2.3. Coefficients d'interactions entre systèmes de glissements des matériaux CFC issus de la littérature. 51

3.1. D_{10}, D_{50}, D_{90} et Span des distributions granulométriques obtenues par granulométrie laser des différentes poudres commerciales dispersées dans l'éthanol et l'isopropanol. Les valeurs sont obtenues grâce à trois mesures successives, excepté pour les valeurs indiquées par un $*$ qui portent seulement sur deux mesures. 64
3.2. Conditions de broyage d'après [110]. 66
3.3. Condition de frittage SPS d'après [110]. 67
3.4. Densité, dureté et tailles de grains des échantillons frittés à partir des poudres commerciales. 70
3.5. Densité, dureté et tailles de grains des échantillons unimodaux issus des différentes voies d'amélioration du processus d'élaboration. 73
3.6. Densité, dureté et tailles de grains des échantillons bimodaux. 73
3.7. Paramètres et résultats de caractérisation des divers échantillons unimodaux en lien avec les différentes voies d'amélioration. 80

4.1. Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains. 96
4.2. Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec un effet de distance aux joints de grains. 97
4.3. Conditions aux limites appliquées aux microstructures 2D-extrudées pour les différents chargements. 98

6.1. Polycristaux uni- et bi-modaux analysés au cours de ce chapitre et du suivant et leurs paramètres associés. 124
6.2. Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de déformation axiale des polycristaux bimodaux à 9 CG. 148
6.3. Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte axiale des polycristaux bimodaux à 9 CG. 149

7.1. Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de déformation axiale des polycristaux bimodaux à 4 CG isolés à $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$. 171
7.2. Valeurs limites définissant les 1er et 99e centiles des distributions de contrainte axiale des polycristaux bimodaux à 4 CG isolés à $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 0,005$. 171

8.1. Polycristaux bimodaux à un CG central analysés et à 4 CG présentant différents contrastes de tailles de grains. 194

A.1. Ensemble de microstructures dédié à l'étude de l'influence de l'orientation cristallographique et de la texture. 300
A.2. Polycristaux uni- et bi-modaux à un CG central 3D ayant fait l'objet de simulations. 301
A.3. Groupe de 16 polycristaux obtenus pour toutes les configurations de microstructures à maillage commun pour 4 CG. 301
A.4. Polycristaux 2D-extrudés et 3D utilisés pour étudier l'influence de la sollicitation.301
A.5. Polycristaux unimodaux 2D-extrudés pour l'influence du paramètre de longueur interne sur les mécanismes de déformation. 302
A.6. Groupe de 25 polycristaux dont la position d'un CG varie pour étudier l'influence des positions relatives sur les motifs de localisation et les phénomènes de réduction de contrainte. 302
A.7. Différentes configurations de modifications du comportement mécanique testées. 303
A.8. Polycristaux 2D-extrudés uni- et bi-modaux présentés dans ce manuscrit et second groupe de microstructures à facteur d'échelle. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG, la tortuosité moyenne dans les directions x et z, son asymétrie et son kurtosis (obtenu à partir de l'algorithme de Djikstra). 304

Bibliographie

[1] E.O. Hall. The deformation and ageing of mild steel : III discussion of results. *Proc. Phys. Soc. Section B*, 64(9) :747–753, 1951. 1, 4, 22

[2] N.J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.*, 173 :25–27, 1953. 1, 4, 22

[3] X. Feaugas and H. Haddou. Grain-size effects on tensile behavior of nickel and AISI 316L stainless steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 34(10) :2329–2340, 2003. 1, 4, 93

[4] M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson. Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Prog. Mater. Sci.*, 51(4) :427–556, 2006. 25

[5] D.J. Dunstan and A.J. Bushby. Grain size dependence of the strength of metals : The hall-petch effect does not scale as the inverse square root of grain size. *International Journal of Plasticity*, 53 :56 – 65, 2014. 1, 4

[6] R. L. Coble. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. *Journal of Applied Physics*, 34(6) :1679–1682, 1963. 1, 4, 22

[7] L. Lu. Ultrahigh strength and high electrical conductivity in copper. *Science*, 304(5669) :422–426, 2004. 1, 2, 4, 26

[8] E. Hug, R. Prasath Babu, I. Monnet, A. Etienne, F. Moisy, V. Pralong, N. Enikeev, M. Abramova, X. Sauvage, and B. Radiguet. Impact of the nanostructuration on the corrosion resistance and hardness of irradiated 316 austenitic stainless steels. *Applied Surface Science*, 392 :1026–1035, 2017. 1, 4, 71

[9] A. Etienne, B. Radiguet, N.J. Cunningham, G.R. Odette, R. Valiev, and P. Pareige. Comparison of radiation-induced segregation in ultrafine-grained and conventional 316 austenitic stainless steels. *Ultramicroscopy*, 111(6) :659 – 663, 2011. Special Issue : 52nd International Field Emission Symposium. 1, 4

[10] B. Radiguet, A. Etienne, P. Pareige, X. Sauvage, and R.Z. Valiev. Irradiation behavior of nanostructured 316 austenitic stainless steel. *Journal of Material Science*, 43 :7338–7343, 2008. 1, 4

[11] S. Cheng, Y.H. Zhao, Y.T. Zhu, and E. Ma. Optimizing the strength and ductility of fine structured 2024 Al alloy by nano-precipitation. *Acta Mater.*, 55(17) :5822–5832, 2007. 2, 4, 26

[12] K.S Kumar, H Van Swygenhoven, and S Suresh. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys11the golden jubilee issue—selected topics in materials science and engineering : Past, present and future, edited by s. suresh. *Acta Materialia*, 51(19) :5743–5774, 2003. The Golden Jubilee Issue. Selected topics in Materials Science and Engineering : Past, Present and Future. 2, 4, 22, 23, 246

[13] A.F. Zimmerman, G. Palumbo, K.T. Aust, and U. Erb. Mechanical properties of nickel silicon carbide nanocomposites. *Materials Science and Engineering : A*, 328(1) :137–146, 2002. 2, 4

[14] M. Delincé, Y. Bréchet, J.D. Embury, M.G.D. Geers, P.J. Jacques, and T. Pardoen. Structure–property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructure-based strain hardening model. *Acta Mater.*, 55(7) :2337–2350, 2007. 2, 4

[15] G. Dirras, J. Gubicza, S. Ramtani, Q.H. Bui, and T. Szilàgyi. Microstructure and mechanical characteristics of bulk polycrystalline Ni consolidated from blends of powders with different particle size. *Mater. Sci. Engng A*, 527(4-5) :1206–1214, 2010. 2, 4, 38

[16] Z. Zhang, S.K. Vajpai, D. Orlov, and K. Ameyama. Improvement of mechanical properties in SUS304L steel through the control of bimodal microstructure characteristics. *Mater. Sci. Engng A*, 598 :106–113, 2014.

[17] B. Flipon, C. Keller, L. Garcia de la Cruz, E. Hug, and F. Barbe. Tensile properties of spark plasma sintered AISI 316L stainless steel with unimodal and bimodal grain size distributions. *Mater. Sci. Engng A*, 729 :249–256, 2018. 2, 4, 145, 166

[18] S.K. Vajpai, M. Ota, T. Watanabe, R. Maeda, T. Sekiguchi, T. Kusaka, and K. Ameyama. The development of high performance Ti-6Al-4V alloy via a unique microstructural design with bimodal grain size distribution. *Metall. Mater. Trans. A*, 46(2) :903–914, 2015. 2, 4, 38

[19] S. Berbenni, V. Favier, and M. Berveiller. Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *Int. J. Plasticity*, 23(1) :114–142, 2007. 2, 5, 48, 51, 52, 56, 59, 93, 123, 165

[20] B. Flipon, C. Keller, R. Quey, and F. Barbe. A full-field crystal-plasticity analysis of bimodal polycrystals. *Int. J. Solids Struct.*, 184 :178–192, 2020. 2, 5, 44, 87, 88, 92, 123, 249

[21] B. Flipon. *Alliages à grains ultrafins et bimodaux : approche couplée expérience-modélisation basée sur la microstructure*. PhD thesis, Normandie Université, 2018. 2, 5, 31, 37, 38, 42, 47, 53, 54, 57, 59, 61, 65, 71, 78, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 145, 163, 164, 247, 248, 250

[22] R. A. Dunlap. Crystalline structure. In *Novel Microstructures for Solids*, 2053-2571, pages 1–1 to 1–14. Morgan & Claypool Publishers, 2018. 8

[23] G. Dieter. *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill Inc., 2nde edition, 1976. 9, 17, 246

[24] I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, and Y.I. Chumlyakov. Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen. *Acta Mater.*, 49(19) :3919–3933, 2001. 10

[25] P. Guiraldenq. Diffusion dans les métaux. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m55), 1994. 10, 12, 13

[26] E. Dornberger. *Prediction of OSF Ring Dynamics and Grown-in Voids in Czochralski Silicon Crystals*. PhD thesis, 1997. 11, 246

[27] G. Saada. État métallique déformation plastique. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m45), 2017. 11, 12

[28] F. Hadj-Larbi, B. Alili, D. Bradai, A.-L. Helbert, and T. Baudin. Technique ecap aspects théoriques et applicatifs. (ref. article : m3045), 2018. 12, 27

[29] E. Schmid and W. Boas. *Kristallplastizität*. Springer, Berlin, Heidelberg, 1935. 14, 261

[30] E. Schmid and W. Boas. *Plasticity of crystals*. F.A. Hughes & Co. Limited, 1950. 14, 15, 246

[31] B. Jaoul. *Étude de la plasticité et application aux métaux*. Dunod, 1965. 16

[32] J. Gil Sevillano. *Material Science and Technology*, volume 6, chapter Flow Stress and Work Hardening, pages 19–88. VCH Publishers Inc., 1993. 16

[33] J.-H. Schmitt and T. Iung. Durcissement des alliages métalliques impact de la microstructure sur la déformation plastique. *Techniques de l'ingénieur Méthodes de caractérisation et d'analyse des métaux et alliages*, base documentaire : TIB532DUO.(ref. article : m4340), 2016. 16, 19, 20, 21

[34] P. Franciosi and A. Zaoui. Multislip in f.c.c. crystals a theoretical approach compared with experimental data. *Acta Metallurgica*, 30(8) :1627–1637, 1982. 17, 246

[35] C.-H. Novion and D. Lesueur. L'état métallique propriétés atomiques. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m35), 1979. 17, 21

[36] M.F. Ashby. The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil. Mag.*, 21(170) :399–424, 1970. 18, 246

[37] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*. Hermès, 2nde edition, 1995. 18

[38] H. Mecking. *Work Hardening in Tension and Fatigue*, chapter Description of hardening curves of fcc single and polycrystals, pages 66–88. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1977. 18, 19, 246

[39] X. Feaugas. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K : back stress, effective stress. *Acta Materialia*, 47(13) :3617 – 3632, 1999. 18

[40] B. Wu, C. Myant, and S. Weider. The value of additive manufacturing : future opportunities, 09 2017. 20, 246

[41] M. Fivel and S. Forest. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m4016), 2004. 21

[42] R. Armstrong, I. Codd, R. M. Douthwaite, and N. J. Petch. The plastic deformation of polycrystalline aggregates. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 7(73) :45–58, 1962. 22

[43] N. Hansen. Hall–petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia*, 51(8) :801–806, 2004. Viewpoint set no. 35. Metals and alloys with a structural scale from the micrometer to the atomic dimensions. 22

[44] R. W. Armstrong. Engineering science aspects of the hall–petch relation. *Acta Materialia*, 225(4) :1013–1028, 2014. 22

[45] F. A. Mohamed. *Mechanical Properties of Nanocrystalline Metals*, pages 1926–1937. Springer Netherlands, Dordrecht, 2016. 22

[46] C.A. Schuh, T.G. Nieh, and H. Iwasaki. The effect of solid solution w additions on the mechanical properties of nanocrystalline ni. *Acta Materialia*, 51(2) :431–443, 2003. 22

[47] R.A. Masumura, P.M. Hazzledine, and C.S. Pande. Yield stress of fine grained materials. *Acta Materialia*, 46(13) :4527–4534, 1998. 22

[48] C.S. Pande and K.P. Cooper. Nanomechanics of hall–petch relationship in nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 54(6) :689–706, 2009.

[49] S.S. Quek, Z.H. Chooi, Z. Wu, Y.W Zhang, and D. J. Srolovitz. The inverse hall–petch relation in nanocrystalline metals : A discrete dislocation dynamics analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 88 :252–266, 2016. 22

[50] H. Gleiter. Nanocrystalline materials. *Prog. Mater. Sci.*, 33(4) :223–315, 1989. 23, 25, 33

[51] G. Sakai, Z. Horita, and T. G. Langdon. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering : A*, 393(1) :344–351, 2005. 23, 29, 247

[52] Y. Harai, M. Kai, K. Kaneko, Z. Horita, and T. G. Langdon. Microstructural and mechanical characteristics of az61 magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Transactions*, 49(1) :76–83, 2008. 23

[53] G. Saada. Hall–petch revisited. *Materials Science and Engineering : A*, 400-401 :146–149, 2005. Dislocations 2004. 23

[54] D. Francois. Propriétés mécaniques des matériaux nanostructurés. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m4029), 2010. 23, 25, 28

[55] D. Jia, K.T. Ramesh, and E. Ma. Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron. *Acta Materialia*, 51(12) :3495–3509, 2003. 23, 24, 247

[56] F. Dalla Torre, H. Van Swygenhoven, and M. Victoria. Nanocrystalline electrodeposited ni : microstructure and tensile properties. *Acta Materialia*, 50(15) :3957–3970, 2002. 24

[57] R. Z. Valiev, I. V. Alexandrov, Y. T. Zhu, and T. C. Lowe. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation. *Journal of Materials Research*, 17(1) :5–8, 2002. 24

[58] S. Cheng, J.A. Spencer, and W.W. Milligan. Strength and tension/compression asymmetry in nanostructured and ultrafine-grain metals. *Acta Materialia*, 51(15) :4505–4518, 2003. 24, 25, 247

[59] A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen. Failure of metals III : Fracture and fatigue of nanostructured metallic materials. *Acta Mater.*, 107 :508–544, 2016. 25, 26, 247

[60] C.C Koch. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Materialia*, 49(7) :657–662, 2003. Viewpoint Set No. 31. Mechanical Properties of Fully Dense Nanocrystalline Metals. 25, 247

[61] E. Ma. Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals. *Scripta Materialia*, 49(7) :663 – 668, 2003. 25

[62] Y.T. Zhu and X. Liao. Retaining ductility. *Nature Materials*, 3(6) :351–352, 2004. 25

[63] A. Di Schino and J.M. Kenny. Grain size dependence of the fatigue behaviour of a ultrafine-grained AISI 304 stainless steel. *Mater. Lett.*, 57(21) :3182–3185, 2003. 27

[64] Y. Ma, J.-E. Jin, and Y.-K. Lee. A repetitive thermomechanical process to produce nanocrystalline in a metastable austenitic stainless steel. *Scripta Mater.*, 52 :1311–1315, 2005.

