Université de Caen/Basse-Normandie

U.F.R : Sciences

Ecole doctorale SIMEM

Manuscript de thèse

Présenté par

Mr Clément Keller

en vue de l'obtention du

Doctorat de l'Université de Caen

Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Arrêté du 07 Août 2006

Titre

Etude expérimentale des transitions volume/surface des propriétés mécaniques du nickel polycristallin de haute pureté

Membres du Jury

Rapporteurs

Mme Anne-Marie Habraken	Directrice de recherches	Université de Liège
Mr Xavier Feaugas	Professeur des Universités	Université de La Rochelle

Examinateurs

Mme Elisabeth Gautier	Directrice de recherches	Ecole des Mines de Nancy
Mr Philippe Picart	Professeur des Universités	Université de Besançon
Mr Daniel Chateigner	Professeur des Universités	IUT de Caen
Mr Fabien Onimus	Chargé de recherches	CEA Saclay
Mr Eric Hug	Professeur des Universités	Université de Caen (directeur de thèse)

Table des matières

Introduction **1**

I Eléments de bibliographie et présentation du matériau d'étude 3

1 Eléments de bibliographie **5**
1.1 Comportement mécanique en traction simple des matériaux cubiques faces centrées 6
1.1.1 Plasticité du monocristal . . . 6
1.1.2 Plasticité du polycristal . . . 9
1.2 Effets de taille microstructurale . . . 15
1.2.1 Effet de taille de grains . . . 15
1.2.2 Effet des dimensions des échantillons . . . 18
1.3 Transition polycristal-multicristal . . . 23
1.3.1 Modification des propriétés mécaniques . . . 24
1.3.2 Modification de la rupture . . . 27
1.4 Effets de surface . . . 28
1.4.1 Les monocristaux . . . 28
1.4.2 Les polycristaux . . . 31
1.5 Synthèse . . . 34

2 Obtention du matériau d'étude et caractérisation microstructurale **35**
2.1 Stratégie adoptée et présentation du matériau . . . 36
2.2 Maitrise de la taille de grains . . . 37
2.2.1 Traitements thermiques . . . 37
2.2.2 Statistique de taille de grains . . . 38
2.2.3 Echantillons obtenus . . . 40
2.3 Analyse de la texture cristallographique . . . 41
2.3.1 Echantillons d'épaisseurs 500 µm . . . 41
2.3.2 Echantillons d'épaisseurs variables . . . 44
2.4 Analyse du caractère des joints de grains . . . 46
2.5 Synthèse . . . 47

II Comportement mécanique 49

3 Méthodologie et description des essais mécaniques **51**
3.1 Méthodologie générale . . . 52
3.2 Descriptif des essais mécaniques . . . 53
3.2.1 Essai de traction . . . 53
3.2.2 Essai de charge-décharge . . . 54

4 Comportement mécanique à épaisseur constante **59**
4.1 Traction simple et modélisation de l'écrouissage . . . 60
4.1.1 Etude du stade II . . . 62
4.2 Partition de la contrainte . . . 67
4.3 Volume d'activation apparent . . . 68
4.4 Formalisme de Hall-Petch . . . 69
4.4.1 Application à la traction . . . 69
4.4.2 Application aux contraintes internes et effectives . . . 74
4.5 Synthèse . . . 79

5 Comportement mécanique à épaisseur variable **81**
5.1 Traction simple . . . 82
5.2 Ecrouissage . . . 85
5.3 Synthèse . . . 89
5.4 Synthèse de la première partie . . . 90
5.4.1 Comparaison entre les deux types d'échantillons . . . 90
5.4.2 Suite des travaux . . . 92

III Microscopie électronique et analyse des résultats **93**

6 Etude des structures de dislocations en microscopie électronique en transmission **95**
6.1 Echantillons d'épaisseur 500 µm . . . 96
6.1.1 Méthodologie . . . 96
6.1.2 Structures de dislocations à cœur . . . 100
6.1.3 Structures de dislocations en surface . . . 105
6.2 Echantillons d'épaisseurs différentes . . . 109
6.2.1 Structures de dislocations . . . 109
6.3 Analyse des densités de dislocations . . . 112
6.4 Synthèse . . . 113

7 Analyse des résultats **115**
7.1 Synthèse des effets de tailles . . . 116
7.1.1 Effet de la taille de grains . . . 116
7.1.2 Effet de l'épaisseur . . . 117
7.1.3 Effet du rapport t/d . . . 118
7.1.4 Domaines d'interaction . . . 119
7.2 Mécanismes de la modification du comportement mécanique . . . 121
7.2.1 Résultats des essais mécaniques . . . 121
7.2.2 Résultats de l'étude MET . . . 124
7.3 Origine de la modification du comportement . . . 127
7.3.1 Comparaison polycristal-monocristal . . . 127
7.3.2 Effets de surface . . . 129
7.3.3 Sources de dislocations en surface . . . 131

Conclusions et perspectives **133**

Références bibliographiques **137**

Liste des symboles et accronymes **145**

A Techniques expérimentales **147**
A.1 Préparation des échantillons 147
A.1.1 Echantillons pour analyses optique, MEB et RX 147
A.1.2 Echantillons pour analyses MET 148
A.2 Analyses microstructurales 149
A.2.1 Analyse de la taille de grains 149
A.2.2 Orientation du cristal et calcul des densités de dislocations en MET 151
A.2.3 Analyse quantitative de texture 157
A.2.4 Technique statistique d'analyse de cellules de dislocations 161
A.3 Essais mécaniques 164
A.3.1 Eprouvettes et machine d'essais 164
A.3.2 Extensométrie sans contact 166

Table des figures **175**

Liste des tableaux **179**

Remerciements

Bien avant de débuter cette thèse, je m'étais toujours demandé ce que j'écrirai dans les remerciements de mon hypothétique manuscrit de thèse portant sur un improbable et long sujet. Voici donc le moment venu d'effectuer cette tâche qui clos trois années de travail bien remplies.

Je tiens en premier lieu à remercier Antoine Maignan, directeur du Crismat, pour m'avoir accueilli lors de mon stage de master recherche et ensuite pour l'octroi de ma bourse de thèse. Je tiens ensuite à remercier les membres du jury, Xavier Feaugas et Anne-Marie Habraken pour avoir accepter de rapporter mes travaux de thèse malgré leur emploi du temps chargé mais aussi Daniel Chateigner, Fabien Onimus, Philippe Picart ainsi qu'Elizabeth Gautier pour avoir participé à mon jury de thèse.

Je tiens ensuite à remercier comme il se doit Eric Hug pour sa direction de thèse idéale. Il a su m'exprimer toute sa confiance tout en m'accordant une grande autonomie. Très vite, nous avons pu travailler en s'affranchissant du cadre « thésard-directeur » ce qui nous a permis de collaborer mutuellement sur nos thématiques respectives. Si un jour je deviens directeur de thèse, j'espère pouvoir réussir à faire de même. Ensuite je tiens à remercier Ivan Guillot, qui a su, il y a quelques années, m'offrir la possibilité de découvrir le monde de la recherche et m'a donné l'envie de poursuivre ensuite par cette thèse.

Je remercie ensuite toutes les personnes qui ont contribuées au bon déroulement de ce travail, notamment Daniel Chateigner pour les travaux sur la texture cristallographique ainsi que Richard Retoux pour l'accès à la microscopie en transmission. Mes remerciements vont ensuite à Xavier Feaugas pour m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'Université de La Rochelle ainsi que pour les quelques jours riches d'enseignements passés devant un Jeol 2010.

De même, merci à toutes les personnes du laboratoire qui ont contribuées à rendre agréables ces trois années, parmi elles : Simon Thibault, Driss Kenfaui (qui a du prendre froid quelques fois avec la fenêtre ouverte), Karine Charlet, Sophie Eve, Moussa Gomina, Jean-Paul Jarnot, Carlos Bernuy-Lopez, Natalia Bellido, Montserrat Casas-Cabanasas (gracias a los tres por vuestra ayuda con el post-doc), Mathieu Rudloff, Jérôme Chottin, Fanny Destaing, Jérôme Bazin et David Blond à qui j'ai seulement réussi à prendre un set au badminton...

Je tiens à remercier en avant dernier lieu mes parents qui nous ont permis à moi et mes trois sœurs de faire des études supérieures, mon cher vélo qui m'a permis d'effectuer les 10 km journaliers (en moyenne...) pour aller au labo, sans jamais se plaindre, F.I.P. pour sa programmation radiophonique, le maître Ali Farka Touré pour son album « Talking Timbuctu », Wim Wenders pour « Paris, Texas » ainsi que Almudena Grandes pour « El corazón helado ».

Enfin je dédis ce travail à Claudie Keller, la première scientifique (connue) de la famille, pour son soutien et pour m'avoir permis d'étudier quelques mois à Paris...

Y para terminar, quiero agradecerle a mi novia por haberme aguantado, haberme apoyado y ayudado cada vez que hizo falta. Ojalá pudiera hacerlo al revés. A ver si un día te pones a escribir una tesis...