[65] F. Forouzan, A. Najafizadeh, A. Kermanpur, A. Hedayati, and R. Surkialiabad. Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process. *Mater. Sci. Engng A*, 527 :7334–7339, 2010.

[66] M. Eskandari, A. Zarei-Hanzaki, and H.R. Abedi. An investigation into the room temperature mechanical properties of nanocrystalline austenitic stainless steels. *Mater. Des.*, 45 :674–681, 2013.

[67] G. Dini and D. Zamani. Processing of ultrafine-grained twinning-induced plasticity steel using martensite treatment. *Metall. Mater. Trans. A*, 48 :3164–3167, 2017.

[68] M. Naghizadeh and H. Mirzadeh. Modeling the kinetics of deformation-induced martensitic transformation in aisi 316 metastable austenitic stainless steel. *Vacuum*, 157 :243–248, 2018. 27, 70, 73

[69] K. Tomimura, S. Takaki, and Y. Tokunaga. Reversion mechanism from deformation induced martensite to austenite in metastable austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 31(12) :1431–1437, 1991. 27, 28, 247

[70] R. Valiev. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, 3 :511–516, 2004. 28

[71] R. Kuznetsov, V. Bykov, V. Chernyshov, V. Pilyugin, and N. Yefremovand V. Posheyev. Plastic deformation of solid bodies under pressure. *Sverdlovsk, IFM UNTS RAN*, 4 :85, 1985. 28

[72] A. P. Zhilyaev and T. G. Langdon. Using high-pressure torsion for metal processing : Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 53(6) :893–979, 2008. 28

[73] A. Vorhauer and R. Pippan. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia*, 51(9) :921–925, 2004. 28

[74] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya, and S. Tanigawa. Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (arb) process. *Scripta Materialia*, 40(7) :795–800, 1999. 28

[75] D. Hyuk Shin, J.-J. Park, Y.-S. Kim, and K.-T. Park. Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum. *Materials Science and Engineering : A*, 328(1) :98–103, 2002. 28

[76] S.M. Fatemi-Varzaneh and A. Zarei-Hanzaki. Accumulative back extrusion (abe) processing as a novel bulk deformation method. *Materials Science and Engineering : A*, 504(1) :104–106, 2009. 28

[77] H. Pang Ng, T. Przybilla, C. Schmidt, T. Lapovok, D. Orlov, H.-W. Höppel, and M. Göken. Asymmetric accumulative roll bonding of aluminium–titanium composite sheets. *Materials Science and Engineering : A*, 576 :306–315, 2013. 28

[78] G. Faraji, M. Mosavi Mashhadi, and H. Seop Kim. Tubular channel angular pressing (tcap) as a novel severe plastic deformation method for cylindrical tubes. *Materials Letters*, 65(19) :3009–3012, 2011. 28

[79] K. Dai and L. Shaw. Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation. *International Journal of Fatigue*, 30(8) :1398–1408, 2008. 28

[80] T. G. Langdon. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering : A*, 462(1) :3–11, 2007. International Symposium on Physics of Materials, 2005. 29, 247

[81] X. Wu, M. Yang, F. Yuan, G. Wu, Y. Wei, X. Huang, and Y. Zhu. Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112(47) :14501–14505, 2015. 29

[82] Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, and E. Ma. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*, 419 :912–915, 2002. 29, 30, 56, 58, 247

[83] S. Sabooni, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, and A.H.W. Ngan. The role of martensitic transformation on bimodal grain structure in ultrafine grained AISI 304L stainless steel. *Mater. Sci. Engng A*, 636 :221–230, 2015. 29, 30

[84] Y.M. Wang and E. Ma. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal. *Acta Materialia*, 52(6) :1699–1709, 2004. 29

[85] H. Höppel, M. Korn, R. Lapovok, and H. Mughrabi. Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD : Their evolution and effect on mechanical properties. *Journal of Physics : Conference Series*, 240 :012147, 2010. 29

[86] M. Korn, R. Lapovok, A. Böhner, H. Höppel, and H. Mughrabi. Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD - their evolution and effect on the fatigue and monotonic strength properties. *Kovove Materialy*, 49 :51–63, 2011. 29

[87] A. Vorhauer, S. Scheriau, and R. Pippan. In-situ annealing of severe plastic-deformed OFHC copper. *Metall. Mater. Trans. A*, 39A :908–918, 2008. 29

[88] H.W. Zhang, X. Huang, R. Pippan, and N. Hansen. Thermal behavior of Ni (99.967% and 99.5% purity) deformed to an ultra-high strain by high pressure torsion. *Acta Mater.*, 58 :1698–1707, 2010. 29

[89] D. Orlov, H. Fujiwara, and K. Ameyama. Obtaining copper with harmonic structure for the optimal balance of structure-performance relationship. *Mater. Trans.*, 54(9) :1549–1553, 2013. 29

[90] B.R. Kumar and A. Gujral. Plastic deformation modes in mono- and bimodal-type ultrafine-grained austenitic stainless steel. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 3(5) :397–407, 2014. 30

[91] B.R. Kumar, S. Sharma, B.P. Kashyap, and N. Prabhu. Ultrafine grained microstructure tailoring in austenitic stainless steel for enhanced plasticity. *Mater. Des.*, 68 :63–71, 2015. 30

[92] S. Rajasekhara, L.P. Karjalainen, A. Kyröläinen, and P.J. Ferreira. Microstructure evolution in nano/submicron grained aisi 301ln stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 527(7) :1986–1996, 2010. 30

[93] H. Wu, G. Niu, J. Cao, and M. Yang. Annealing of strain-induced martensite to obtain micro/nanometre grains in austenitic stainless. *Mater. Sci. Technol.*, 33(4) :480–486, 2017. 30

[94] Z.J. Zheng, J.W. Liu, and Y. Gao. Achieving high strength and high ductility in 304 stainless steel through bi-modal microstructure prepared by post-ecap annealing. *Materials Science and Engineering : A*, 680 :426–432, 2017. 32

[95] R. Meyer. Pourdres métalliques. *Techniques de l'ingénieur*, M 862, 1980. 32

[96] L. Le Moyne. Atomisation, pulvérisation et aérosols instrumentation. *Techniques de l'ingénieur États de la matière*, base documentaire : TIB109DUO.(ref. article : af3620), 2010. 32

[97] L. Le Moyne. Atomisation, pulvérisation et aérosols applications. *Techniques de l'ingénieur États de la matière*, base documentaire : TIB109DUO.(ref. article : af3622), 2010. 32

[98] B Champagne et al. Fabrication of powders by the rotating electrode process. 1980. 33

[99] G. Dirras, S. Bouvier, J. Gubicza, B. Hasni, and T. Szilàgyi. Mechanical characteristics under monotonic and cyclic simple shear of spark plasma sintered ultrafinde-grained nickel. *Mater. Sci. Engng A*, 526 :201–210, 2009. 33

[100] Y.-S. Kwon, Y.-H. Jung, N.A. Yavorovsky, A.P. Illyn, and J.-S. Kim. Ultra-fine powder by wire explosion method. *Scripta Mater.*, 44(8) :2247–2251, 2001.

[101] F. Tepper. Electro-explosion of wire produces nanosize metals. *Metal Powder Report*, 53(6) :31–33, 1998. 33

[102] Y. Champion and J. Bigot. Preparation and characterization of nanocrystalline copper powders. *Scripta Mater.*, 35(4) :517–522, 1996. 33

[103] C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1) :1–184, 2001. 34, 247

[104] A. Duval d'Adrian. Process of making green chrome oxide, U.S. Patent 1 429 912 A, 1922. 35

[105] S. Hoyt. Hard metal composition and method of making the same, U.S. Patent 1 843 768 A, 1927. 35

[106] K. Inoue. Electric-discharge sintering, U.S. Patent 3 241 956 A, 1966. 35

[107] C. Estournes. Mise en forme de matériaux par frittage flash. *Techniques de l'ingénieur Procédés de fabrication additive*, base documentaire : TIB633DUO.(ref. article : in56), 2006. 35

[108] D. Bernache-Assollant and J.-P. Bonnet. Frittage : aspects physico-chimiques partie 1 : frittage en phase solide. *Techniques de l'ingénieur Procédés de fabrication additive*, base documentaire : TIB633DUO.(ref. article : af6620), 2005. 35

[109] G. Marnier, C. Keller, J. Noudem, and E. Hug. Functionnal properties of a spark plasma sintered ultrafine-grained 316L steel. *Mater. Des.*, 63 :633–640, 2014. 36, 61, 65, 67

[110] C. Keller, K. Tabalaiev, G. Marnier, J. Noudem, X. Sauvage, and E. Hug. Influence of spark plasma sintering conditions on the sintering and functional properties of an ultra-fine grained 316L stainless steel obtained from ball-milled powder. *Mater. Sci. Engng A*, 665 :125–134, 2016. 36, 61, 65, 66, 67, 74, 261

[111] L. Garcia de la Cruz, B. Flipon, C. Keller, M. Martinez, and E. Hug. Nanostructuration of metals via spark plasma sintering using activated powder obtained by ball-milling : Impact on the strain-hardening mechanisms. *AIP Conference Proceedings*, 1896(1) :200,02, 2017. 36

[112] B. Srinivasarao, K. Oh-ishi, T. Ohkubo, T. Mukai, and K. Hono. Synthesis of high-strength bimodally grained iron by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Scripta Mater.*, 58 :759–762, 2008. 36

[113] H.-W. Ni, H. He, G.-Q. Li, and J. Liu. Preparation of nanocrystalline 430L stainless steel by HEBM and SPS. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 15(4) :73–76, 2008. 36

[114] B. V. Mahesh, R. K. Singh Raman, and C. C. Koch. Bimodal grain size distribution : an effective approach for improving the mechanical and corrosion properties of fe–cr–ni alloys. *Journal of Materials Science*, 47(22) :7735–7743, 2015. 37, 165, 177, 247

[115] M. Ota, S.K. Vajpai, R. Imao, K. Kurokawa, and K. Ameyama. Application of high pressure gas jet mill process to fabricate high performance harmonic structure designed pure titanium. *Materials transactions*, 56(1) :154–159, 2015. 38

[116] C. Sawangrat, S. Kato, D. Orlov, and K. Ameyama. Harmonic-structured copper : performance and proof of fabrication concept based on severe plastic deformation of powders. *J. Mater. Sci.*, 49(19) :6579–6585, 2014. 38

[117] S.K. Vajpai, C. Sawangrat, O. Yamaguchi, O.P. Ciuca, and K. Ameyama. Effect of bimodal harmonic structure design on the deformation behaviour and mechanical properties of Co-Cr-Mo alloy. *Mater. Sci. Engng C*, 58 :1008–1015, 2016. 38

[118] H. K. Park, K. Ameyama, J. Yoo, H. Hwang, and H. Seop Kim. Additional hardening in harmonic structured materials by strain partitioning and back stress. *Materials Research Letters*, 6(5) :261–267, 2018. 38, 39, 163, 164

[119] Z. Zhang, D. Orlov, S.K. Vajpai, B. Tong, and K. Ameyama. Importance of bimodal structure topology in the control of mechanical properties of a stainless steel. *Adv. Eng. Mater.*, 17(6) :791–795, 2015. 38, 39, 240, 243, 248, 259

[120] S.K. Vajpai, M. Ota, Z. Zhang, and K. Ameyama. Three-dimensionally gradient harmonic structure design : an integrated approach for high performance structural materials. *Mater. Res. Lett.*, 4 :191–197, 2016. 38, 39, 55, 248

[121] G. Dirras, D. Ueda, A. Hocini, D. Tingaud, and K. Ameyama. Cyclic shear behavior of conventional and harmonic structure-designed ti-25nb-25zr $mathrm\beta$-titanium alloy : Back-stress hardening and twinning inhibition. *Scripta Materialia*, 138 :44–47, 2017. 38, 40, 55, 165, 177

[122] D. Orlov and K. Ameyama. Critical assesment 37 : harmonic-structure materials - idea, status and perspectives. *Materials Science and Technology*, 36(5) :517–526, 2020. 39, 241

[123] G. Bertolino, A. Constantinescu, M. Ferjani, and P. Treiber. A multiscale approach of fatigue and shakedown for notched structures. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 48(2) :140–151, July 2007. 41, 83

[124] C.A. Sweeney, W. Vorster, S.B. Leen, E. Sakurada, P.E. McHugh, and F.P.E. Dunne. The role of elastic anisotropy, length scale and crystallographic slip in fatigue crack nucleation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(5) :1224–1240, 2013.

[125] S. Dancette, A. Browet, G. Martin, M. Willemet, and L. Delannay. Automatic processing of an orientation map into a finite element mesh that conforms to grain boundaries. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 24(5) :1–14, 2016. 41, 83

[126] A. King, M. Herbig, W. Ludwig, P. Reischig, E.M. Lauridsen, T. Marrow, and J.Y. Buffière. Non-destructive analysis of micro texture and grain boundary character from x-ray diffraction contrast tomography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 268(3) :291–296, 2010. X-ray Techniques for Advanced Materials, Nanostructures and Thin Films : from Laboratory Sources to Synchrotron Radiation. 41, 83

[127] M. Herbig, A. King, P. Reischig, H. Proudhon, E.M. Lauridsen, J. Marrow, J.-Y. Buffière, and W. Ludwig. 3-d growth of a short fatigue crack within a polycrystalline microstructure studied using combined diffraction and phase-contrast x-ray tomography. *Acta Materialia*, 59(2) :590–601, 2011. 41, 83

[128] A. Musienko, A. Tatschl, K. Schmidegg, O. Kolednik, R. Pippan, and G. Cailletaud. Three-dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen. *Acta Materialia*, 55(12) :4121–4136, 2007. 41, 83

[129] S. Ghosh, Y. Bhandari, and M. Groeber. Cad-based reconstruction of 3d polycrystalline alloy microstructures from fib generated serial sections. *Computer-Aided Design*, 40(3) :293–310, 2008. 41, 83

[130] V.P. Bennett and D.L. McDowell. Polycrystal orientation distribution effects on microslip in high cycle fatigue. *International Journal of Fatigue*, 25(1) :27–39, 2003. 41, 42, 43

[131] Y. Guilhem, S. Basseville, F. Curtit, J.-M. Stephan, and G. Cailletaud. Investigation of the effect of grain clusters on fatigue crack initiation in polycrystals. *International Journal of Fatigue*, 32 :1748–1763, 2010. 41

[132] I. Simonovski, K.-F. Nilsson, and L. Cizelj. The influence of crystallographic orientation on crack tip displacements of microstructurally small, kinked crack crossing the grain boundary. *Computational Materials Science*, 39(4) :817–828, 2007. 41

[133] C. Robert, N. Saintier, T. Palin-Luc, and F. Morel. Micro-mechanical modelling of high cycle fatigue behaviour of metals under multiaxial loads. *Mechanics of Materials*, 55 :112–129, 2012. 41

[134] D.P. Mika and P.R. Dawson. Effects of grain interaction on deformation in polycrystals. *Materials Science and Engineering : A*, 257(1) :62–76, 1998. 41

[135] R. Becker. Analysis of texture evolution in channel die compression—i. effects of grain interaction. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(6) :1211–1230, 1991. 41

[136] M. Sauzay and T. Jourdan. Polycrystalline microstructure, cubic elasticity, and nucleation of high-cycle fatigue cracks. *International Journal of Fracture*, 141(3) :431–446, 2006. 41

[137] C. Chauvot and M. Sester. Fatigue crack initiation and crystallographic crack growth in an austenitic stainless steel. *Computational Materials Science*, 19(1) :87–96, 2000. 41

[138] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 1 : F.e. model. *International Journal of Plasticity*, 17(4) :513–536, 2001. 41, 46

[139] F. Barbe, S. Forest, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates.part 2 : Results. *International Journal of Plasticity*, 17(4) :537–563, 2001. 46, 47

[140] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier, and G. Cailletaud. Evaluation of finite element based analysis of 3d multicrystalline aggregates plasticity : Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21(4) :691–722, 2005. 45, 46, 248

[141] C. Gérard. *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. PhD thesis, Université Paris 13 - Paris Nord, 2008. 41, 42, 50, 51, 57, 303

[142] R. Quey, P.R. Dawson, and F. Barbe. Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method : generation, meshing and remeshing. *Comput. Meth. Appl. Mech. Engng*, 200(17-20) :1729–1745, 2011. 41, 84, 85, 87, 249

[143] B. Flipon, L. Milhem, C. Keller, R. Quey, and F. Barbe. *Modelling of polycrystals using well-controlled Voronoï-type tessellations and its applications to micromechanical analyses*, chapter 23, pages 187–198. Physics and Mechanics of Random Media : from Morphology to Material Properties. Presse des Mines, 2018. 41, 84

[144] M. Groeber, S. Ghosh, M.D. Uchic, and D.M. Dimiduk. A framework for automated analysis and simulation of 3d polycrystalline microstructures. : Part 1 : Statistical characterization. *Acta Materialia*, 56(6) :1257–1273, 2008. 41

[145] E. Héripré, M. Dexet, J. Crépin, L. Gélébart, A. Roos, M. Bornert, and D. Caldemaison. Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. *International Journal of Plasticity*, 23(9) :1512–1539, 2007. 42, 46

[146] L. St-Pierre, E. Héripré, M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino, and N. Bilger. 3d simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from o.i.m analysis. *International Journal of Plasticity*, 24(9) :1516–1532, 2008. 42, 46

[147] R. Quey and L. Renversade. Optimal polyhedral description of 3D polycrystals : Method and application to statistical and synchrotron X-ray diffraction data. *Comput. Meth. Appl. Mech. Engng*, 330 :308–333, 2018. 42, 85

[148] X. Wang, F. Cazes, J. Li, A. Hocini, K. Ameyama, and G. Dirras. A 3d crystal plasticity model of monotonic and cyclic simple shear deformation for commercial-purity polycrystalline ti with a harmonic structure. *Mechanics of Materials*, 128 :117–128, 2019. 42, 43, 45, 55, 165, 177, 248

[149] J. Liu, J. Li, G. Dirras, K. Ameyama, F. Cazes, and M. Ota. A three-dimensional multiscale polycrystalline plasticity model coupled with damage for pure ti with harmonic structure design. *International Journal of Plasticity*, 100 :192–207, 2018. 42, 43, 53, 248

[150] X. Wang, L. Jia, K. Ameyama, and G. Dirras. Influence of microstructural features on the yield strength of ti–6al–4v : a numerical study by using the crystal plasticity finite element method. *Meccanica*, 56 :41 – 57, 2021. 42, 43, 248

[151] F. Lin, Q. Shi, and L. Delannay. Microscopic heterogeneity of plastic strain and lattice rotation in partially recrystallized copper polycrystals. *International Journal of Solids and Structures*, 184 :167–177, 2020. Physics and Mechanics of Random Structures : From Morphology to Material Properties. 43, 85, 123, 248

[152] A.C. Magee and L. Ladani. Representation of a microstructure with bimodal grain size distribution through crystal plasticity and cohesive interface modeling. *Mech. Materials*, 82 :1–12, 2015. 43, 47, 54, 248

[153] Y. Guilhem. *Étude numérique des champs mécaniques locaux dans les agrégats polycristallins d'acier 316L sous chargement de fatigue*. PhD thesis, Mines ParisTech, 2011. 42, 43, 46

[154] F. Adzima. *Modélisation et simulation de procédés de mise en forme de tôles métalliques ultrafines*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2016. 44

[155] J. Tarasiuk, K. Wierzbanowski, and B. Bacroix. Texture decomposition into gauss-shaped functions : classical and genetic algorithm methods. *Computational Materials Science*, 29(2) :179–186, 2004. 44

[156] R. Quey, A. Villani, and C. Maurice. Nearly uniform sampling of crystal orientations. *Journal of Applied Crystallography*, 51(4) :1162–1173, Aug 2018. 44, 84

[157] R. Quey. Neper : polycrystal generation and meshing (version 4.1.2), 2020. http ://neper.sourceforge.net. 44, 57, 85, 86, 87, 249

[158] T. Kanit, S. Forest, I. Galliet, V. Mounoury, and D. Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures*, 40(13) :3647–3679, 2003. 44

[159] S. Ghosh and S. Moorthy. Elastic-plastic analysis of arbitrary heterogeneous materials with the voronoi cell finite element method. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 121(1) :373–409, 1995. 45

[160] M. Berveiller and A. Zaoui. Modélisation de la déformation plastique des polycristaux. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m48), 1997. 48

[161] P. Franciosi. *Etude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux m´etalliques se d´eformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi statique.* PhD thesis, Université ParisNord - Paris XIII, 1984. 48, 49, 50, 261

[162] L. Delannay. *Observation and modelling of grain interactions and grain subdivision in rolled cubic polycrystals.* PhD thesis, Université Catholique de Louvain, 2001. 48

[163] J.-P. Lorrain. *Critère de ductilité basé sur la perte d'ellipticité du module tangent élastoplastique déduit d'un modèle autocohérent.* PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2005. 48

[164] G. Franz. *Prédiction de la limite de formabilité des aciers multiphasés par une approche micromécanique.* PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech, 2008. 48

[165] F.H. Norton. *The creep of steel at high temperatures.* Number 35. McGraw-Hill Book Company, Incorporated, 1929. 48

[166] R.J. Asaro and A. Needleman. Overview no. 42 texture development and strain hardening in rate dependent polycrystals. *Acta Metallurgica*, 33(6) :923–953, 1985. 48, 49

[167] L. Tabourot, M. Fivel, and E. Rauch. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Mater. Sci. Engng A*, 234-236 :639–642, 1997. 48, 50, 51, 57, 59

[168] L. Méric, P. Poubanne, and G. Cailletaud. Single crystal modeling for structural calculations : Part 1- model presentation. *J. Engng Mater. Technol.*, 113(1) :162–170, 1991. 48, 50, 51, 57, 59, 92, 123

[169] L. Méric and G. Cailletaud. Single crystal modeling for structural calculations : Part 2 - finite element implementation. *J. Engng Mater. Technol.*, 113(1) :171–182, 1991. 48, 50, 51, 57, 59, 92, 123

[170] R. J. Asaro. Crystal Plasticity. *Journal of Applied Mechanics*, 50(4b) :921–934, 12 1983. 49

[171] D. Peirce, R.J. Asaro, and A. Needleman. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica*, 31(12) :1951–1976, 1983. 49

[172] U. F. Kocks. The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1, 1970. 49

[173] S.J. Basinski and Z.S. Basinski. Plastic deformation and work hardening. *Dislocations in solids*, 4 :261–362, 1980. 49

[174] P. Franciosi, M. Berveiller, and A. Zaoui. Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica*, 28(3) :273 – 283, 1980. 49

[175] J.L. Bassani and T.-Y. Wu. Latent hardening in single crystals. ii. analytical characterization and predictions. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical and Physical Sciences*, 435(1893) :21–41, 1991. 49

[176] R. Madec, B. Devincre, L. Kubin, T. Hoc, and D. Rodney. The role of collinear interaction in dislocation-induced hardening. *Science*, 301(5641) :1879–1882, 2003. 49, 51

[177] B. Devincre, L. Kubin, and T. Hoc. Physical analyses of crystal plasticity by dd simulations. *Scripta Materialia*, 54(5) :741–746, 2006. Viewpoint set no. 39 : Statistical mechanics and coarse graining of dislocation behavior for continuum plasticity. 51

[178] L. Tabourot. Vers une vision unifiée de la plasticité cristalline. Dossier de candidature Habilitation à Diriger des Recherches, 2001. 51

[179] C. Ling, B. Tanguy, J. Besson, S. Forest, and F. Latourte. Void growth and coalescence in triaxial stress fields in irradiated FCC single crystals. *J. Nucl. Mater.*, 492 :157–170, 2017. 51

[180] G. Cailletaud. Une introduction à la plasticité cristalline interactions avec l'environnement. In *PlastOx 2007*, pages 81–115, Argelès-sur-Mer, France, 2017. 50

[181] H. Mecking and U.F. Kocks. Kinetics of flow and strain-hardening. *Acta Metallurgica*, 29(11) :1865–1875, 1981. 50

[182] J.L. Chaboche, K. Dang Van, and G. Cordier. Modelization of the strain memory effect on the cyclic hardening of 316 stainless steel. In *Materials modeling and ineslastic analysis of metal structures*, pages 1 – 10. 5th SMIRT conference, Berlin, IASMiRT, 1979. 50

[183] S. Ramtani, H.Q. Bui, and G. Dirras. A revisited generalized self-consistent polycrystal model following an incremental small strain formulation and including grain-size distribution effect. *Int. J. Engng Sci.*, 47(4) :537–553, 2009. 51, 123

[184] S. Ramtani, G. Dirras, and H.Q. Bui. A bimodal bulk ultra-fine-grained nickel : Experimental and micromechanical investigations. *Mech. Materials*, 42(5) :522–536, 2010. 56, 59, 123

[185] F. Lavergne, R. Brenner, and K. Sab. Effects of grain size distribution and stress heterogeneity on yield stress of polycrystals : A numerical approach. *Comput. Mater. Sci.*, 77 :387–398, 2013.

[186] V.-T. Phan, T.-D. Nguyen, Q.-H. Bui, and G. Dirras. Modelling of microstructural effects on the mechanical behavior of ultrafine-grained nickel using crystal plasticity finite element model. *Int. J. Engng Sci.*, 94 :212–225, 2015. 51, 93

[187] S. Lefebvre. *Étude expérimentale et simulation numérique du comportement mécanique de structures sub-micrométriques de cuivre : application aux interconnexions dans les circuits intégrés.* PhD thesis, École Centrale Paris, 2006. 51, 94

[188] M. Panella. *Prévision des propriétés mécaniques de superalliages base nickel en relation avec leur microstructure granulaire et de précipitation.* PhD thesis, ENSMA, 2021. 51

[189] S. Forest, F. Barbe, and G. Cailletaud. Cosserat modelling of size effects in the mechanical behaviour of polycrystals and multi-phase materials. *Int. J. Solids Struct.*, 37(46) :7105–7126, 2000. 52, 57, 59

[190] M. Fivel and S. Forest. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Techniques de l'ingénieur Étude des métaux et des alliages : état métallique*, base documentaire : TIB345DUO.(ref. article : m4017), 2004. 52

[191] G.I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I.—Theoretical. *Proc. R. Soc. London A*, 145(855) :362–387, 1934. 52

[192] N.A. Fleck, G.M. Muller, M.F. Ashby, and J.W. Hutchinson. Strain gradient plasticity : Theory and experiment. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(2) :475 – 487, 1994. 52

[193] F. Barbe, R. Quey, S. Forest, I. Hervas, G. Marnier, C. Keller, and E. Hug. Mechanical behaviour of polycrystals with high grain size contrast : microstructure modelling and first analyses. In *Proceedings of the 24th Int. Workshop Computational Micromechanics of Materials*, Madrid, Spain, 1-3 oct., 2014. 53, 248

[194] E. Bruder. Formability of ultrafine grained metals produced by severe plastic deformation–an overview. *Advanced Engineering Materials*, 21(1) :1800316, 2019. 56, 58

[195] C. Keller, E. Hug, A.M. Habraken, and L. Duchene. Finite element analysis of the free surface effects on the mechanical behavior of thin nickel polycrystals. *Int. J. Plasticity*, 29 :155–172, 2012. 57

[196] B.V. Neamtu, H.F. Chicinas, T.F. Marinca, O. Isnard, O. Pana, and I. Chicinas. Amorphisation of fe-based alloy via wet mechanical alloying assisted by pca decomposition. *Materials Chemistry and Physics*, 183 :83–92, 2016. 68

[197] E.N. Gilbert. Random subdivisions of space into crystals. *Ann. Math. Statist.*, 33(3) :958–972, 1962. 84

[198] H. Proudhon, J. Li, P. Reischig, N. Guéninchault, S. Forest, and W. Ludwig. Coupling diffraction contrast tomography with the finite element method. *Adv Engng Mater*, 18 :903–912, 2016. 85

[199] L. Méric. *Une modélisation mécanique du comportement des monocristaux*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1991. 92, 123, 303, 305

[200] J.-L. Chaboche. Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *Int. J. Plasticity*, 5(3) :247–302, 1989. 92

[201] F. Barbe and R. Quey. A numerical modelling of 3D polycrystal-to-polycrystal diffusive phase transformations involving crystal plasticity. *Int. J. Plasticity*, 27 :823–840, 2011. 92