Ce ne serait rien si nous n'avions pas en face de nous, l'infini

---

Alessandro Baricco,
Les châteaux de la colère

Introduction

Les effets de tailles sur le comportement mécanique des matériaux métalliques ont fait l'objet de nombreuses études depuis le 20ème siècle. Plusieurs travaux de références tels que ceux de Hall et Petch dans les années 50 sur l'effet de taille de grains pour les polycristaux ou quelques années plus tard ceux de Fourie sur l'effet de l'épaisseur pour les monocristaux nous permettent aujourd'hui d'avoir une compréhension suffisante des effets de taille pour une utilisation industrielle des métaux.

Néanmoins, la fin du siècle dernier a vu débuter une course effrénée à la miniaturisation des systèmes technologiques notamment due à la révolution informatique. Plusieurs secteurs économiques sont ainsi concernés, la télécommunication, la médecine, l'automobile, l'aérospatiale ou l'industrie... Cette course est telle que certains analystes économiques[1] ont prévu, de 2005 à 2009, une augmentation du marché des MST (Micro-System Technology) de plus de 16% annuelle. L'utilisation au sein de ces microsystèmes de micro-vis, de mini-goupilles ou mini-ressorts, dont les dimensions caractéristiques n'excèdent pas 500 µm, ont provoqué un regain d'intérêt de l'étude des effets de tailles sur le comportement mécanique pour des raisons de mise en forme et de fiabilité des dispositifs mécaniques.

Avec une réduction des dimensions, une interaction entre la longueur caractéristique de la plasticité et la longueur caractéristique des dimensions des échantillons apparaît, engendrant une modification du comportement mécanique [1]. L'utilisation industrielle de ces micro-composants devient ainsi problématique du fait de leur manque de fiabilité et de leur difficulté de mise en forme. Pour des géométries de produits finis simples, les techniques d'emboutissage, de pliage ou d'extrusion permettent des résultats corrects mais néanmoins limités en termes de dimensions de pièces et de déformations plastiques équivalentes admissibles [2–4]. Pour des géométries complexes, ces éléments de faibles dimensions sont encore tournés ou moulés [2, 3], empêchant des cadences de production élevées. La connaissance des effets de tailles provenant des études antérieures permettent difficilement de comprendre les mécanismes responsables de cette modification des propriétés mécaniques. Des nouveaux travaux expérimentaux sont donc nécessaires pour appréhender le comportement des matériaux sous forme mince et modifier les processus de mise en forme et de production afin de consolider la révolution technologique liée à la miniaturisation.

Cette thèse s'inscrit dans cette thématique avec l'étude d'une transition entre des échantillons volumiques et des échantillons surfaciques sur le comportement mécanique du nickel polycristallin de haute pureté. Cette transition peut faire intervenir jusqu'à quatre effets de tailles : un effet de taille de grains, un effet des dimensions, un effet des surfaces libres et un effet d'une transition polycristal-monocristal, et ce de manière simultanée. L'objectif premier de ce travail de thèse est d'obtenir une base de résultats expérimentaux avec une séparation des différents effets de taille, en utilisant des échantillons de différentes valeurs d'épaisseur et de nombre de grains

[1] Nexus Market analysis for MEMS and Microsystems III 2005-2009

dans l'épaisseur. Le second objectif est de caractériser les mécanismes responsables de la modification du comportement à l'échelle microstructurale avec une réduction générale des dimensions. La démarche expérimentale se base sur deux études complémentaires. La première consiste en la réalisation d'essais mécaniques de traction simple et de charge-décharge en portant une attention particulière à l'effet de l'épaisseur et du nombre de grains dans l'épaisseur, tout en gardant un comportement polycristallin à travers la largeur des éprouvettes. La seconde repose sur une importante caractérisation microstructurale permettant de relier les résultats issus des essais mécaniques aux mécanismes de plasticité. Le nickel a été choisi pour sa structure cristallographique cubique faces centrées, sa pureté, la présence d'une seule phase et ses mécanismes de déformation aujourd'hui bien connus. Il n'a, par ailleurs, pas fait l'objet d'études récentes sur les effets de tailles contrairement au cuivre et à l'aluminium.

Le présent manuscript de thèse débute par une étude bibliographique non exhaustive des différents effets de tailles pouvant apparaître avec une transition volume/surface, effets de taille de grains, effet des dimensions, transition polycristal-multicristal et effets de surface. L'élaboration ainsi que les caractéristiques microstructurales du matériau d'étude (texture cristallographique, répartition de la taille de grains, propriétés élastiques et caractère des joints de grains) sont ensuite présentées au cours d'un second chapitre.

Deux parties expérimentales font suite à ces premiers chapitres, une première basée sur la caractérisation mécanique à travers des essais de traction simple et de charge-décharge et une seconde basée sur l'observation en microscopie électronique en transmission des différentes structures de dislocations présentes à cœur et 50 µm sous la surface libre. Cette seconde partie s'achèvera par une analyse et une discussion des différents résultats obtenus.

Enfin, une série de conclusions basées sur ces résultats sera présentée, accompagnée des perspectives envisageables pour la suite de ces travaux.

Première partie

Eléments de bibliographie et présentation du matériau d'étude

Chapitre 1

Eléments de bibliographie

L'étude des transitions volume/surface relève de l'étude plus vaste des effets de taille sur le comportement mécanique des matériaux. Ces effets de taille ont fait jusqu'à présent l'objet de recherches intensives laissant apparaître des mécanismes complexes de modification des propriétés mécaniques. La réduction des dimensions semble induire plusieurs effets de tailles simultanés, c'est pourquoi il nous a semblé nécessaire de dresser un bilan des différents travaux antérieurs à cette étude s'intéressant au rôle de ces derniers sur le comportement mécanique des matériaux métalliques. Les travaux présentés proviennent de deux communautés différentes : une première « métallurgique » et une seconde « mécanicienne ». La première communauté s'est principalement intéressée aux différents mécanismes des effets de taille et a étudié majoritairement des monocristaux. La seconde, plus récente, s'intéresse plus particulièrement aux problèmes mécaniques liés à la mise en forme des matériaux minces sous forme polycristalline. Les deux points de vue sont parfaitement complémentaires, il nous a ainsi paru pertinent de présenter l'ensemble de ces différents travaux, indépendamment du caractère mono ou polycristallin du matériau, car les effets sur ces deux types de matériaux sont similaires et les mécanismes sans doute proches. Ainsi, cette revue bibliographique s'intéresse dans un premier temps au comportement plastique « standard » des matériaux métalliques, monocristallins et polycristallins, puis détaille ensuite les trois modifications principales du comportement mécanique, dérivant des effets de taille, relatives à la problématique.

1.1 Comportement mécanique en traction simple des matériaux cubiques faces centrées

1.1.1 Plasticité du monocristal

La déformation plastique des matériaux cristallins est associée au glissement de certains plans cristallographiques dû au mouvement des dislocations présentes au sein du matériau. Pour les matériaux cubiques faces centrées, le glissement se produit pour les plans les plus denses (en termes de densité d'atomes), de la famille {111}, le long des directions les plus denses, c'est à dire $< 110 >$. Il existe donc plusieurs combinaisons de plans et directions possibles, donnant naissance à 12 systèmes de glissements différents. Au cours d'une sollicitation, l'activation d'un système de glissement va être régie par la loi de Schmid et Boas. Cette loi détermine la condition critique pour produire un glissement sur un plan cristallographique donné. Le glissement s'effectuera si la contrainte appliquée, σ, est égale à une valeur critique, fonction de la cission critique résolue, τ_c et des angles formés par la normale au plan considéré et la direction de traction (angle ϕ) ainsi qu'entre la direction de traction et la direction de glissement (angle λ), comme illustré figure 1.1.

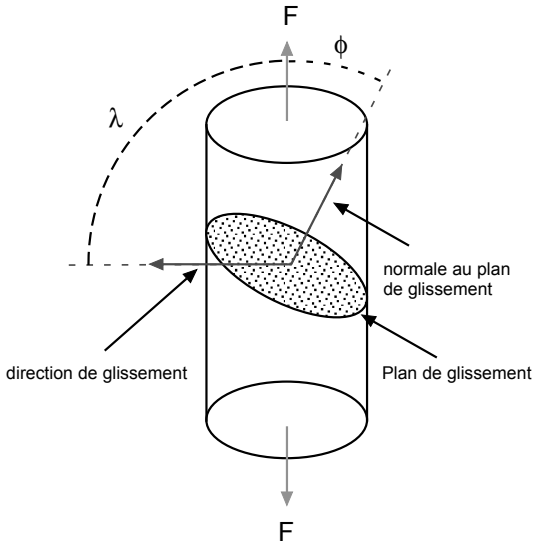


Figure 1.1 – Illustration de la loi de Schmid et Boas.