[202] I. Benedetti and F. Barbe. Modelling polycrystalline materials : An overview of three-dimensional grain-scale mechanical models. *Journal of Multiscale Modelling*, 5 :1–51, 2013. 92

[203] M. Calvat, B. Flipon, C. Keller, and F. Barbe. *Accounting for size dependence on the meso- or on the micro-scale in polycrystalline plasticity. A comparative study for different grain size distributions*, volume 98, chapter 28, pages 339–347. Springer, Cham, 2021. Computational and Experimental Simulations in Engineering. ICCES21. Mechanisms and Machine Science. 94, 243

[204] L. Méric, G. Cailletaud, and M. Gaspérini. F.e. calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression tests. *Acta Metall. Mater.*, 42(3) :921–935, 1994. 95

[205] P. Doumalin. *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2000. 106, 125, 128, 305

[206] P. Doumalin, M. Bornert, and J. Crépin. Characterisation of the strain distribution in heterogeneous materials. *Mécanique & Industries*, (4) :607–617, 2003. 106

[207] F. Barbe, R. Quey, A. Musienko, and G. Cailletaud. Three-dimensional characterization of strain localization bands in high resolution elastoplastic polycrystals. *Mech Res Comm*, 36 :762–768, 2009. 106

[208] J. C. Dunn. A fuzzy relative of the isodata process and its use in detecting compact well-separated clusters. *Journal of Cybernetics*, 3(3) :32–57, 1973. 110, 297

[209] David L. Davies and Donald W. Bouldin. A cluster separation measure. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, PAMI-1(2) :224–227, 1979. 110, 297

[210] P.J. Rousseeuw. Silhouettes : A graphical aid to the interpretation and validation of cluster analysis. *Journal of Computational and Applied Mathematics*, 20 :53–65, 1987. 110, 297

[211] G.I. Taylor. Plastic strain in metals. *J. Inst. Metals*, 62 :307–324, 1938. 128, 129, 132, 305

[212] C. Keller, B. Flipon, M. Diez, and M. Serrano. Mechanical characterization by traction and small punch tests of ultra-fine grained aisi 316l with bimodal grain size distributions. *AIP Conference Proceedings*, 2113(1) :160002, 2019. 165, 177, 192

[213] H. Altendorf, F. Latourte, J. Dominique, M. Faessel, and L. Saintoyant. 3d reconstruction of a multiscale microstructure by anisotropic tessellation models. *Image Analysis & Stereology*, 33 (2) :–, 06 2014. 240

[214] P.-O. Persson. *Mesh Generation for Implicit Geometries*. PhD thesis, M.I.T., 2005. 241

[215] P.-O. Persson and G. Strang. A simple mesh generator in matlab. *SIAM Review*, pages 329–345, 2004.

[216] P.-O. Persson. Distmesh-a simple mesh generator in matlab), 2012. http ://persson.berkeley.edu/distmesh/. 241

[217] K. Perlin. Noise and turbulence, 1997. https ://mrl.cs.nyu.edu/ perlin/doc/oscar.html. 242

[218] M. Bouchedjra, A. Amrouche, T. Kanit, and M. El A. Belouchrani. Microstructural features effect on the evolution of cyclic damage for polycrystalline metals using a multiscale approach. *Int. J. Damage Mech.*, 30 :77–102, 2020. 243

[219] F. Barbe, I. Benedetti, V. Gulizzi, M. Calvat, and C. Keller. Elucidating the effect of bimodal grain size distribution on plasticity and fracture behavior of polycrystalline materials. *Journal of Multiscale Modelling*, 11(04) :2050007, 2020. 243

[220] N.O. Shanti, V.W.L. Chan, S.R. Stock, F. De Carlo, K. Thornton, and K. T. Faber. X-ray micro-computed tomography and tortuosity calculations of percolating pore networks. *Acta Materialia*, 71 :126–135, 2014. 285

A
Annexes

A.1. Génération de microstructures et algorithmes génétiques

Concernant la génération de certaines microstructures particulières, l'étape de régularisation ne peut pas être utilisée. Cette étape permet de supprimer les arêtes (en 2D) ou les faces (en 3D) de faibles dimensions et par conséquent de limiter la quantité de nœuds et d'éléments. Il est alors nécessaire de trouver une solution afin de supprimer ces caractéristiques de la microstructure de manière à ne pas influer sur la qualité de maillage ni ne causer un raffinement excessif. L'objectif est donc d'optimiser à la fois la microstructure et le maillage, contrairement à l'étape de tessellation, l'étape de maillage est significativement plus longue.

Le choix de la méthode d'optimisation s'est alors tourné vers un algorithme génétique plutôt qu'à la création erratique de microstructures jusqu'à obtenir un maillage convenable. De manière à limiter le temps de traitement, l'optimisation sera uniquement réalisée sur les tessellations.

Les algorithmes génétiques (A.G.) font partie des algorithmes dits évolutionnistes ont pour objectif de fournir une solution à un problème d'optimisation cependant il s'agira d'une solution correspondant généralement à un minimum local et non pas global. Ces algorithmes s'appuient sur la théorie de Darwin et les mécanismes d'évolution des gènes dans la population. Des jeux de paramètres sont générés (représentant les individus), chaque paramètre est associé à un gène. Ces individus sont évalués grâce à un critère, ainsi les individus ayant permis de minimiser (ou maximiser) ce critère a alors une probabilité plus forte de transmettre leurs gènes à leur descendance (étape de sélection). Chaque descendant résultera de la combinaison de deux (ou plus) individus intégrant ainsi des gènes de chaque parent (étape de recombinaison ou croisement). Des mécanismes de mutation sont généralement ajoutés permettant d'éviter à l'algorithme les optimums locaux et d'explorer un domaine de paramètres plus important tout en limitant le nombre d'individu initial.

Ainsi dans le présent cas, chaque individu est représenté par deux microstructures, la première contenant uniquement la matrice (U)FG et la seconde la matrice (U)FG avec les CG. Les gènes associés aux individus sont les positions des germes avant établissement de la tessellation. La sélection des microstructures est effectuée sur deux critères (à minimiser) :

$$C_1 = \sum_{i=1}^{\forall i, D_i \setminus D_{CG} \neq \emptyset, D_i \cap D_{CG} \neq \emptyset} |D_i \setminus D_{CG} - D_i \cap D_{CG}| \tag{A.1}$$

Ce premier critère C_1 traduit le déséquilibre total entre les intersections et les différences (au sens des ensembles) des grains avec les CG. Ce déséquilibre s'applique uniquement aux grains possédant à la fois une intersection non nulle et une différence non nulle. Ainsi ce critère est minimal si le volume des grains est réparti de manière équivalente à l'intérieur et à l'extérieur des CG.

$$C_2 = \sum_{j=1}^{\forall j,\, P_{j,1} \in D_{CG}, P_{j,2} \notin D_{CG},\, P_{j,2} \in D_{CG}, P_{j,1} \notin D_{CG}} \left| d^e(P_{j,1}, M) - d^e(P_{j,2}, M) \right| \tag{A.2}$$

$$C_2 = \sum_{j=1}^{\forall j \times ((P_{j,1} \in D_{CG}, P_{j,2} \notin D_{CG}) + (P_{j,2} \in D_{CG}, P_{j,1} \notin D_{CG}))} \left| d^e(P_{j,1}, M) - d^e(P_{j,2}, M) \right| \tag{A.3}$$

Ce second critère C_2, analogue à C_1, traduit le déséquilibre total mais pour les arêtes des polygones (ou polyèdres en 3D) représentant les grains. Ce déséquilibre s'applique uniquement aux arêtes ayant une extrémité appartenant au CG. Ce critère est ainsi minimal si les extrémités des arêtes sont situées de manière équidistante aux joints des CG.

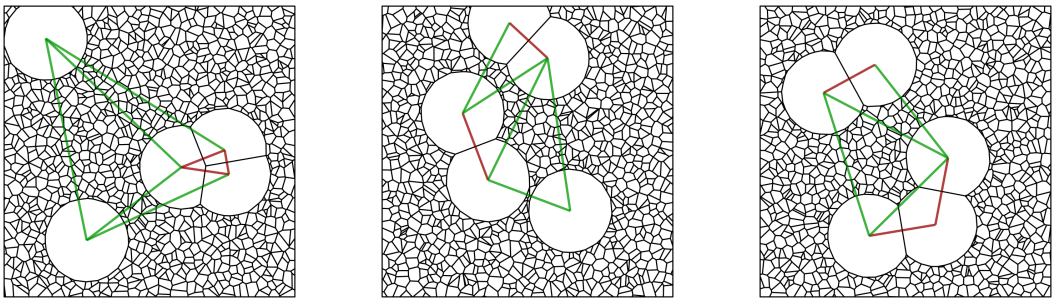
Deux types de mutation ont été ajoutés à cet algorithme :

- Une première mutation qui consiste à remplacer un des germes par un nouveau germe (randomisé à partir de la même position initiale),
- Une seconde mutation, moins probable qui consiste à une légère randomisation (10 fois moins importante que la randomisation initiale) des coordonnées d'un des germes.

A.2. Taux d'agrégation des CG

Pour quantifier le taux d'agrégation (noté α), une triangulation de Delaunay est tout d'abord réalisée en utilisant les positions des différents CG, ce qui permettra de déterminer en première approximation les CG « vus » les uns des autres. La longueur des arêtes des différents triangles résultant de la triangulation sont ensuite calculées. Le rapport de ces longueurs par les valeurs de diamètres des CG est calculé en considérant les CG comme des cylindres pour les microstructures 2D-extrudées et des sphères pour les microstructures 3D. Le rapport obtenu est modifié comme égal à 1 si les deux CG sont en contact. On s'intéressera finalement à 3 valeurs d'agrégation, la valeur minimum, la valeur moyenne ainsi que la valeur maximale, cette dernière permettant d'ores et déjà de savoir si certains grains sont agrégés. Trois exemples sont donnés en figure A.1 pour 5 CG répartis de différentes manières au sein de la matrice (U)FG.

Cette méthode constitue une première description de la distribution spatiale des CG au sein de la microstructure mais elle possède certaines limites. Cette description est effectuée de manière isotrope bien que l'influence des CG ne soit pas isotrope ni sur les champs de déformation (*cf.* figure 5.1e) ni sur ceux de contraintes (*cf.* figure 5.1g). Mais cette méthode permet de quantifier l'agrégation des CG grâce à un nombre limité de valeur (ne dépendant pas du nombre de CG) grâce à une définition simple et un calcul demandant peu de ressources.



Valeur min.	0,098
Moyenne	0,452
Valeur max.	1,00

(a)

Valeur min.	0,134
Moyenne	0,419
Valeur max.	1,00

(b)

Valeur min.	0,138
Moyenne	0,512
Valeur max.	1,00

(c)

FIGURE A.1. – Mesure du taux d'agrégation dans trois microstructures bimodales à 5 CG se différenciant par la distribution spatiale des CG : (a) dont 3 sont clustérisés et 2 isolés (b) dont 4 sont sous forme de deux agrégats et le dernier isolé (c) qui sont répartis au sein d'un agrégat de 3 CG et un agrégat de 2 CG.

A.3. Tortuosité de la matrice (U)FG

La tortuosité de la matrice (U)FG représente le rapport entre la distance à parcourir pour relier deux points au sein de la matrice en évitant les CG et la distance minimale entre ces points. Ce descripteur de microstructure supplémentaire permet ainsi de prendre en compte les caractéristiques spatiales de la matrice.

La tortuosité peut être calculée de plusieurs manières différentes, qu'il s'agisse de diffusion, de porosité ou autres. Alors on choisit la définition décrite équation A.4, qui correspond au rapport de la distance géodésique sur la distance euclidienne [220]. Dans le cas présent la distance géodésique correspond à une distance entre deux points tout en restant au sein de la matrice (U)FG.

$$\tau = \frac{d^g}{d^e} \tag{A.4}$$

Pour quantifier cette tortuosité, deux positions aléatoires sont générées de part et d'autre de la microstructure (sur les limites du domaine) puis un algorithme est utilisé pour relier ces deux positions en trouvant le plus court chemin sans sortir de la matrice (U)FG.

A.3.1. Algorithme itératif

L'algorithme itératif est basé sur la rencontre d'éventuel CG sur le parcours entre deux points, ce parcours consiste initialement en un simple segment. Cet algorithme procédant sur des tessellations, à chaque itération il est nécessaire de vérifier si le segment interne une arête d'un CG (ou une face en 3D). Ainsi, s'il existe bel et bien une intersection, le parcours est modifié pour inclure les points d'intersection ainsi qu'un nouveau chemin à la surface des CG. Une fois ce nouveau chemin créé, il est à présent nécessaire de le simplifier pour le rendre tangent au CG dans l'objectif de minimiser la distance parcourue. Il sera alors nécessaire de vérifier pour toute simplification envisagée s'il existe une quelconque intersection avec un ou plusieurs CG.

Autant en 2D, il est relativement simple de définir les nouveaux chemins lors d'une intersection avec un CG, les chemins passeront de part et d'autre du CG intersecté. C'est également le cas pour les microstructures 2D-extrudée qui sont comme considérées comme 2D pour ce processus. Cependant en 3D, la création de nouveaux chemins est plus complexe, et en particulier la création du chemin optimal. Une des méthodes est de générer un nombre assez important de nouveaux chemins de manière aléatoire puis à modifier ces chemins à l'intersection de nouveaux CG, mais cette méthode conduira à une légère surestimation de la tortuosité par rapport à la valeur attendue.

A.3.2. Algorithme de Djikstra

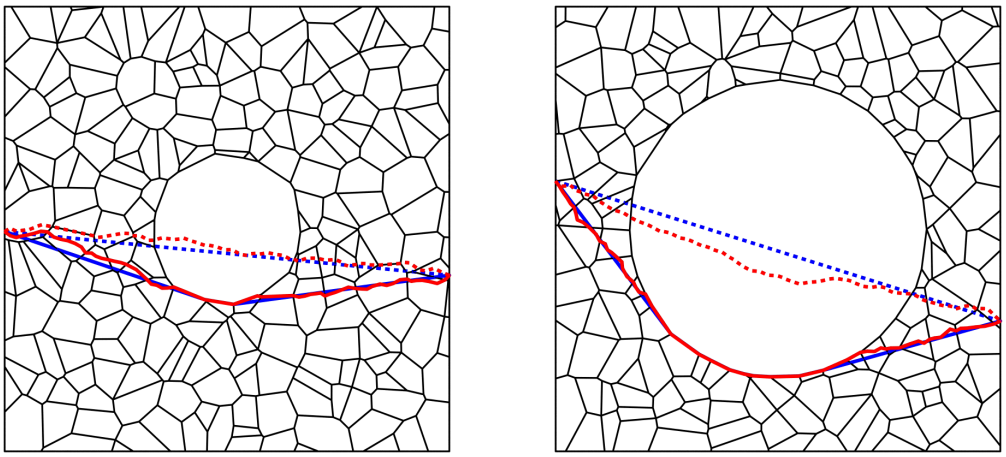
L'algorithme itératif conduit à un résultat rapide dans le cas des microstructures 2D ou 2D-extrudées, cependant sa réalisation est plus complexe en 3D, ainsi une seconde méthode a

été développée basée sur l'algorithme de Djikstra, algorithme simple permettant la résolution du problème du plus court chemin. Contrairement à l'algorithme itératif, celui-ci s'applique à un maillage qui est équivalent à un graphe pondéré dont les poids correspondent à la longueur des arêtes des éléments.

Initialement on définit un ensemble S contenant tous les sommets du graphe, autrement dit, tous les sommets des éléments constituant le maillage (même pour un maillage à éléments quadratiques). On définit également une matrice w contenant tous les poids entre les différents sommets du graphe. Il convient alors de déterminer le plus court chemin entre deux points de ce graphe, ainsi on considère initialement que la distance à tous les points du graphe comme infinie (à l'exception du point de départ). Puis parmi les points n'ayant jusque-là pas été visités, on recherche le point à une distance minimale, puis on met à jour les différentes distances pour se rendre aux différents sommets du graphs.

On soulignera que l'utilisation du maillage comme graphe n'est pas optimale car la création du maillage est influencée par la présence des joints de grains et ne conduira donc pas au plus court chemin entre deux points car il ne s'agira pas d'une ligne droite (ou de portions de lignes droites avec la présence des CG). Ainsi l'algorithme itératif permet une meilleure caractérisation de la tortuosité pour le cas des microstructure 2D extrudées mais requière des ressources de calcul plus importantes, toutefois l'algorithme de Djikstra est plus robuste concernant l'évaluation de la tortuosité pour le cas des microstructure 3D. Dans un souci de performance, cet algorithme peut être remplacé par l'algorithme A*.

Cette tortuosité est calculée sur les deux microstructures bimodales de la figure A.2 par le biais des deux algorithmes permettant de trouver le plus court chemin entre deux points : (l'algorithme itératif) basé sur les tessellations et l'algorithme de Djikstra (l'algorithme de Djikstra) sur le maillage. L'augmentation de la fraction volumique de CG cause une augmentation de la tortuosité (relativement limitée s'agissant de la valeur moyenne). On rappelle que la détermination de la tortuosité s'effectue tout d'abord par la sélection de deux points appartenant aux frontières du domaine. Pour certaines paires de points, la distance géodésique ne sera pas affectée par la présence du CG contrairement à d'autres positions. Les moments d'ordre 2 centré et d'ordre 3 et 4 centrés réduits qui permettent de traduire la variation et l'importance des queues des distributions apportent des informations supplémentaires sur la variabilité de la tortuosité. Pour ces deux microstructures, la variation observée sur l'écart-type, l'asymétrie et le kurtosis est plus importante que pour la moyenne ou la médiane dû au grand nombre de chemin n'étant pas influencée par la présence du CG. Outre les valeurs de tortuosité obtenues provenant de ces deux algorithmes, les temps de calcul sont radicalement différents.



$\mathcal{R} = 5$
$f_{CG} = 8.7$
$L = 15\,\mu\text{m}$

(a)

$\mathcal{R} = 10$
$f_{CG} = 34.9$
$L = 15\,\mu\text{m}$

(b)

Algorithmes :	Micro. (a)		Micro. (b)	
	Iter.	Djikstra	Iter.	Djikstra
Val. min.	1,000	1,000	1,000	1,000
Val. max.	1,106	1,049	1,205	1,228
Moyennne	1,011	1,009	1,066	1,079
Médiane	1,002	1,000	1,063	1,077
Ecart type	0,016	0,012	0,055	0,061
Asymétrie	1,632	1,276	0,429	0,363
Kurtosis	5,867	3,453	2,155	2,129
Temps calcul itération (s)	0,056	14,435	0,19	10,283

(c)

FIGURE A.2. – Microstructures à un CG central (a) avec un contraste de taille $\mathcal{R}$ égal à 5 et une fraction volumique égale à 8,7 et (b) avec un contraste de taille $\mathcal{R}$ égal à 10 et une fraction volumique égale à 34.9 et (c) statistiques des résultats des deux algorithmes de tortuosité sur 500 itérations et appliqués aux deux microstructures. Pour chaque microstructure sont représentés en bleu les chemins déterminés grâce à l'algorithme itératif et en rouge ceux déterminés grâce à l'algorithme de Djikstra, les chemins les plus courts sont représentés avec le même code couleur mais en pointillé.

A.4. Méthode de calcul du covariogramme et description quantitative

Le covariogramme est un outil permettant de caractériser la localisation d'un champ scalaire. Au cours de ces travaux, cet outil a par exemple été appliqué à des champs de déformation ou de contraintes provenant de simulations éléments finis. Le champ scalaire d'intêret est binarisé grâce une valeur seuil et le covariogramme correspond à la convolution de ce champ binarisé avec lui-même donné par l'équation A.5 où $*$ représente le produit de convolution :

$$\begin{aligned} S(x) = (g * g)(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(x-t)\, g(t)\, dt \\ \text{avec} g(x) = \begin{cases} 1 & \text{si } f(x) \geq f_{seuil} \\ 0 & \text{si } f(x) < f_{seuil} \end{cases} \end{aligned} \tag{A.5}$$

De manière à simplifier l'établissement du covariogramme, il sera important de discrétiser le champ scalaire, cependant les calculs éléments finis effectués au cours de ces travaux ont été réalisés sur des maillages non structurés. Il sera alors nécessaire de restructurer les données et pour cela le champ scalaire devra être estimé à des positions particulières. Une grille est alors réalisée dont le paramètre principal correspond à l'échantillonnage souhaité et le champ est interpolé aux nœuds de cette grille en utilisant les valeurs aux points d'intégration.

$$L(x) = \sum_{j=0}^{k} y_j\, l_j(x) \tag{A.6}$$

$$l_j(x) = \prod \frac{x - x_m}{x_j - x_m} \tag{A.7}$$

Ainsi une fois la fonction $g(x)$ discrétisée, le calcul du covariogramme revient à l'évaluation d'une convolution discrète :

$$S[x] = g[x] * g[x] = \sum_{n_x=-\infty}^{\infty} g[x - n_x]\, g[x] \tag{A.8}$$

Cette relation peut être étendue à des champs bi- ou tridimensionnels où $\underline{x}$ représente cette fois un vecteur :

$$S[\underline{x}] = g[\underline{x}] * g[\underline{x}] = \sum_{n_x=-\infty}^{\infty} g[\underline{x} - n_x]\, g[\underline{x}] \tag{A.9}$$

De manière à réduire le temps de calcul nécessaire à l'interpolation aux nœuds de la grille, on compare les distributions de valeurs obtenues par interpolation (méthode 1) et en prenant la valeur moyennée dans l'élément le plus proche des nœuds de la grille (méthode 2). On effectuera cette comparaison pour deux échantillonnages différents 101 et 301 pour une microstructure 2D-extrudée maillée avec environ 45000 éléments tétraédriques. On s'intéresse dans cet exemple au cas le plus défavorable, celui de la déformation. La distribution

de déformation correspond à une distribution de type log-normale, ainsi les déformations élevées sont statistiquement peu représentées. Il est alors attendu que le choix de la méthode d'estimation de ce cette déformation aux nœuds de la grille soit plus critique vis-à-vis d'une distribution de type log-normale en comparaison à une distribution normale (comme les contraintes). Alors, si les covariogrammes obtenus grâce aux deux méthodes sont équivalents pour les déformations, ils le seront aussi pour la majorité des autres champs scalaires étudiés dans ces travaux.

On présente alors les distributions de déformation axiale A.3a et A.3f correspondant respectivement à des échantillonnages de 101 et 301. Sur ces deux figures, les distributions représentées en bleu correspondent à la distribution des valeurs obtenues par interpolation, et celles en rouge à la distribution des valeurs prises comme égales à la moyenne de la déformation de l'élément le plus proche. Ainsi on observe un écart plus important entre ces deux distributions lorsque l'échantillonnage augmente.

Les covariogrammes A.3c et A.3e obtenus pour un échantillonnage de 101 sont comparables. Bien que les distributions de valeurs diffèrent en fonction de la méthode utilisée, le seuillage est effectué à la déformation macroscopique moyenne et la méthode d'estimation affectent peu la répartition de valeurs inférieures et supérieures à la moyenne. Toutefois, bien que l'écart entre les distributions soit plus important pour l'échantillonnage de 301, les deux champs seuillés résultants différent peu et les deux covariogrammes résultant sont également comparables A.3h et A.3j. Ce constat est valable pour l'établissement de covariogrammes par seuillage à la moyenne mais peut présenter plus de variations pour des seuillages différents.

Le covariogramme permet une visualisation exacerbée des phénomènes de localisation des champs scalaires, toutefois cet outil doit être complétée par une méthode permettant une comparaison quantitative de deux covariogrammes de manière à quantifier l'évolution de cette localisation.

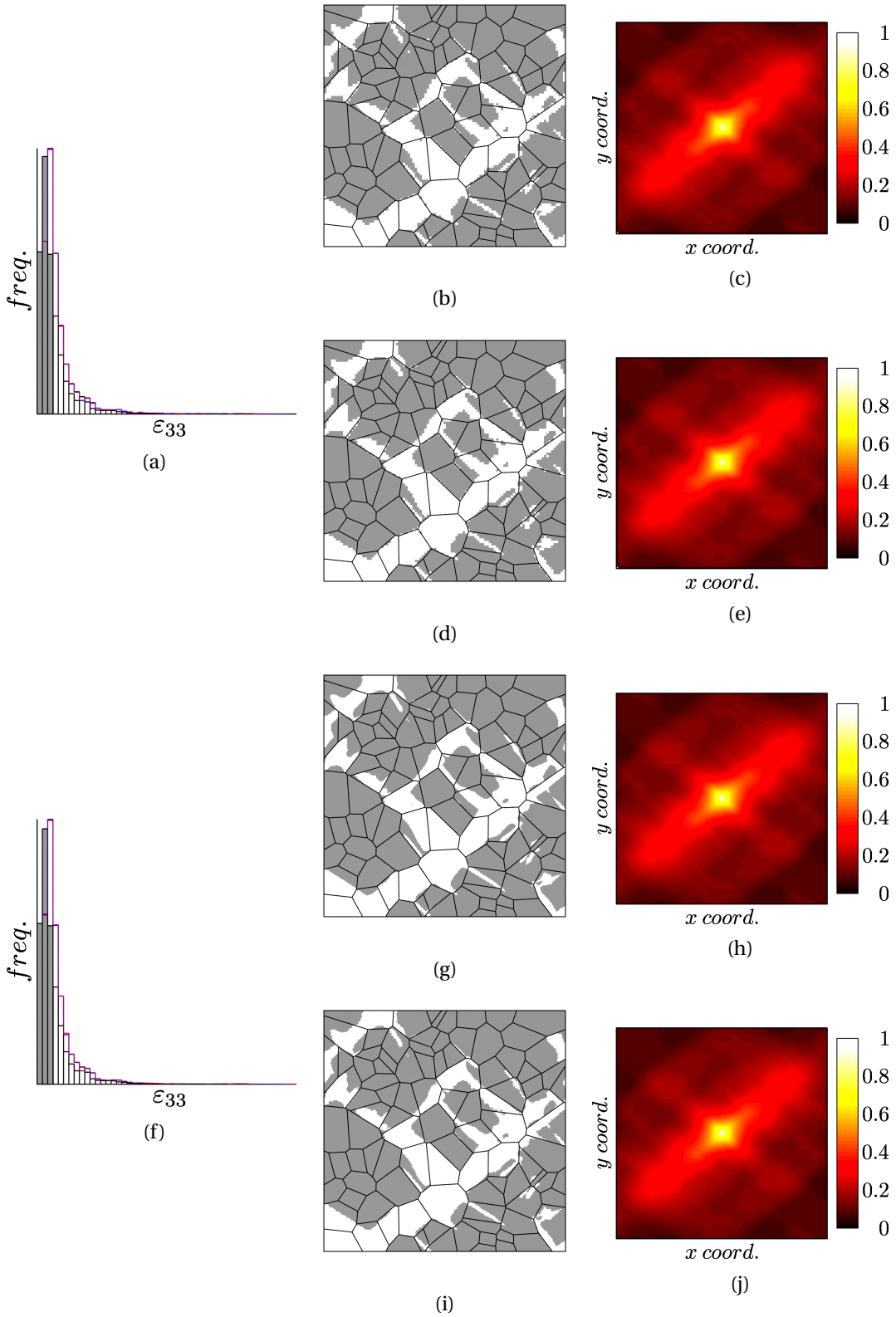


FIGURE A.3. – (a,f) Distributions de la déformation axiale présentant en noir, la distribution des valeurs moyennées par élément, en bleu, la distribution des valeurs obtenues grâce à la méthode 1 et en rouge, la distribution de celles obtenues par la méthode 2 pour deux échantillonnages différents (a,b,c,d,e) 101 et (f,g,h,i,j) 301. Champs de déformation axiale restructurés par (b,g) la méthode 1 et (d,i) la méthode 2, puis tous seuillés à la déformation imposée (déformation axiale moyenne). Covariogrammes établis grâce à (c,h) la méthode 1 et (e,j) la méthode 2

A.5. Définition étendue du covariogramme

Le calcul du covariogramme revient à calculer une convolution soit continue A.5 soit discrète si le champ scalaire d'intêret a été discrétisé A.8. La définition classique du covariogramme revient alors à effectuer la convolution d'un champ binarisé avec lui-même mais cette définition peut être étendue à la convolution de deux champs binarisés qui peuvent être différents (*cf.* équation A.10).

$$S(x) = (g * h)(x) = (h * g)(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(x-t)\, h(t)\, dt \tag{A.10}$$

Cette définition étendue du covariogramme peut alors servir deux intêrets différents, tout d'abord la comparaison de champs scalaires différents associés à un même polycristal pour déterminer les similarités de localisation entre les contraintes et déformations axiales par exemple. Mais cette nouvelle définition peut également être utile dans un second temps pour comparer la localisation des déformations ou contraintes entre deux polycristaux différents.