Cette condition est traduite par l'équation suivante :

$$\sigma = \frac{\tau_c}{\cos(\phi)\cos(\lambda)} \tag{1.1}$$

Le terme $\cos(\phi)\cos(\lambda)$ défini le facteur de Schmid F_S, dont la valeur est comprise entre 0 et 0,5. Ce coefficient mesure la propension au glissement d'un plan cristallographique sous l'application d'une contrainte. Plus ce facteur est proche de 0,5, plus la contrainte nécessaire pour activer le glissement sera faible.

La cission critique résolue τ_c dépend du matériau (tableau 1.1) ainsi que de plusieurs facteurs, notamment la température et l'écrouissage.

matériau	Cu	Ag	Au	Ni
cission critique résolue τ_c (MPa)	1	0,6	0,92	5,8

Tableau 1.1 – Quelques valeurs de cissions critiques résolues pour différents monocristaux c.f.c. à température ambiante [5].

Cette loi permet d'expliquer de manière simplifiée les mécanismes de déformation des monocristaux. Pour un monocristal orienté initialement de manière à ce qu'un seul système de glissement possède un facteur de Schmid favorable, l'allure typique de la courbe de traction est représentée figure 1.2.

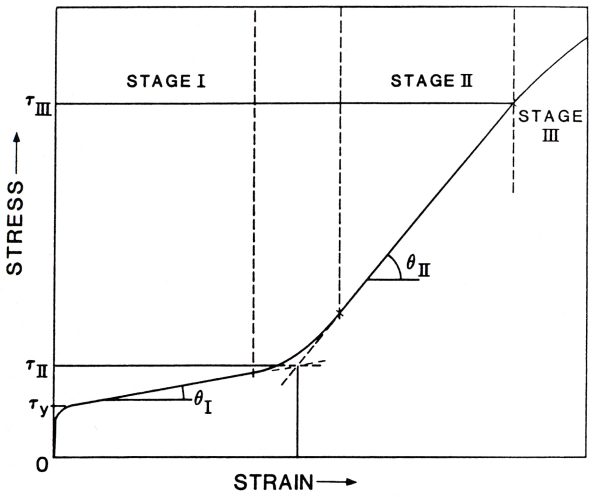
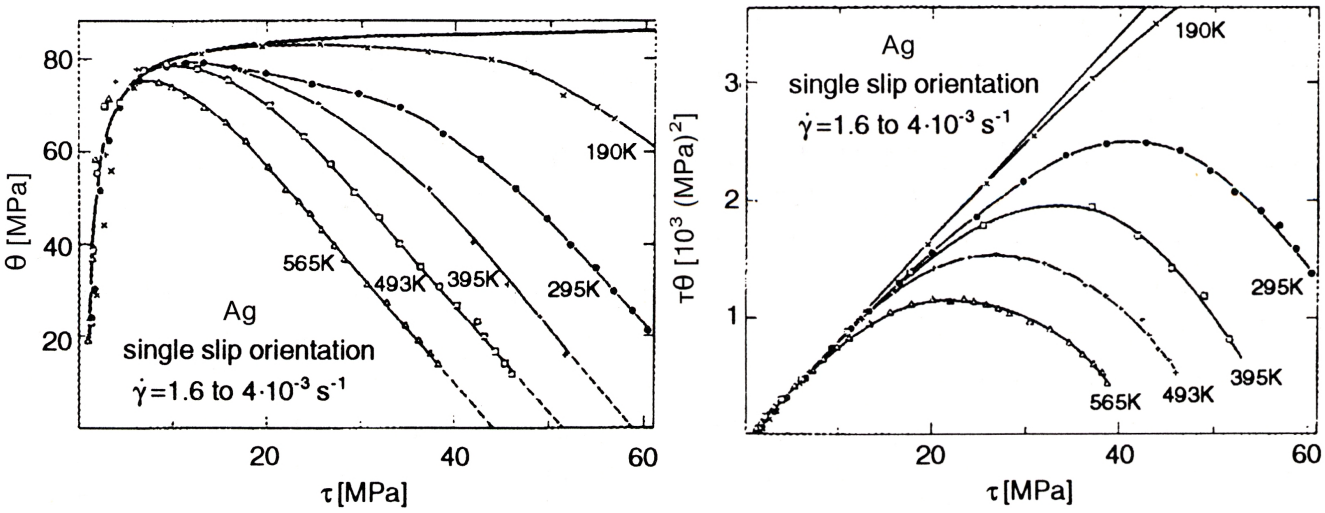


Figure 1.2 – Courbe de traction typique pour un monocristal orienté en glissement simple sollicité en traction uniaxiale [6].

Une fois la limite d'élasticité atteinte, on distingue trois stades d'écrouissage différents. Le premier stade est lié à l'activation d'un seul système de glissement et est caractérisé par un coefficient d'écrouissage θ, définit par $\theta = \dfrac{d\tau}{d\gamma}$, faible. Avec l'augmentation de la contrainte appliquée, d'autres systèmes de glissement vont s'activer, donnant naissance à un deuxième stade d'écrouissage, dont le module est beaucoup plus important. Ce fort taux d'écrouissage est lié à la formation de structures denses de dislocations, induites par les interactions entre le système primaire et les systèmes secondaires, ces derniers n'étant pas coplanaires avec le système primaire. Ce stade d'écrouissage est linéaire et son module ne dépend pas de la température [6]. Un troisième stade d'écrouissage apparaît lorsqu'une contrainte critique, dépendant de l'énergie de faute d'empilement, de la température et de la vitesse de déformation, est atteinte. Ce troisième stade est caractérisé par l'activation du glissement dévié au sein du matériau. Cette activation du glissement dévié va permettre le phénomène de restauration dynamique responsable de la baisse du taux d'écrouissage. Pour un monocristal orienté pour l'activation de plusieurs systèmes de glissements, le stade de glissement simple disparaît, l'évolution de l'écrouissage est linéaire dans un premier temps (stade II) puis parabolique (stade III).

La détermination des stades d'écrouissage se fait de manière simple en étudiant l'évolution de $\theta = f(\tau)$ et de $\tau\theta = f(\tau)$, où la différence de comportement entre les différents stades est clairement visible. Les figures 1.2(a) et 1.2(b) représentent respectivement l'évolution de θ et $\tau\theta$ en fonction de la contrainte pour un monocristal d'argent déformé pour plusieurs températures [6].



(a) (b)

Figure 1.3 – Evolution de $\theta = f(\tau)$ et de $\tau\theta = f(\theta)$ pour des monocristaux d'argent sollicités en traction pour différentes températures [6].

Le stade I correspond à une forte augmentation du taux d'écrouissage, clairement visible figure 1.2(a). Au cours du stade II, θ est constant et l'évolution de $\tau\theta$ est linéaire. Lors du stade III, θ diminue par rapport au stade II et une déviation apparaît au niveau des courbes $\tau\theta = f(\tau)$. La longueur du stade II diminue fortement avec une augmentation de la température, la déviation par rapport à l'évolution linéaire intervenant bien plus tôt. La généralisation du glissement dévié est donc thermiquement activée. A 190 K, le stade III est activé pour une contrainte de 30 MPa alors que pour une température de 565 K ce stade est activé pour une contrainte inférieure à 10 MPa.

1.1.2 Plasticité du polycristal

Concernant les polycristaux, les mécanismes de déformation diffèrent par rapport à ceux du monocristal. Le glissement reste la base des mécanismes de plasticité mais la présence de grains d'orientations cristallographiques différentes modifie considérablement le comportement. Dans le cas d'une texture cristallographique quelconque, la plasticité va démarrer au niveau des grains les plus favorablement orientés. Elle va ensuite se propager de grains en grains avec l'augmentation de la contrainte. La nécessité de continuité de la contrainte et de la déformation de part et d'autre des joints de grains oblige l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissements. Il en résulte la présence de dislocations appelées géométriquement nécessaires, d'après les travaux d'Ashby [7]. Ces dislocations sont illustrées schématiquement sur la figure 1.4.

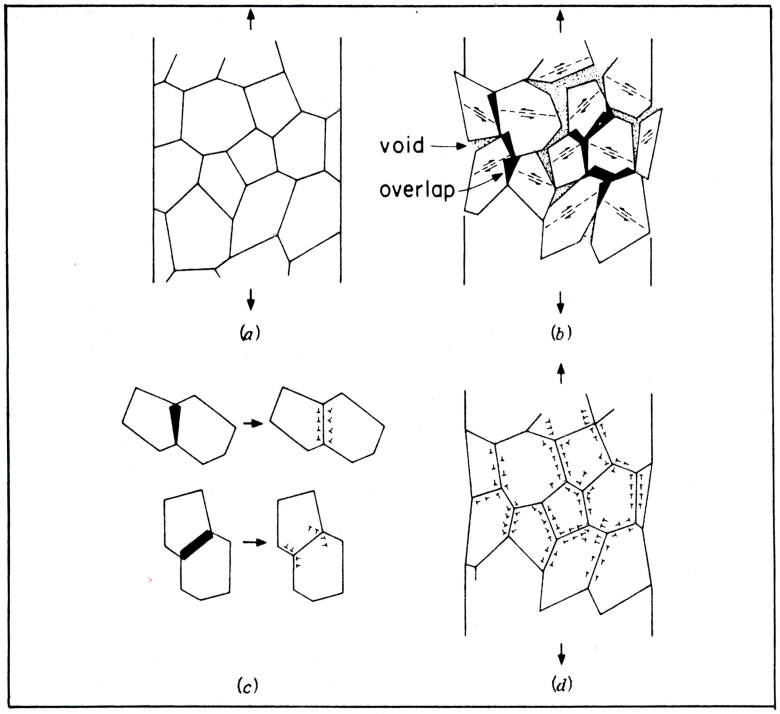


Figure 1.4 – Illustration des dislocations géométriquement nécessaires assurant la continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains : (a) polycristal non déformé ; (b) déformation plastique des grains d'après la loi de Schmid et création de vides et recouvrements ; (c) correction de la création de vide et de recouvrements des grains par l'introduction de dislocations géométriquement nécessaires ; (d) polycristal déformé ; seules sont représentées les dislocations géométriquement nécessaires [7].

Au niveau macroscopique, la courbe de traction ressemble à celle d'un monocristal orienté en glissement multiple (figure 1.5).

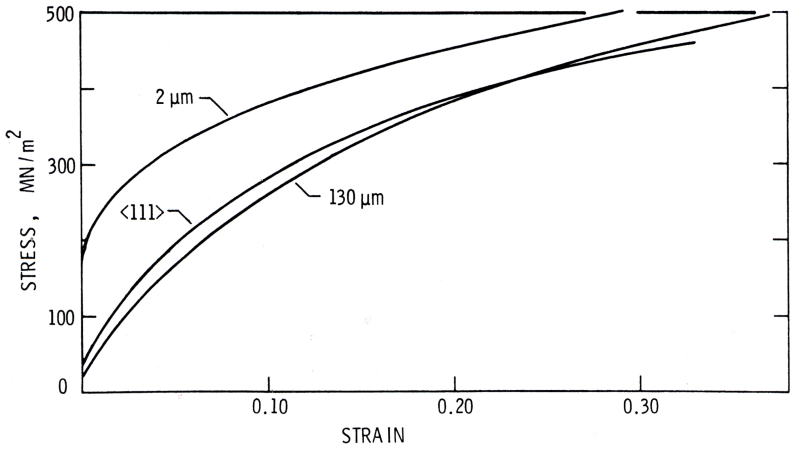


Figure 1.5 – Comparaison des courbes de traction pour du nickel entre deux polycristaux de tailles de grains différentes et un monocristal orienté en glissement multiple [8].

Plusieurs théories ont été développées pour essayer de modéliser le comportement des polycristaux à partir de la plasticité du monocristal. Les deux plus connues sont celles de Taylor et de Sachs, qui représentent les bornes respectivement supérieure et inférieure du comportement réel du polycristal.

Modèle de Taylor

Le modèle de Taylor repose sur les hypothèses suivantes [9] :

1. Le tenseur macroscopique des vitesses de déformation $\dot{\bar{\bar{E}}}_p$ est connu ;
2. les champs de contrainte σ_{ij}, rotation ω_{ij}, vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{ij}$ et déformation ε_{ij} sont homogènes au sein des grains ;
3. la vitesse de déformation de chaque grain est égale à la vitesse de déformation macroscopique imposée ;

Dans le cas d'un matériau c.f.c., la cission critique résolue τ_c est la même pour les douzes systèmes de glissement. Pour un grain satisfaisant la loi de Schmid soumis à un état de contrainte inconnu $\bar{\bar{\sigma}}$, la cission sur un plan de glissement s caractérisé par sa normale n_s et sa direction de glissement m_s est définie par la relation suivante :

$$\tau_s = (\vec{m_s} \otimes \vec{n_s})^{\text{sym}} : \bar{\bar{\sigma}} \tag{1.2}$$

En plasticité, sous l'effet de τ_s, la vitesse de déformation plastique d'un grain $\dot{\bar{\bar{\varepsilon}}}$ résultant de la somme des vitesses de cisaillement $\dot{\gamma}_s$ des n systèmes de glissement activés, s'écrit de la même manière (equation 1.3) :

$$\dot{\bar{\bar{\varepsilon}}} = \sum_{s}^{n} \dot{\gamma}_s (\vec{m_s} \otimes \vec{n_s})^{\text{sym}} \tag{1.3}$$

L'hypothèse numéro 3 implique :

$$\dot{\bar{\bar{E}}}_p = \dot{\bar{\bar{\varepsilon}}} = \sum_s^n \dot{\gamma}_s (\vec{m_s} \otimes \vec{n_s})^{\text{sym}} \tag{1.4}$$

Cette condition se traduit par six équations à n inconnues (une pour chaque composante indépendante de $\dot{\bar{\bar{E}}}_p$) dont seulement cinq sont indépendantes compte tenu de l'hypothèse de conservation du volume pendant la déformation plastique. La résolution des équations est possible si le nombre de systèmes de glissement activés au sein du grain considéré est fixé à cinq.

Dans ce cas, parmi toutes les combinaisons possibles de systèmes de glissement ($C_{12}^5 = 792$), les cinq systèmes de glissement choisis seront ceux qui minimiseront le travail plastique P défini par la relation 1.5.

$$P = \bar{\bar{\sigma}} : \dot{\bar{\bar{\varepsilon}}} \tag{1.5}$$

Au niveau macroscopique, pour un polycristal soumis à une contrainte Σ_0 et une vitesse de déformation plastique $\dot{\bar{\bar{E}}}$, la somme des travaux plastiques de tous les grains doit vérifier l'inégalité 1.6 induite par l'hypothèse d'homogénéité des déformations.

$$P = \int_V \bar{\bar{\sigma}} : \dot{\bar{\bar{\varepsilon}}} \, dV \geq V \Sigma_0 \dot{\bar{\bar{E}}}_p \tag{1.6}$$

En prenant en compte les différentes orientations des grains à travers la fonction de distribution d'orientations $f(g)$ (voir paragraphe A.2.3, p.157), on peut réécrire l'équation 1.6 de la manière suivante :

$$\tau_p \int_g \sum_s^n \dot{\gamma}_s f(g) dg \geq \Sigma_0 \dot{\bar{\bar{E}}}_p \tag{1.7}$$

En posant $M(g) = \dfrac{\sum_s^n \dot{\gamma}_s}{\dot{E}_{eq}}$, où $\dot{E}_{eq}$ défini la vitesse de déformation plastique équivalente, l'équation 1.7 devient :

$$\Sigma_0 \leq |M(g)| \, \tau_p = M \tau_p \tag{1.8}$$

avec M le facteur de Taylor. Dans le cas d'un polycristal c.f.c. non texturé, $|M(g)| = 3,06$. En d'autres termes, l'équation 1.8 signifie que la contrainte macroscopique appliquée pour satisfaire la vitesse de déformation imposée est inférieure où égale, pour un niveau de déformation donné, à M fois la cission critique résolue des systèmes de glissements activés. De plus, connaissant la combinaison de systèmes de glissement activés pour chaque grain, il est possible de calculer la rotation de ces derniers et ainsi de prédire l'évolution de la texture cristallographique avec la déformation.

Modèle de Sachs

Le modèle de Sachs, plus simple que celui de Taylor, nécessite au préalable le respect des hypothèses suivantes [9] :

1. Le champ de contrainte est homogène au sein du polycristal et égal au champ de contrainte macroscopique ;
2. le champ de contrainte macroscopique ne possède qu'une seule composante non nulle : la contrainte axiale ;
3. les champs de contrainte σ_{ij}, rotation ω_{ij}, vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_{ij}$ et déformation ε_{ij} sont homogènes au sein des grains ;

La vérification de la loi de Schmid au niveau des grains impose que $\sigma_{11} F_S^i \leq \tau_p$. Cette condition sera vérifiée en premier pour le système de glissement i possédant le facteur de Schmid le plus élevé, $F_S^i = 0,5$. L'hypothèse d'homogénéité des contraintes implique que Σ_0, la contrainte axiale macroscopique appliquée, est supérieure où égale à σ_{11} la contrainte non nulle au sein des grains. Il vient donc l'inégalité 1.9 :

$$\Sigma_0 \geq 2\tau_p \tag{1.9}$$

La contrainte macroscopique appliquée est ainsi égale à deux fois la cission critique résolue des plans de glissement activés. Ce modèle, suivant la texture du matériau, implique donc l'activation du ou des systèmes de glissements possédant le facteur de Schmid maximal.

On obtient donc, à l'aide des deux modèles de Taylor et Sachs, un encadrement de la contrainte d'écoulement macroscopique par rapport à la cission critique résolue (équation 1.10) :

$$2\tau_p \leq \Sigma_0 \leq 3,06\tau_p \tag{1.10}$$

Cette dernière inégalité implique qu'en généralisant le facteur de Taylor aux différents modèles, celui-ci est borné par les valeurs 2 et 3,06.