A.6. K-moyennes et standardisation

Avant tout traitement visant à classer les données, elles doivent être au préalable standardisées, il existe pour cela plusieurs traitements envisageables :

- La standardisation A.11 qui revient à ramener toutes les observations de la variable aléatoire X au sein de l'intervalle $[0,1]$

$$X^{(1)} = \frac{X - \min(X)}{\max(X) - \min(X)} \tag{A.11}$$

- La normalisation A.12 qui revient à transformer la distribution des observations de la variable aléatoire X en une distribution de moyenne 0 et d'écart-type 1,

$$X^{(2)} = \frac{X - (E)[X]}{\sqrt{\mathbb{E}\left(X^2\right) - \mathbb{E}(X)^2}} = \frac{X - \mu}{\sigma} \tag{A.12}$$

- La décorrélation A.13 grâce à la projection des données sur les vecteurs propres provenant de la diagonalisation de la matrice de covariance.

$$\begin{aligned} \Sigma &= \mathbb{E}\left[XX^T\right] \\ \Sigma U &= U\Lambda \\ X^{(3)} &= U^T X \end{aligned} \tag{A.13}$$

- Le blanchiment A.14.

$$\begin{aligned} \Sigma &= \mathbb{E}\left[XX^T\right] \\ \Sigma U &= U\Lambda \\ X^{(4)} &= U^T \Lambda^{-\frac{1}{2}} X \end{aligned} \tag{A.14}$$

On présente ainsi les classifications des données de déformation et de contrainte axiale A.4 grâce aux K-moyennes où deux classes ont été imposées. Ainsi cinq cas sont présentés et pour chacun les classes sont visualisables d'une part grâce au nuage de points et d'autre part sur la microstructure. Les figures A.4a et A.4d présentent le cas d'une classification sans préparation des données au préalable à titre de comparaison. Les cas suivants présentent respectivement les cas de la standardisation, de la normalisation, de la décorrélation et du blanchiment.

Ainsi parmi les cinq cas présentés, les classes issues de la classification des déformations et contraintes axiales grâce aux K-moyennes peuvent être regroupées de deux manières différentes :

- Un premier groupe comportant les données brutes et la décorrélation pour lesquelles les données ont été classées en fonction des contraintes axiales pouvant s'expliquer à cause des valeurs de contraintes beaucoup plus élevées ($400 \leq \sigma_{33} \leq 1200$MPa) que les valeurs de déformation ($0.003 \leq \langle \varepsilon_{33} \rangle \leq 0.02$).
- Un second groupe composé de la standardisation, de la normalisation et du blanchiment qui conduisent à des résultats proches mais légèrement différents. Ces trois classifications conduisent à la création de deux classes dont l'une met en évidence la présence de bande de localisation de la déformation.

Par conséquent c'est la standardisation qui a été retenue comme étape de préparation des données.

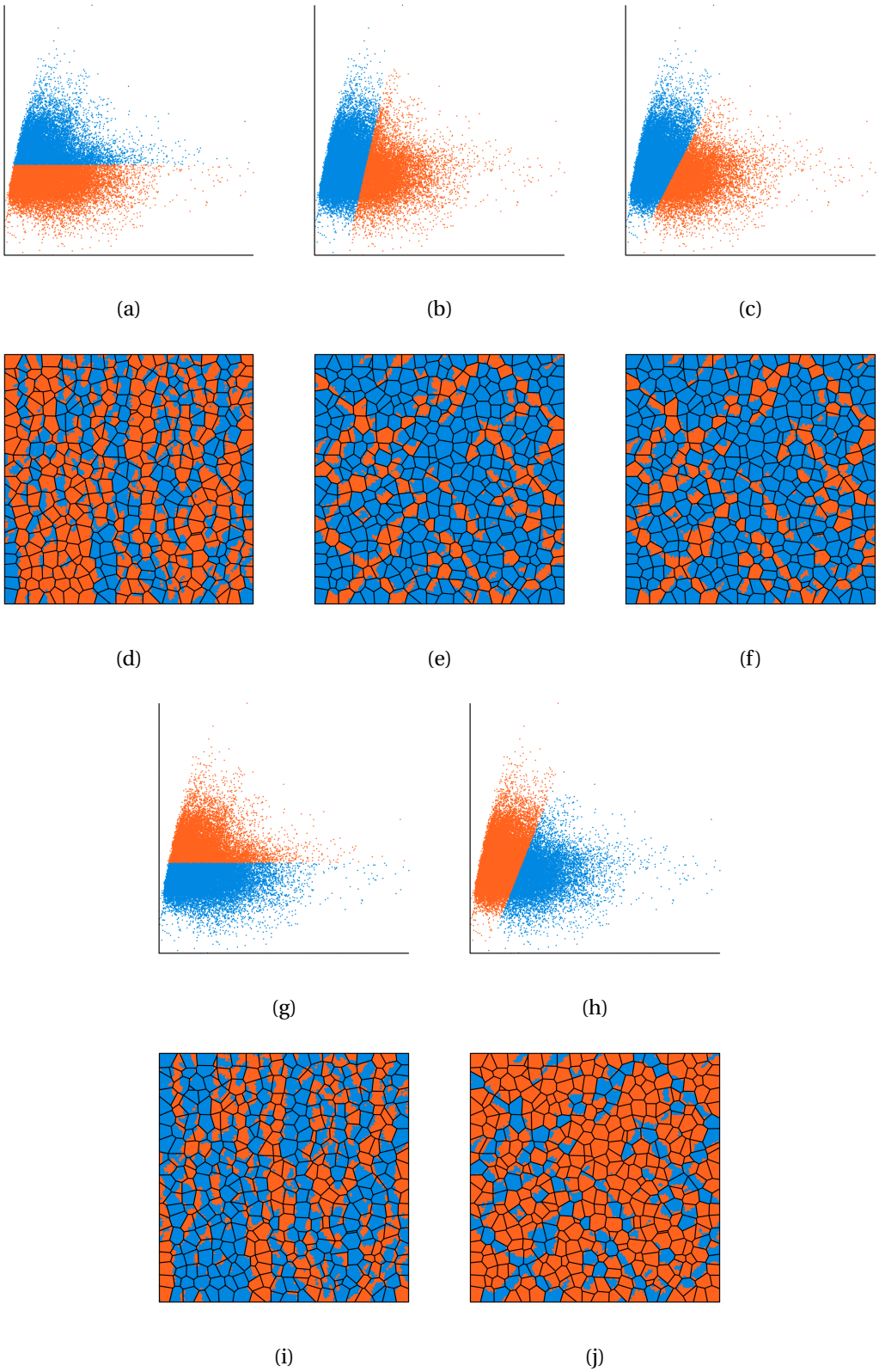


FIGURE A.4. – (a,b,c,g et h)Présentation des nuages de points et (d,e,f,i et j) Répartition spatiale des classes obtenues grâce aux K-moyennes en imposant deux classes, en utilisant la distance euclidienne et différentes méthodes de standardisation de données : (a,d) données brutes, (b,e) données standardisées (*cf.* équation A.11), (c,f) données normalisées (*cf.* équation A.12), (g,i) données décorrélées (*cf.* équation A.13) et (h,j) données blanchies (*cf.* équation A.14).

A.7. K-moyennes et notions de distance

La grande majorité des algorithmes de classification repose généralement sur l'utilisation de la distance entre les observations de manière à les répartir au sein de différentes classes, parmi ces distances on retrouve bien les notions de distance les plus couramment utilisées comme la distance euclidienne A.15 ou distance de Manhattan A.16. Ces deux définitions de distance découlent en réalité d'une notion de distance plus générale, la distance de Minkowski A.17. On présente également une dernière notion de distance, celle de Mahalanobis A.18 reposant sur l'utilisation d'une métrique correspondant ici à l'inverse de la matrice de covariance Σ.

$$d^E = \sqrt{\left(x_{A,1} - x_{B,1}\right)^2 + \ldots + \left(x_{A,D} - x_{B,D}\right)^2} \tag{A.15}$$

$$d^T = \left|x_{A,1} - x_{B,1}\right| + \ldots + \left|x_{A,D} - x_{B,D}\right| \tag{A.16}$$

$$d^{M_p} = \sqrt[p]{\left(x_{A,1} - x_{B,1}\right)^p + \ldots + \left(x_{A,D} - x_{B,D}\right)^p} \tag{A.17}$$

$$d^M = \sqrt{\left(x_A - x_B\right)^T \Sigma^{-1} \left(x_A - x_B\right)} \tag{A.18}$$

Les classifications suivantes ont été réalisées sur les données d'ores et déjà présentées au sein de l'annexe portant sur l'impact de la standardisation A.6. Pour cela les données ont été standardisées puis les données ont été classées grâce aux K-moyennes pour lesquelles différentes notions de distance ont été utilisées. Ainsi pour chaque cas les classes sont présentées d'une part grâce au nuage de point et d'autre part grâce à la microstructure.

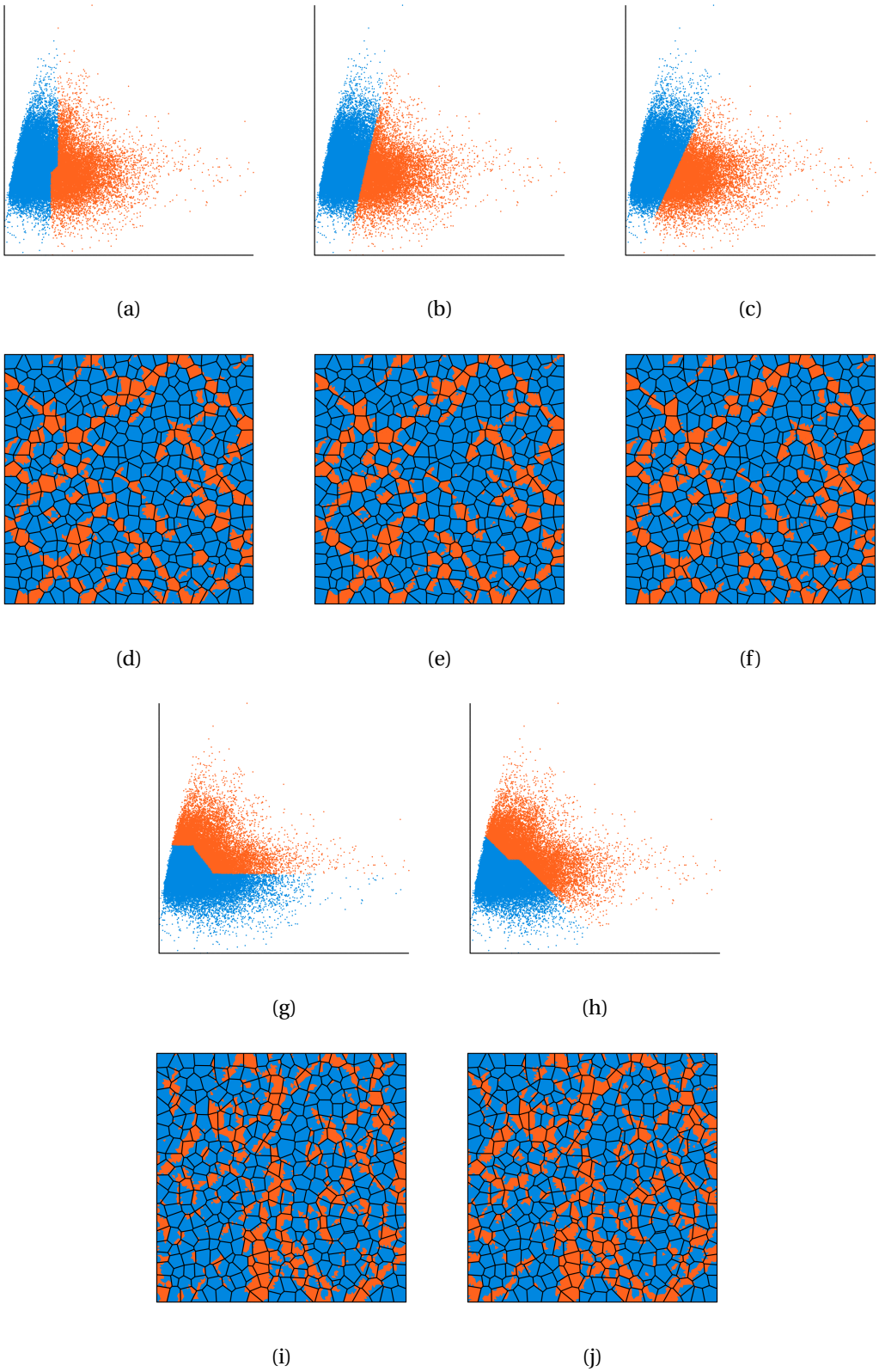


FIGURE A.5. – (a,b,c,g et h) Présentation des nuages de points et (d,e,f,i et j) Répartition spatiale des classes obtenues grâce aux K-moyennes en imposant deux classes, en standardisant les données brutes et en utilisant différentes notions de distance : (a,d) distance de Manhattan (*cf.* équation A.16), (b,e) distance euclidienne (*cf.* équation A.15), (c,f) distance de Mahalanobis (*cf.* équation A.18), (g,i) distance de Minkowski avec $p = 0.5$ (*cf.* équation A.17) et (h,j) distance de Minkowski avec $p = \infty$ (*cf.* équation A.17).

A.8. Qualité de classification

Il existe plusieurs critères pour quantifier la qualité d'un processus de classification de données, cependant ces critères sont généralement adaptés à une méthode ou plusieurs méthodes ; comme les processus de classification eux-mêmes, ces critères de qualité repostent également sur des hypothèses.

L'utilisation de ces critères de qualité peut être à plusieurs fins :

- Déterminer le nombre de classes optimal pour des algorithmes comme les K-moyennes ou GMM qui requièrent le nombre de classes comme paramètre d'entrée,
- Trouver la meilleure classification parmi un ensemble de classification réalisées. Les processus de classification visent à maximiser ou minimiser un certain critère, cependant l'optimisation de ce critère peut conduire à la rencontre de minimas ou maximas locaux. Ainsi l'utilisation de ce critère peut permettre de départager différentes classifications associées à un même algorithme.