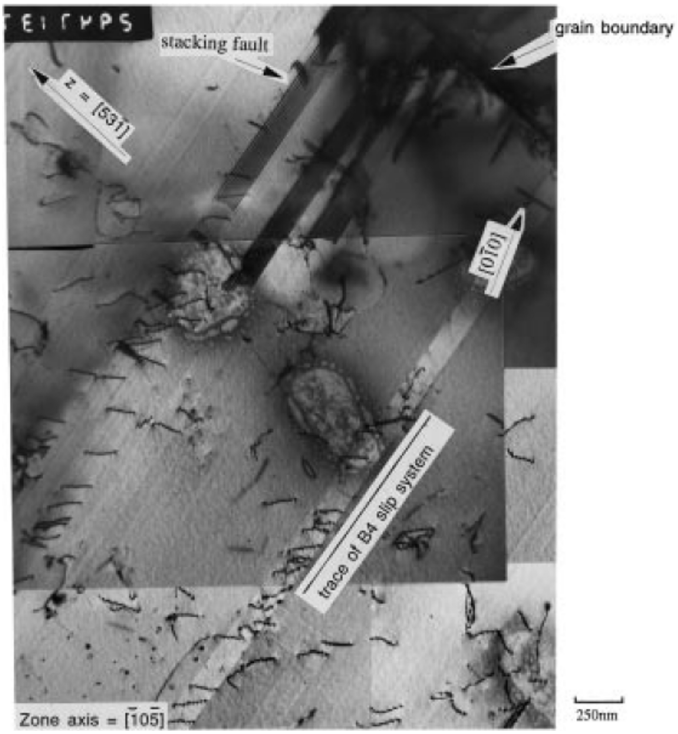
Stades d'écrouissage

L'évolution de l'écrouissage des polycristaux peut être divisée en trois stades distincts, non obligatoirement équivalents à ceux relatifs aux monocristaux [10–12] :

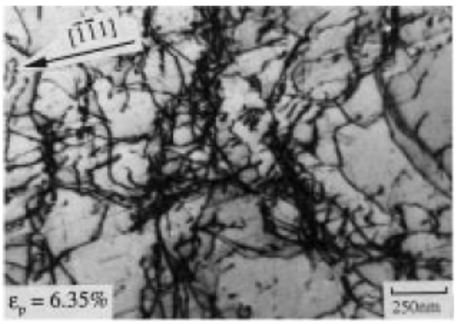
- stade I, ce stade de microplasticité est semblable au stade I du monocristal en termes de systèmes de glissement activés. La déformation est accommodée uniquement par l'activation de sources du système primaire $\{111\}\langle 110\rangle$, donnant lieu à une augmentation du nombre d'empilements et à la formation de dipôles et multipôles peu durcissant. Il n'est cependant pas linéaire à cause du durcissement lié à la présence des joints de grains. Le taux d'écrouissage est important du fait des incompatibilités de déformation entre grains, absentes dans le monocristal. Le type de dislocations relatif à ce stade est représenté figure 1.6(a) ;

- stade II : ce stade est relié à l'activation de plusieurs systèmes de glissement secondaires et de quelques glissements déviés. Comme dans le cas du monocristal, l'activation du glissement multiple engendre la formation de structures denses de dislocations, telles que des amas (figure 1.6(b)), des murs ainsi que des cellules. Au niveau de la courbe de traction, ce stade n'est cependant pas linéaire contrairement aux monocristaux du fait de la contribution des joints de grains à l'écrouissage, excepté dans le cas de polycristaux possédant peu de grains dans l'épaisseur déformé à basse température [6, 13, 14].

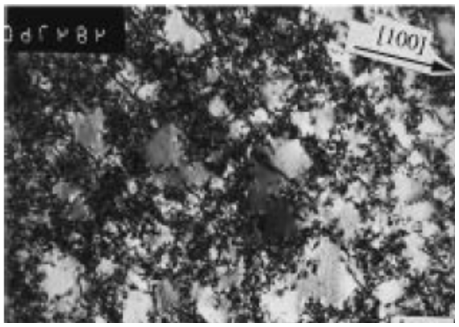
- stade III : ce stade apparaît avec la généralisation du glissement dévié au sein de tous les grains. Les dislocations sont alors majoritairement arrangées en cellules (voir figure 1.6(c)). Au niveau microscopique, le comportement mécanique devient fortement hétérogène avec la formation de zones « dures » de haute densité de dislocations et difficiles à déformer ainsi que des zones « molles » de faible densité de dislocations, faciles à déformer.



(a) empilements, $\varepsilon_{\mathrm{p}} = 0,0035$



(b) amas, $\varepsilon_{\mathrm{p}} = 0,0635$



(c) cellules, $\varepsilon_{\mathrm{p}} = 0,17$

Figure 1.6 – Structures de dislocations présentes au cours de la déformation pour un acier inoxydable 316L [15].

Ces trois stades d'écrouissage sont illustrés au niveau de la figure 1.7(a) et 1.7(b) représentant respectivement l'évolution de $\theta = f(\sigma)$ et $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour un polycristal de cuivre déformé à 77 K. Le stade I correspond à la décroissance initiale de θ et $\sigma\theta$ jusqu'à une valeur de contrainte égale à $\sigma_{\mathrm{I/II}}$. Le stade II débute alors avec une évolution linéaire de $\sigma\theta$ et une faible évolution de θ. Si le niveau de contrainte atteint la valeur $\sigma_{\mathrm{II/III}}$, le taux d'écrouissage diminue et une déviation par rapport à la linéarité apparaît sur l'évolution de $\sigma\theta = f(\sigma)$, caractérisant le commencement du stade III.

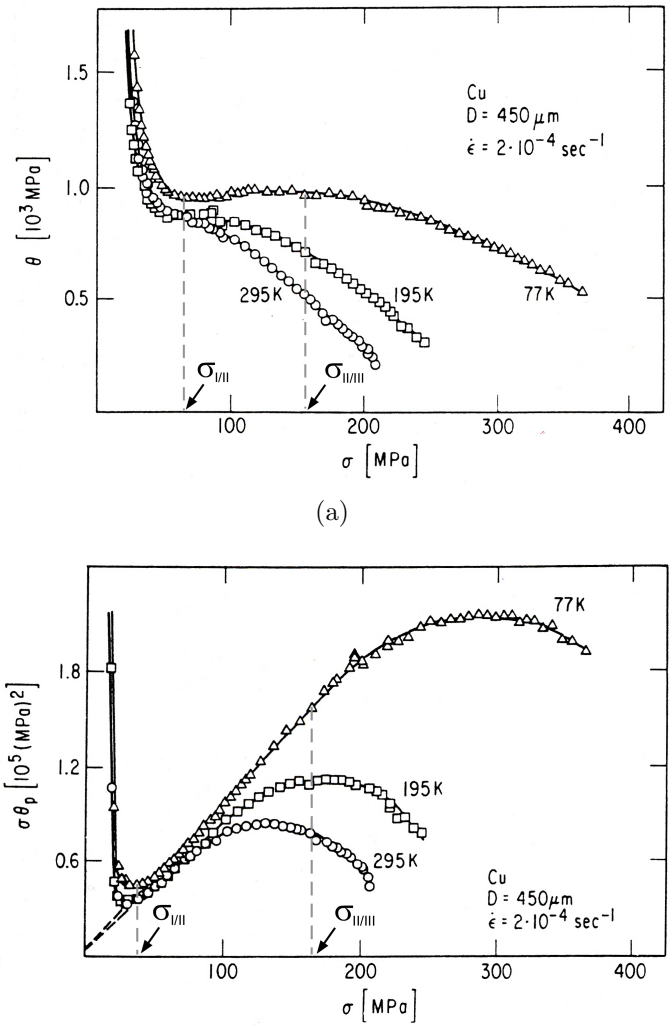


Figure 1.7 – Courbes typiques (a) $\theta = f(\sigma)$ et (b) $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour des polycristaux c.f.c. [6].

Les différentes valeurs de contraintes et déformations caractérisant le passage d'un stade à l'autre dépendent fortement de la taille de grains, de l'énergie de faute d'empilement et de la température. Une réduction de la taille de grains a tendance à favoriser l'apparition du stade III par rapport aux deux autres stades du fait des incompatibilités de déformation entre grains. La réduction de l'énergie de faute d'empilement ayant tendance à favoriser le glissement simple ou planaire, l'apparition du glissement multiple et dévié va être retardé, retardant ainsi l'activation du second et troisième stade d'écrouissage [16]. Concernant la température, la figure 1.7 montre clairement une réduction du stade II avec une augmentation de cette dernière.