Parmi ces différents critères on peut mentionner :

- L'index de Dunn [208] (*cf.* équation A.19) qui consiste un rapport de deux distances, la distance minimale entre les centroïdes des différentes classes et la distance maximale entre les observations assignées à une même classe. Ce critère repose sur l'hypothèse que les clusters doivent être linéairement séparables les uns des autres et ainsi convexes. On soulignera tout de même que la notion de distance est un des paramètres clés concernant la plupart des processus de classification, comme cela a pu être présenté pour les K-moyennes au sein de la partie A.7. Ainsi, bien que ce critère de qualité ne soit pas un critère d'optimisation en soi, il repose également sur une notion de distance et le choix de cette distance peut influer sur le choix de classification à conserver.

$$I_D^K = \frac{\min\limits_{k,k' \in [1,K]} d\left(c^{k'}, c^k\right)}{\max\limits_{k' \in [1,K]} \left(\max\limits_{i,i' \in C_k} d\left(x_i^k, x_{i'}^k\right)\right)} \tag{A.19}$$

  L'index de Dunn I_D^k est compris entre $+\infty$ pour la meilleure classification et 0 pour la pire.
- L'index de Davies–Bouldin [209] (*cf.* équation A.20)

$$\begin{aligned} I_{DB}^K &= \frac{1}{K} \sum_{k=1}^{K} \max_{k' \neq k} \left(\frac{\delta_k + \delta_{k'}}{d\left(c^{k'}, c^k\right)} \right) \\ \text{avec} \quad \delta_k &= \frac{1}{|C_k|} \sum_{i \in C_k} d\left(x_i^k, c^k\right) \end{aligned} \tag{A.20}$$

  L'index de Davies–Bouldin I_{DB}^k varie entre 0 et $+\infty$, respectivement attribués à la meilleure et à la pire des classifications
- Le coefficient de silhouette [210], contrairement aux critères présentés précédemment correspond à mesure de qualité de la classification pour une observation donnée. Ainsi

pour chaque observation, on calcule d'une part la distance moyenne avec les autres observations appartenant à la même classe A.21 et d'autre part la distance moyenne avec les observations n'appartenant pas à la classe à laquelle obtient l'observation A.22. Ainsi le coefficient de silhouette S_i^K de l'observation considérée est égal à la différence entre distance moyenne avec les autres observations appartenant à la même classe k et la distance moyenne avec les observations n'appartenant pas à cette classe (*cf.* équation A.23). Ce coefficient peut être par la suite moyenné par classe grâce à la relation A.24 permettant ainsi de quantifier la qualité de classification au sein de chaque classe.

$$a_i = \frac{1}{|C_i| - 1} \sum_{j \in C_i, i \neq j} d\left(x_i, x_j\right) \tag{A.21}$$

$$b_i = \min_{k \neq i} \frac{1}{|C_k|} \sum_{j \in C_k} d\left(x_i, x_j\right) \tag{A.22}$$

$$S_i^K = \frac{b_i - a_i}{max\{a_i, b_i\}}, \quad |C_i| > 1 \tag{A.23}$$

$$\overline{S_k^K} = \frac{1}{|C_k|} \sum_{i \in C_k} S_i^K \tag{A.24}$$

Ce coefficient S_i^K est compris entre -1 et 1, correspondant respectivement à la pire et à la meilleure classification.

On présente ainsi l'évolution des trois différents critères de qualité présentés précédemment pour un nombre de classe K variant de 2 à 7. La maximisation de l'index de Dunn I_D^K présentée figure A.6a conduit à un nombre de classe optimal égal à 2, toutefois, l'optimisation du nombre de classe basé sur critère alternatif comme celui de Davies–Bouldin I_{DB}^k présentée figure A.6b conduit cette fois à un nombre optimal de classe égal à 6. L'optimisation du nombre de classe basé sur le coefficient de silhouette est plus complexe car le nombre de valeur caractérisant la qualité de la classification est égale au nombre de classe et n'est, par conséquent, pas toujours le même. La détermination du nombre optimal de classe repose alors sur deux critères, on compare tout d'abord les valeurs minimales de S^k pour chaque classe et le nombre de classe optimal correspond alors à la valeur la plus élevée. Dans un second temps, si plusieurs valeurs sont identiques, la meilleure classification sera celle possédant le S^K le plus élevé. En comparant les différents coefficients de silhouette S^K présentés figure A.6c, les classifications réalisées avec 2 et 3 classes possèdent le même coefficient de silhouette minimal. Toutefois la classification réalisée avec deux classes possède le coefficient de silhouette maximal le plus élevé alors le nombre de classe optimal est 2 lorsqu'il est déterminé avec cette méthode.

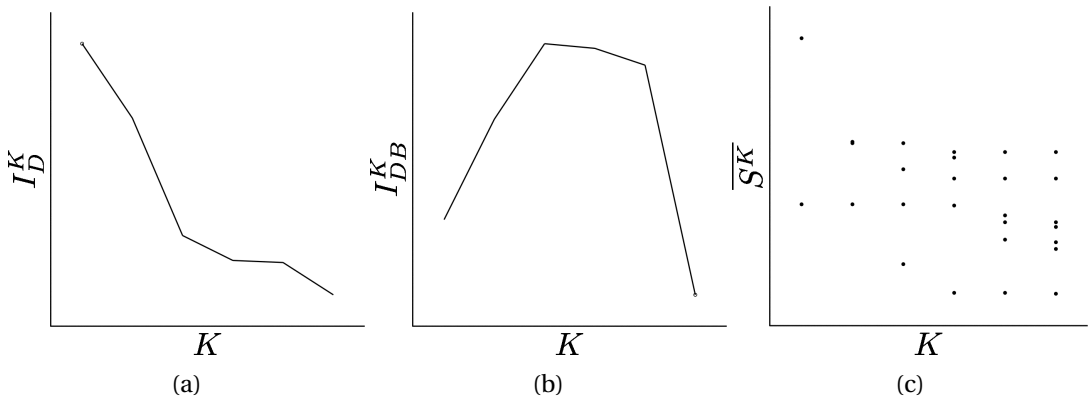


FIGURE A.6. – Comparaison des différents indices de qualité ainsi que du nombre de classe optimal par optimisation dudit critère : (a) Index de Dunn I_D^K maximal pour $K = 2$ classes, (b) index de Davies–Bouldin $I_D^K B$ minimal pour $K = 7$ classes et (c) coefficient de silhouette moyenné par classe $\overline{S_k^K}$

A.9. Simulation réalisées dans le cadre de ces travaux

Un grand nombre de simulations ont pu être réalisés pendant ces travaux de thèse, ainsi ces différentes simulations sont regroupées dans plusieurs tableaux en fonction de l'objectif pour lequel elles ont été réalisées.

Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam grains(μm) (U)FG	Diam grains(μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG
10	400	/	0,5	/	• $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $+25\,\mathcal{G}(\cdot,5°)$	/
100	/	400	/	5	/	• $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$
10	335	1	0,5	5	•	• $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $+25\,\mathcal{G}(\cdot,5°)$
24	1632	9	0,5	5	• • • • • $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$ $\mathcal{G}(\bullet,5°)$	• $\bullet$ $\bullet$ $\bullet$ $\bullet$ • • • •

• : aléa. – $\bullet$: [001] – $\bullet$: [011] – $\bullet$: [111] – $\bullet$: [123] – $\mathcal{G}(\cdot,\cdot)$: distribution gaussienne.

TABLEAU A.1. – Ensemble de microstructures dédié à l'étude de l'influence de l'orientation cristallographique et de la texture.

Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG	Contraste $\mathcal{R}$	Fract. vol. f_{CG} (%)
3,5	343	/	0,5	/	aléa.	/	/	0
35	/	343	/	5	/	aléa.	/	100
6.02	1056	1	0,5	5	aléa.	aléa.	10	30,53
7.17	2643	1	0,5	5	aléa.	aléa.	10	17,24

TABLEAU A.2. – Polycristaux uni- et bi-modaux à un CG central 3D ayant fait l'objet de simulations.

Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. (U)FG	CG 1	CG 2	CG 3	CG 4	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Ori. (U)FG	Contraste $\mathcal{R}$
25	2500					0,5	/	aléa.	/
	2443	•					5		10
	2439		•						
	2442			•					
	2437				•				
	2382	•	•						
	2385	•		•					
	2380	•			•				
	2381		•	•					
	2376		•		•				
	2379			•	•				
	2324	•	•	•					
	2319	•	•		•				
	2322	•		•	•				
	2318		•	•	•				
	2261	•	•	•	•				

TABLEAU A.3. – Groupe de 16 polycristaux obtenus pour toutes les configurations de microstructures à maillage commun pour 4 CG.

Dim. modèle	Nom	Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Sollicitations
2D-ext.	$Uni-FG$	10	400	/	0,5	/	Traction selon z
	$Uni-CG$	100	/	400	/	5	Cisaillement selon x
	$Bi-1CG-f20$	10	335	1	0,5	5	Traction biaxiale selon x & z
	$Bi-9CG-f16$	33	3645	9	0,5	5	
	$Bi-9CG-f29$	24	1632	9	0,5	5	
3D	/	6.02	1057	1	0,5	5	Traction selon x Traction selon y Traction selon z

TABLEAU A.4. – Polycristaux 2D-extrudés et 3D utilisés pour étudier l'influence de la sollicitation.

Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains	Diam. grains (μm)	Ori. grains	* d_{gs}	* d_{gb}
5	100	0,5	aléa.	•	•
25	100	2,5		•	•
50	100	5		•	•
100	100	10		•	•

* : Nature du paramètre de longueur interne utilisé dans le terme de Hall-Petch.

TABLEAU A.5. – Polycristaux unimodaux 2D-extrudés pour l'influence du paramètre de longueur interne sur les mécanismes de déformation.

Dimension $L\,(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	* Δx	* Δy	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG	Contraste $\mathcal{R}$	Fract. vol. f_{CG} (%)
	2431	1	/	/						1,97
	2393	2	0	3,75						5,05
	2368	2	0	5						6,29
	2371	2	0	6,25						6,28
	2369	2	0	7,5						6,29
	2394	2	3,75	0						5,06
	2377	2	3,75	3,75						5,71
	2371	2	3,75	5						6,29
	2374	2	3,75	6,25						6,29
	2375	2	3,75	7,5						6,28
	2376	2	5	0						6,28
	2371	2	5	3,75						6,28
25	2371	2	5	5	0,5	5	aléa.	aléa.	10	6,28
	2370	2	5	6,25						6,29
	2370	2	5	7,5						6,28
	2371	2	6,25	0						6,28
	2369	2	6,25	3,75						6,28
	2368	2	6,25	5						6,29
	2371	2	6,25	6,25						6,29
	2370	2	6,25	7,5						6,29
	2373	2	7,5	0						6,28
	2371	2	7,5	3,75						6,28
	2367	2	7,5	5						6,28
	2371	2	7,5	6,25						6,28
	2371	2	7,5	7,5						6,29

* : Coordonnées relatives par rapport au CG de référence.

TABLEAU A.6. – Groupe de 25 polycristaux dont la position d'un CG varie pour étudier l'influence des positions relatives sur les motifs de localisation et les phénomènes de réduction de contrainte.

Nom	Elasticité		Matrice h^{su}		Ecrouissage		CG?	
	Isotrope	Tenseur cubique	[199]	[141]	[199]	Macro-homogène (U)FG	CG	trou
$Uni-FG$	•		•		•		/	/
		•	•		•		/	/
	•			•	•		/	/
$Uni-CG$	•		•		•		/	/
		•	•		•		/	/
	•			•	•		/	/
$Bi-1CG-f20$	•		•		•		•	
		•	•		•		•	
	•			•	•		•	
	•		•			•	•	
	•		•		•			•
$Bi-1CG-f13$	•		•		•		•	
	•		•		•			•
$Bi-1CG-f9$	•		•		•		•	
	•		•		•			•
$Bi-9CG-f16$	•		•		•		•	
		•	•		•		•	
	•			•	•		•	
	•		•			•	•	
$Bi-9CG-f29$	•		•		•		•	
		•	•		•		•	
	•			•	•		•	
	•		•			•	•	

TABLEAU A.7. – Différentes configurations de modifications du comportement mécanique testées.

Nom	Dimension $L(\mu m)$	Nb. grains (U)FG	Nb. grains CG	Diam. grains(μm) (U)FG	Diam. grains(μm) CG	Ori. grains (U)FG	Ori. grains CG	Contraste $\mathcal{R}$	Fract. vol. f_{CG} (%)	Agrégation α_{min}	Agrégation $\overline{\alpha}$	Agrégation α_{max}	Tortuosité (Djikstra) $\overline{\tau}_x$	Tortuosité (Djikstra) $\tilde{\mu}^3(\tau_x)$	Tortuosité (Djikstra) $\tilde{\mu}^4(\tau_x)$	Tortuosité (Djikstra) $\overline{\tau}_z$	Tortuosité (Djikstra) $\tilde{\mu}^3(\tau_z)$	Tortuosité (Djikstra) $\tilde{\mu}^4(\tau_z)$
$Uni-FG$	10	400	/	0,5	/	aléa.	/	/	0	/	/	/	/	/	/	/	/	/
$Uni-CG$	100	/	400	/	5	/	aléa.	/	100	/	/	/	/	/	/	/	/	/
/	8	196				aléa.			30,65	/	/	/	1,054	0,533	2,233	-	-	-
/	8,5	223				aléa.			27,11	/	/	/	1,051	0,555	2,255	-	-	-
/	9	260				aléa.			24,24	/	/	/	1,036	0,732	2,555	-	-	-
/	9,5	294				aléa.			21,71	/	/	/	1,035	0,676	2,380	-	-	-
$Bi-1CG-f20$	10	335				aléa.			19,67	/	/	/	1,029	0,840	2,645	-	-	-
/	10,5	376				aléa.			17,78	/	/	/	1,024	0,955	2,815	-	-	-
/	11	423				aléa.			16,20	/	/	/	1,021	1,103	3,247	-	-	-
/	11,5	462	1	0,5	5	aléa.	aléa.	10	14,90	/	/	/	1,020	0,983	2,842	-	-	-
/	12	511				aléa.			13,61	/	/	/	1,015	1,039	3,131	-	-	-
$Bi-1CG-f13$	12,5	561				aléa.			12,56	/	/	/	1,014	1,187	3,283	-	-	-
/	13	611				aléa.			11,60	/	/	/	1,014	1,065	3,046	-	-	-
/	14	719				aléa.			10,00	/	/	/	1,004	0,961	2,656	-	-	-
$Bi-1CG-f9$	15	836				aléa.			8,73	/	/	/	1,008	1,583	4,727	-	-	-
/	16	954				aléa.			7,69	/	/	/	1,008	1,221	3,158	-	-	-
/	17,5	1160				aléa.			6,41	/	/	/	1,005	1,655	4,654	-	-	-
$Bi-9CG-f16$	33	3645	9 ◄	0,5	5	aléa.	aléa.	10	16,28	0,283	0,524	0,728	1,009	0,695	2,769	1,008	1,019	4,109
$Bi-9CG-f29$	24	1632	9 ►			aléa.			29,15	0,358	0,676	1	1,033	1,044	3,647	1,052	0,399	2,041
$Bi-4CG-R5$	9,5	281			2,5	aléa.		5	22,47				1,020	1,019	0,462	0,562	2,292	2,451
$Bi-4CG-R10$	18	1129			5	aléa.		10	22,13				-	-	-	-	-	-
$Bi-4CG-R15$	28,5	2534	4 ◄	0,5	7,5	aléa.	aléa.	15	22,08	0,493	0,601	0,689	1,019	1,062	0,472	0,548	2,494	2,479
$Bi-4CG-R20$	38	4504			10	aléa.		20	22,05				-	-	-	-	-	-
$Bi-4CG-R25$	47,5	7019			12,5	aléa.		25	22,03				1,017	1,017	0,640	0,653	2,526	2,751
/	9,5	291			2,5	aléa.		5	20,27				-	-	-	-	-	-
/	18	1159			5	aléa.		10	20,00				-	-	-	-	-	-
/	28,5	2614	4 ►	0,5	7,5	aléa.	aléa.	15	19,91	0,771	0,884	1	-	-	-	-	-	-
/	38	4636			10	aléa.		20	19,89				-	-	-	-	-	-
/	47,5	7230			12,5	aléa.		25	19,89				-	-	-	-	-	-

◄ : Configuration CG isolés – ► : Configuration CG partiellement agrégés.