1.2 Effets de taille microstructurale

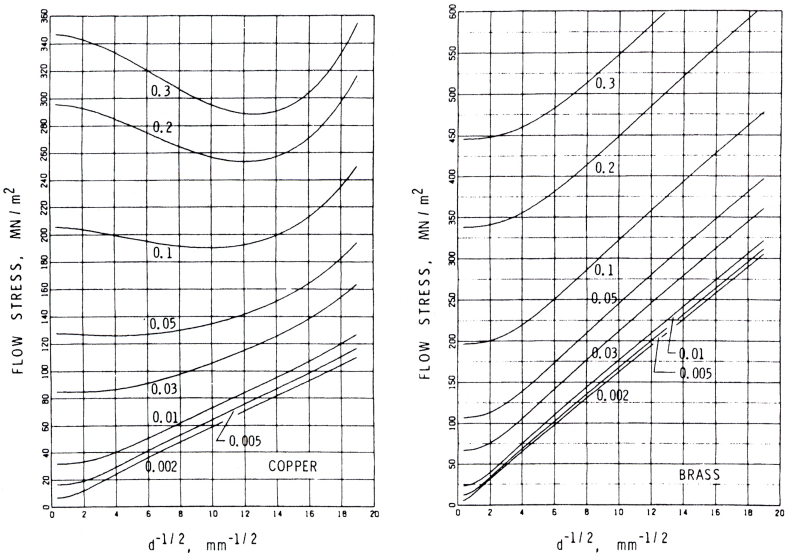
Le comportement mécanique, tel qu'il a été décrit au cours des paragraphes précédents, est fortement dépendant de certaines échelles caractéristiques des mécanismes de déformation telles que le libre parcours moyen d'une dislocation ou bien l'espace entre deux précipités. Une modification de la taille de certains paramètres microstructuraux, taille de grains ou dimensions, peut entraîner une évolution des échelles caractéristiques et ainsi modifier le comportement mécanique. Le but de cette partie est de décrire l'influence des effets de taille microstructurale, taille de grains et dimensions, sur le comportement mécanique de polycristaux, à partir des résultats issus de la littérature.

1.2.1 Effet de taille de grains

L'effet de la taille de grains sur le comportement mécanique du polycristal a fait l'objet de très nombreuses études par le passé et continue à l'être encore aujourd'hui du fait des enjeux industriels importants dans ce domaine. L'effet le plus notoire de la taille de grains se traduit par une augmentation de la contrainte avec une réduction de la taille de grains pour des niveaux de déformation allant jusqu'à rupture. Cette effet a été traduit dans un premier temps par Hall [17] et Petch [18] à l'aide de la relation 1.11 pour la limite d'élasticité puis a ensuite été étendu aux niveaux de déformation supérieurs :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{\mathrm{HP}}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{1.11}$$

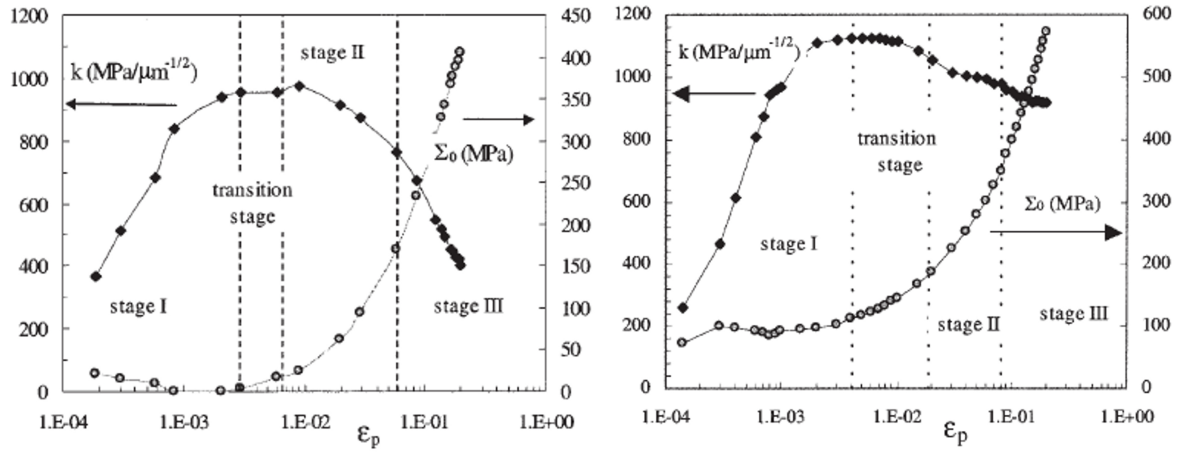
Dans cette formule, σ_0 représente la contrainte de friction subie par les dislocations en l'absence de joints de grains et reflète les différents mécanismes de déformation mis en jeu. k_{HP} représente la constante de Hall et Petch exprimée en MPa.μm$^{-1/2}$, déterminant la sensibilité du matériau à la présence de joints de grains. Ces paramètres dépendent fortement du matériau, de la déformation mais aussi de l'ordre de grandeur des tailles de grains analysées comme le montre la figure 1.8.



(a) cuivre (b) laiton

Figure 1.8 – Influence de la taille de grains sur la contrainte d'écoulement pour des polycristaux de cuivre et de laiton [8].

L'évolution des deux coefficients de la loi de Hall-Petch avec la déformation est reliée aux mécanismes de déformation au sein du matériau ainsi qu'aux structures de dislocations présentes [10]. Le coefficient k_{HP} augmente dès les premiers instants de la déformation plastique de manière importante pour ensuite se stabiliser. Cette première augmentation est reliée à l'augmentation des contraintes internes intergranulaires liée la prédominance du glissement simple avant le début de la plasticité généralisée. Avec l'activation du glissement multiple, une partie des contraintes internes intergranulaires est relaxée entraînant une chute du coefficient k_{HP}. Cette décroissance se poursuit ensuite par l'activation du glissement dévié. Les valeurs de k_{HP} dépendent fortement de l'énergie de faute d'empilement, notamment pour les valeurs de déformation importantes lorsque le glissement dévié devient prépondérant. Plus cette énergie est importante, plus la sensibilité à la taille de grains est faible. σ_0 est quant à lui constant au cours de l'homogénéisation de grains à grains de la plasticité. Sa faible valeur est due à la prédominance de l'autoécrouissage de faible intensité. Avec l'activation du glissement multiple et dévié, l'écrouissage latent et la formation de structures denses de dislocations provoquent une forte augmentation de σ_0. A l'instar de k_{HP}, une forte énergie de faute d'empilement réduit le niveau de la contrainte de friction. La figure 1.9 illustre ces évolutions pour deux matériaux d'énergie de faute d'empilement différentes, le nickel et l'acier inoxydable 316L [10].



(a) nickel (b) acier 316L

Figure 1.9 – Evolution des coefficients de la loi de Hall et Petch avec la déformation en traction simple pour le nickel et l'acier inoxydable 316L [10].

Pour les matériaux nanostructurés ou nanocristallins, possédant des tailles de grains inférieures à environ 1 μm, il a été constaté expérimentalement un adoucissement voire un inversement de la loi de Hall-Petch. La taille de grains critique en dessous de laquelle la loi est inversée, varie selon les matériaux. Zhu et Langdon [19] présentent une revue des différents comportements mécaniques suivant la taille de grains lorsque celle-ci est inférieure à 500 nm.

Plusieurs modélisations ont tenté d'expliquer physiquement les constations expérimentales. La première fût celle émise par Hall et Petch eux mêmes. Cette modélisation est basée sur la propagation de la plasticité entre grains par des empilements de dislocations au niveau des joints de grains. Selon ces auteurs, l'empilement serait responsable d'une concentration de contrainte au niveau du joint pouvant, lorsque celle-ci dépasse la limite d'élasticité, engendrer le démarrage de la déformation plastique de l'autre coté du joint. La concentration de contrainte due à l'empilement dépend de la longueur de celui-ci. A la limite, la longueur de l'empilement est égal au diamètre du grain, d'où la dépendance de la limite d'élasticité avec la taille de grains.

Ce modèle n'a cependant pas permis d'expliquer l'absence dans certains matériaux d'empilements de dislocations et la vérification expérimentale de la loi.

D'autres modélisations ont été développées pour essayer de rendre compte du durcissement sans présence d'empilements. Parmi elles, on peut énoncer celle de Meyers et Ashworth [20], basée sur la différence de comportement entre le cœur des grains et la zone de matière proche des joints. Du fait des incompatibilités de déformation entre les grains, les joints de grains vont être le lieu d'une concentration de contrainte. Cette dernière va engendrer l'activation de systèmes de glissement supplémentaires par rapport au cœur des grains en accord avec Ashby [7]. Dès lors, la région proche des joints de grains va s'écrouir beaucoup plus rapidement que le reste du grain entraînant une différence de comportement mécanique. Dans leur modélisation, Meyers *et al.* considèrent le grain comme un matériau composite avec d'un coté le cœur du grain et de l'autre la région proche du joint (figure 1.10).

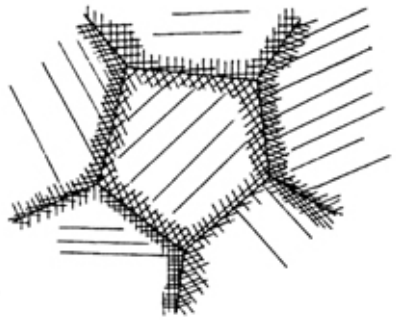


Figure 1.10 – Schéma d'illustration de la modélisation de l'effet de taille de grains par Meyers [20].

La limite d'élasticité obéit alors à l'équation 1.12 :

$$\sigma_e = A_g\sigma_g + A_{jg}\sigma_{jg} = \sigma_g + 8k_{\text{MA}}(\sigma_{jg} - \sigma_g)D^{-1/2} \tag{1.12}$$

où A_g représente la fraction volumique du cœur du grain, A_{jg} celle du matériau joint de grains, σ_g représente la contrainte au sein du cœur du grain, σ_{jg} celle au sein du matériau joint de grains et D représente la taille de grains. En exprimant ces différentes fractions volumiques ainsi que l'épaisseur de la zone joint de grains en fonction du diamètre des grains, on retrouve la deuxième égalité de l'équation 1.12. Avec ce modèle, la loi de Hall et Petch s'exprime facilement avec $k_{\text{HP}} = 8k_{\text{MA}}(\sigma_{jg} - \sigma_g)$, k_{MA} étant une constante dépendant de la relation entre la taille de grains et l'épaisseur de la zone joint de grains.

Concernant le nickel, la validité de la loi de Hall-Petch a été prouvée sur une large gamme de tailles de grains et de déformation [8, 10, 12] (figure 1.11). On peut observer pour $d_m < 1$ µm une réduction de k_{HP} similaire à celle constatée pour le cuivre. Par ailleurs, pour les hautes valeurs de tailles de grains, une deuxième diminution de k_{HP} apparaît, notamment pour les niveaux de déformation supérieurs à 0,05.

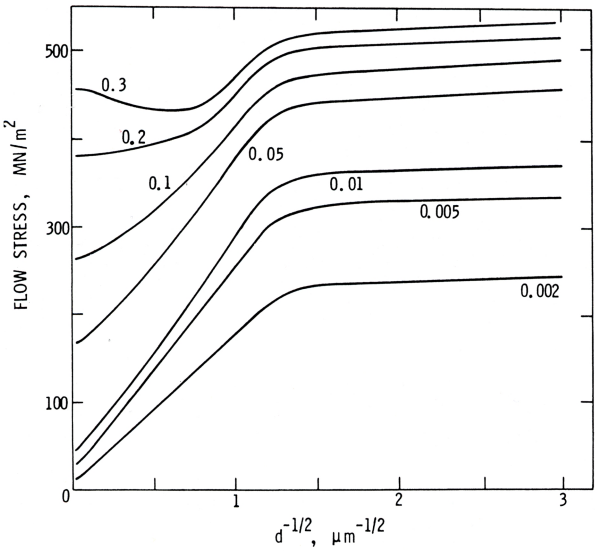


Figure 1.11 – Loi de Hall et Petch appliquée au nickel polycristallin [8].

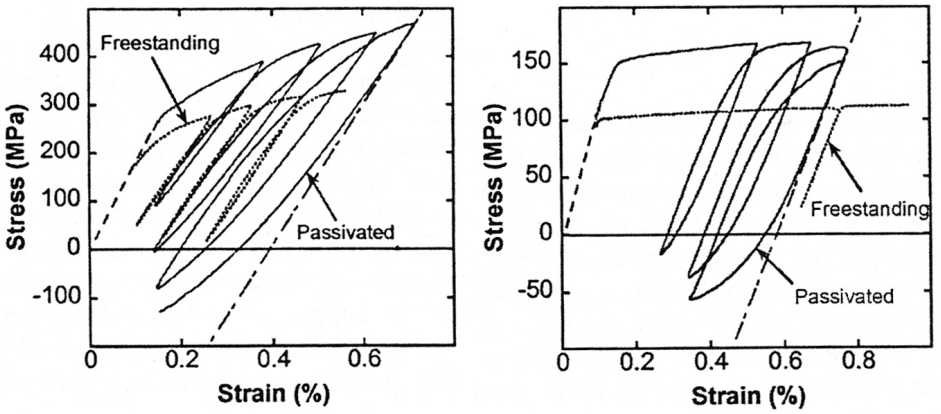
1.2.2 Effet des dimensions des échantillons

De nombreux travaux ont cherché à caractériser le comportement mécanique des matériaux métalliques de faibles dimensions. Ces travaux se sont intéressés majoritairement à une réduction de l'épaisseur en étudiant le comportement d'échantillons dont la valeur de cette dernière est comprise entre une centaine de nanomètres et quelques centaines de micromètres. Expérimentalement, cette recherche est délicate étant données les difficultés de manipulation de tels échantillons. Une part des travaux publiés sur les effets de l'épaisseur est donc présentée pour des matériaux accolés à des substrats et ne seront abordés que très brièvement.

Matériau sur substrats

Concernant les films avec substrats, Venkatraman *et al.* [21] ont montré expérimentalement l'effet conjugué de la taille de grains ainsi que de l'épaisseur de l'éprouvette sur des films minces d'aluminium sur substrat. Ils ont constaté, en effectuant des essais de cyclage thermique, une augmentation de la limite d'élasticité ainsi que de l'écrouissage par rapport aux propriétés classiques de l'aluminium. Xiang et Vlassak [22] se sont intéressés à l'effet Baushinger pour les films minces, c'est à dire aux contraintes internes développées par le matériau, sur des films d'aluminium et de cuivre d'épaisseur respective 1 µm et 0,6 µm, attachés à un substrat de silicium. Ils ont constaté un fort effet Baushinger sur ce type de matériau, qu'ils relient au rôle de l'interface substrat-matrice du fait des incompatibilités de déformation entre le substrat et le matériau d'étude (figure 1.12).

Des travaux théoriques permettent d'expliquer le comportement des films minces sur substrats [23]. Ces travaux portent sur le comportement des dislocations et notamment sur le rôle joué par les dislocations d'interface. Le substrat utilisé étant rigide et se déformant élastiquement lors de l'essai mécanique, les dislocations issues de la déformation plastique du film vont se trouver bloquées au niveau de la discontinuité de matière, formant une dislocation dite d'interface. Cette dislocation d'interface est peu mobile et difficile à nucléer, entraînant une augmentation de la contrainte à fournir pour atteindre un niveau de déformation plastique donné. Une modélisation a été développée permettant de calculer la contrainte à fournir pour rendre mobile ce type de dislocations [23]. Dans le cas d'un matériau c.f.c., la contrainte d'écoulement s'écrit sous la forme $\sigma_c \approx \frac{A}{h}$ avec A une constante matériau dépendant des propriétés élastiques et du vecteur de



(a) Cu, t=0,6 µm (b) Al, t=1 µm

Figure 1.12 – Effet Baushinger sur les films minces de cuivre et d'aluminium avec substrat (passivated) et sans substrat (freestanding) [22].

Burgers et h l'épaisseur du film. Cette relation permet de retrouver des résultats en bon accord avec les expériences menées par Venkatraman *et al.* [21]. Ce modèle a ensuite été complété et amélioré afin de tenir compte des différentes interactions entre dislocations, des différences de comportement élastique entre le film et le substrat ainsi que des forces images, nécessaires pour assurer l'équilibre énergétique du film. En prenant en compte ces différentes interactions, la dislocation mobile est contrainte de se déplacer dans un « canal » d'épaisseur réduite h^*, inférieure à l'épaisseur de l'éprouvette, augmentant considérablement le travail mécanique à fournir pour son déplacement : $\sigma_c \approx \frac{A}{h^*}$ (figure 1.13).

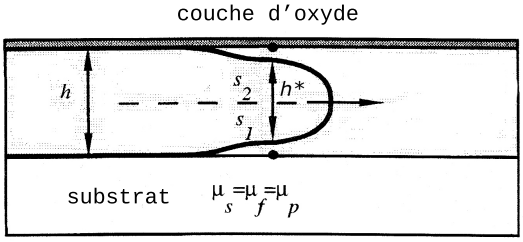


Figure 1.13 – Schéma représentant la constriction d'une dislocation au sein d'une épaisseur réduite h^* [23].

Le comportement mécanique des matériaux minces sur substrat est donc dicté principalement par l'interface entre le film et le substrat. Pour étudier l'effet intrinsèque de l'épaisseur sur le comportement mécanique, il est dès lors nécessaire de s'affranchir de la présence du substrat. Pour ce type de configuration, deux types de matériaux se distinguent selon leur élaboration : les matériaux très minces (dont l'épaisseur est comprise entre quelques centaines de nanomètres et quelques micromètres), obtenus par électrodéposition et les matériaux d'épaisseurs plus importantes, obtenus par laminage. Les résultats obtenus sont opposés pour ces deux types d'élaboration.