TABLEAU A.8. – Polycristaux 2D-extrudés uni- et bi-modaux présentés dans ce manuscrit et second groupe de microstructures à facteur d'échelle. Différents descripteurs de microstructures sont renseignés comme la fraction volumique de CG, la tortuosité moyenne dans les directions x et z, son asymétrie et son kurtosis (obtenu à partir de l'algorithme de Djikstra).

A.10. Activation des systèmes de glissement au sein des polycristaux unimodaux

Pour rappel, la recherche des valeurs seuils les plus pertinentes s'appuie sur 3 considérations principales :

- Pour une déformation plastique globale de 1, il a été montré expérimentalement sur un échantillon de 316L que la microstructure était entièrement écrouie. Pour cette même déformation plastique, la plasticité doit transparaître comme généralisée au sein des polycristaux unimodaux,
- Le nombre maximal de systèmes de glissement pouvant être activés simultanément est de 5 correspondant à la valeur maximale donnée par Taylor [211],
- La déformation se localise en bandes orientées à $\pm 45°$ [205], probablement comme l'activation des systèmes de glissement, les deux étant par ailleurs reliés.

On rappelle que les lois matériaux utilisés reposent sur le modèle de Méric-Cailletaud [199] qui est un modèle phénoménologique, ce qui ne permet pas de s'appuyer sur des valeurs de la littérature comme les densités de dislocations utilisées par exemple dans les modèles quasi-physiques. On présente ainsi les champs déterminés grâce à trois seuils différents appliqués soit au glissement plastique γ (*cf.* figure A.8) soit à la vitesse de glissement plastique $\dot{\gamma}$ (*cf.* figure A.7). Ces seuils ont été appliqués à deux microstructures unimodal (U)FG et CG, et les champs sont présentés pour deux déformations imposées.

L'observation des différents champs correspondant aux seuils les plus faibles sur γ et $\dot{\gamma}$ conduit à un nombre de systèmes de glissement activés simultanément trop important pour les deux tailles de grains. Lorsque l'on s'interesse cette fois aux seuils les plus élevés, la plasticité n'est ni généralisée dans le cas (U)FG ni dans le cas CG. Les seuils intermédiaires, $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-4}$ et $\gamma = 5 \times 10^{-3}$, permettent de visualiser la localisation de la déformation sous forme de bandes orientées à 45 degrés à faible déformation imposée. De plus la plasticité apparaît comme généralisée avec un nombre de systèmes de glissement proche de 5.

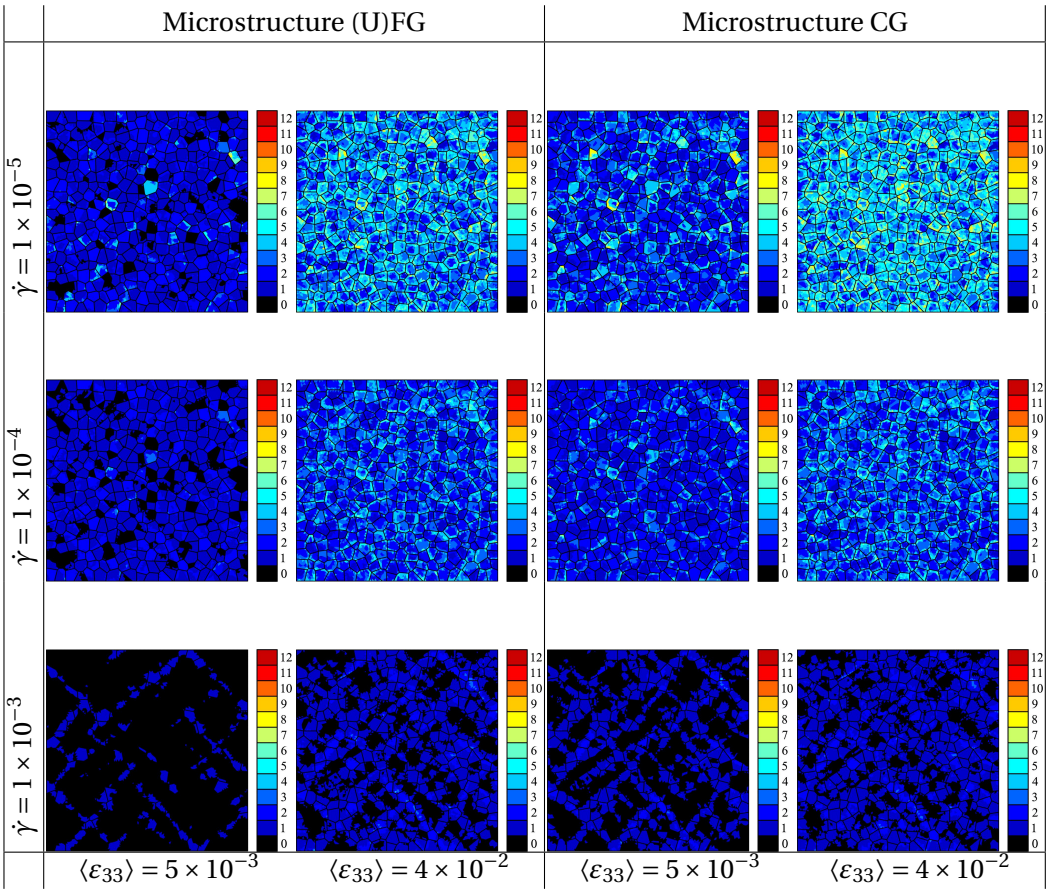


FIGURE A.7. – Champs d'activation des systèmes de glissement basés sur trois vitesses de glissement différentes : (a,b,c,d) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-5}$, (e,f,g,h) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-4}$ et (i,j,k,l) $\dot{\gamma} = 1 \times 10^{-3}$. Critère appliqué à deux microstructures unimodales (a,b,e,f,i,j) (U)FG et (c,d,g,h,k,l) CG à deux déformations imposées différentes (a,c,e,g,i,k) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 5 \times 10^{-3}$ et (b,d,f,h,j,l) et $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 4 \times 10^{-2}$.

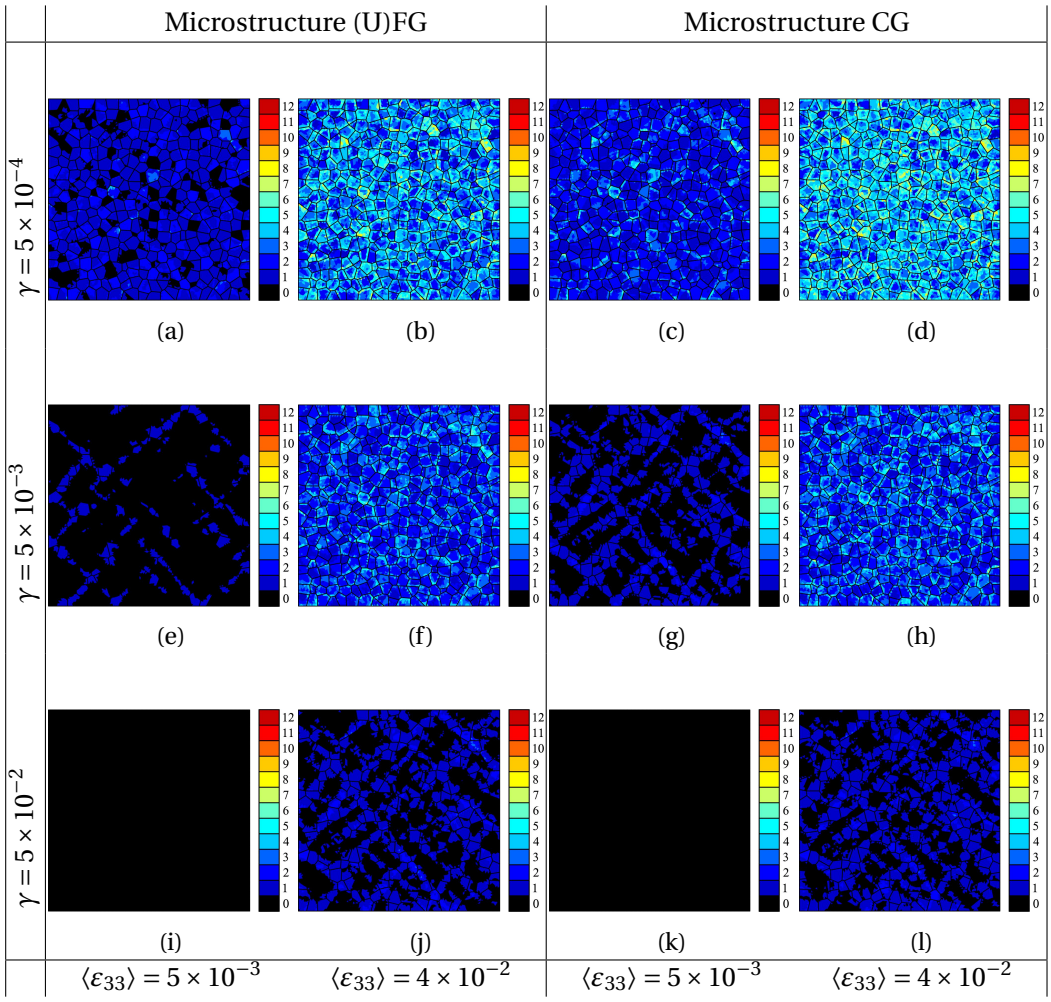


FIGURE A.8. – Champs d'activation des systèmes de glissement basés sur trois quantités de glissement différentes : (a,b,c,d) $\gamma = 5 \times 10^{-4}$, (e,f,g,h) $\gamma = 5 \times 10^{-3}$ et (i,j,k,l) $\gamma = 5 \times 10^{-2}$. Critère appliqué à deux microstructures unimodales (a,b,e,f,i,j) (U)FG et (c,d,g,h,k,l) CG à deux déformations imposées différentes (a,c,e,g,i,k) $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 5 \times 10^{-3}$ et (b,d,f,h,j,l) et $\langle \varepsilon_{33} \rangle = 4 \times 10^{-2}$.

Résumé

Cette étude porte sur le comportement mécanique d'un acier austénitique inoxydable 316L à distribution bimodale de tailles de grains. Une première partie, autosuffisante, traite de l'amélioration du procédé d'élaboration et une seconde, plus conséquente, s'intéresse à la compréhension des mécanismes de déformation de ces alliages par une approche numérique.

Pour cette étude, les échantillons d'analyse sont élaborés par métallurgie des poudres. Un chapitre est dédié à la description des différentes stratégies suivies pour limiter l'oxydation du matériau au cours de son élaboration. Parmi ces voies d'amélioration on peut citer : l'étape de broyage, le choix des poudres, la passivation et la boîte à gants. L'ajout d'une étape supplémentaire d'agglomération des poudres est également considéré pour améliorer le contraste de tailles de grains entre grains ultrafins et grains de tailles conventionnelles.

La partie numérique porte sur la compréhension des mécanismes par l'analyse des comportements locaux, leur intensité comme leur répartition spatiale et ce de manière quantitative. Pour cela, la modélisation du comportement des microstructures bimodales repose sur une modélisation à champs complets et l'utilisation du modèle de plasticité cristalline de Méric-Cailletaud modifié pour prendre en compte un effet de taille de grains. Différentes microstructures ont été étudiées pour comprendre l'influence des divers paramètres microstructuraux associés aux microstructures bimodales. Par la suite, ces microstructures ont été sollicitées en cisaillement et en traction biaxiale pour décrire l'influence du chargement sur les comportements locaux.

Mots clés : grains ultrafins, distribution bimodale, métallurgie des poudres, broyage, frittage SPS, acier, 316L, modélisation à champs complets, plasticité cristalline.

Abstract

This work focuses on the mechanical behavior of austenitic stainless steels with a bimodal grain size distribution. A first part, self-sufficient, is dedicated to the improvement of the elaboration process and a second part, more consequent, proposed an in-depth numerical analysis of the deformation mechanisms governing the constitutive behaviour of these alloys.

In this study, the samples are elaborated by powder metallurgy and SPS. One section describes the different strategies adopted to limit the oxidation of the material during elaboration. Among these ways of improvement, we can mention : the ball milling step, the choice of powders, the passivation and the glove box. The addition of an additional powder agglomeration step is also considered to improve the contrast of grain sizes between ultrafine grains and grains of conventional size. The addition of an agglomeration step is also considered to improve the grain size contrast between ultrafine grains and grains of conventional size.

The numerical section aims at understanding the mechanisms by analysing the local behaviors, their intensity as well as their spatial distribution in a quantitative way. For this, the constitutive modelling of bimodal microstructures is based on a full field modelling and the use of a modified Méric-Cailletaud crystal plasticity model to take into account a grain size effect. Different microstructures have been studied to understand the influence of various microstructural parameters associated with bimodal microstructures. Subsequently, these microstructures were loaded in shear and in biaxial tension to describe the influence of the loading on the local behavior.

Keywords : ultrafine grains, bimodal grain size distribution, powder metallurgy, ball milling, SPS sintering, steel, 316L, full-field modelling, crystalline plasticity.