Matériaux électrodéposés

Pour ce type d'élaboration, une réduction de l'épaisseur des échantillons s'accompagne d'une augmentation de la contrainte d'écoulement (voir figure 1.14). Les épaisseurs étudiées s'échelonnent de 100 nm à 1 µm suivant les études [24–26]. Cette évolution a été constatée sur de l'aluminium [24, 26] ainsi que sur du cuivre et de l'or [26]. Une réduction de largeur des éprouvettes à un effet similaire à celui d'une réduction de l'épaisseur (voir figure 1.15).

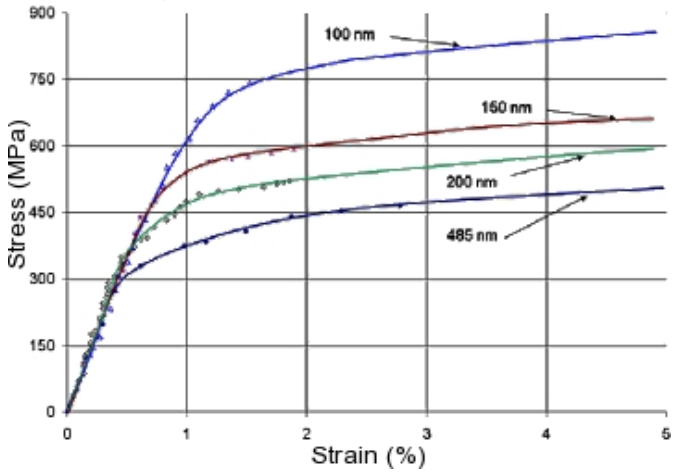
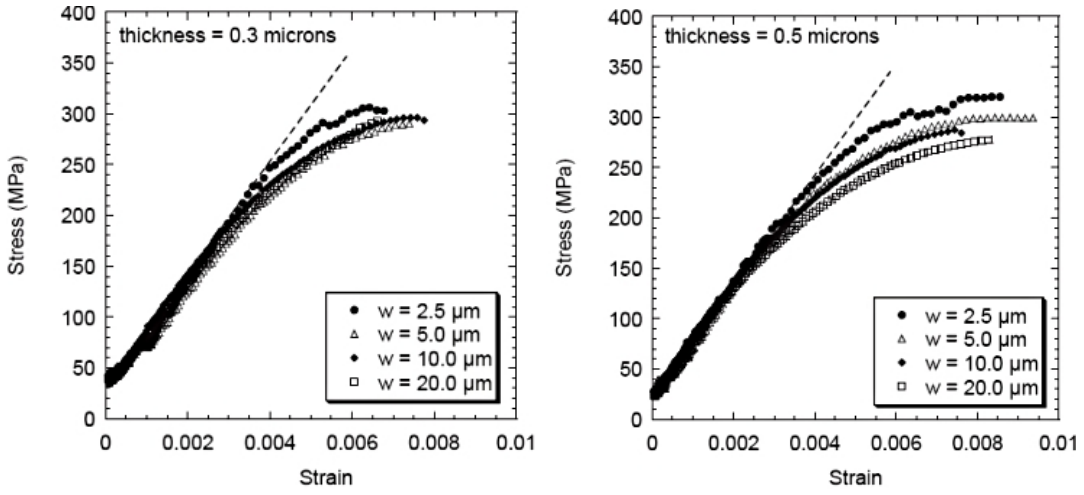


Figure 1.14 – Comportement en traction simple à température ambiante de films minces d'aluminium pour différentes épaisseurs [24].



(a) (b)

Figure 1.15 – Effet de la largeur de l'éprouvette sur les propriétés mécaniques pour des films minces d'or sollicités en traction simple [26].

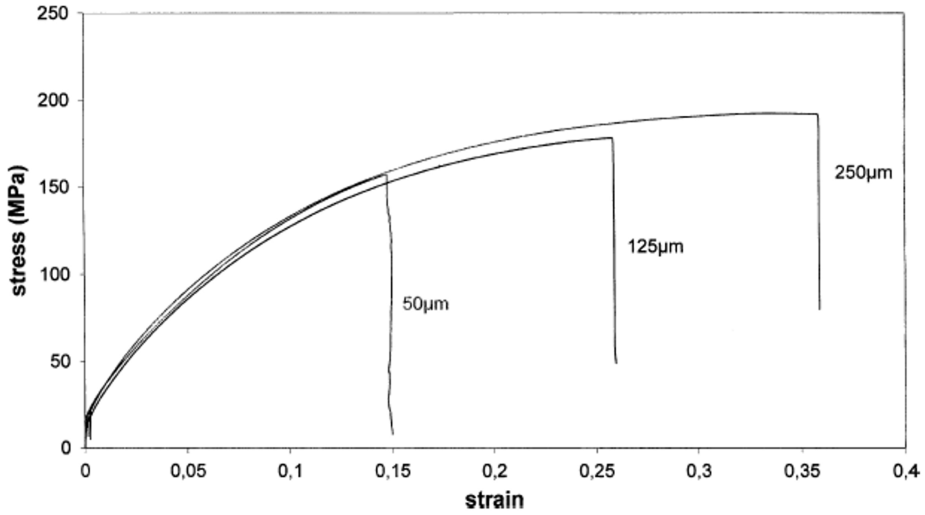
Pour expliquer ces résultats, Espinosa *et al.* [26] avancent l'hypothèse selon laquelle une diminution de l'épaisseur s'accompagne d'une baisse du nombre de grains dans celle-ci, engendrant une baisse de densité de sources de dislocations actives. Cette baisse de sources de dislocations entraînerait une augmentation de la contrainte à fournir pour atteindre un niveau de déformation plastique donné. Cette hypothèse semble être validée par des simulations effectuées en dynamique des dislocations discrètes sur des films minces d'épaisseurs inférieures à 250 nm [25]. Les difficultés liées à la manipulation de ce type d'échantillons limitent cependant le nombre de matériaux candidats à cette étude, les résultats sont donc peu nombreux.

Matériaux laminés

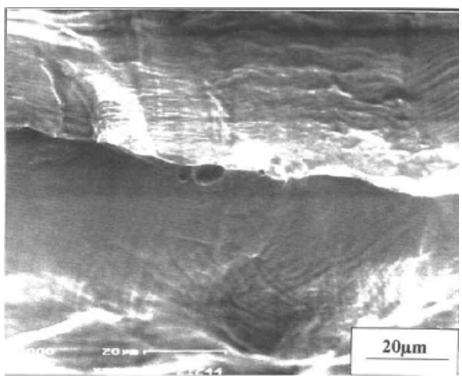
Pour ce deuxième type d'élaboration, les dimensions relativement importantes des échantillons permettent d'étudier une plus grande variété de matériaux et différentes conditions de sollicitation. L'étude de l'effet des dimensions des échantillons se réduit dans la majorité des cas à l'étude d'une variation d'épaisseur (pour les éprouvettes plates) ou de diamètre (pour les éprouvettes cylindriques) sur les propriétés mécaniques. Les principaux résultats portent sur les propriétés mécaniques de l'aluminium, du nickel, du cuivre mais aussi de l'alliage CuZn36 [27]. Ces matériaux ont été sollicités en traction [27–31], en fatigue [29, 30], par gonflement [27] et en flexion [31]. Les épaisseurs étudiées varient de 10 µm à 500 µm.

Les résultats obtenus dans les différentes études sont en accord indépendamment des matériaux étudiés. Les grandes tendances observées avec la réduction de l'épaisseur des échantillons sollicités en traction simple, c'est à dire sans gradient de déformation sont les suivantes :

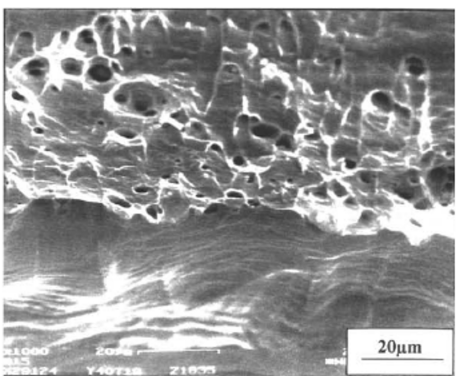
- une baisse caractérisée de la contrainte d'écoulement [27, 31],
- une augmentation de la rugosité de surface [28],
- une importante baisse de la déformation plastique à rupture [28–30] (figure 1.16(a))
- une baisse de la contrainte à rupture [29, 30],
- une transition entre une rupture ductile et une rupture par striction complète dans l'épaisseur [30] (figures 1.16(b) et 1.16(c)).



(a) comportement en traction pour différentes épaisseurs



(b) faciès de rupture pour t=125 µm



(c) faciès de rupture pour t=250 µm

Figure 1.16 – Effet de l'épaisseur sur le comportement mécanique de polycristaux de cuivre [30].

Concernant les matériaux sollicités en fatigue, un des seuls résultats concerne l'amplitude de la déformation à saturation après une augmentation de l'amplitude de sollicitation (pour R=0). Il a été constaté pour les matériaux les plus minces une amplitude de la déformation à saturation plus importante que dans le cas des matériaux plus épais [30] (voir figure 1.17).

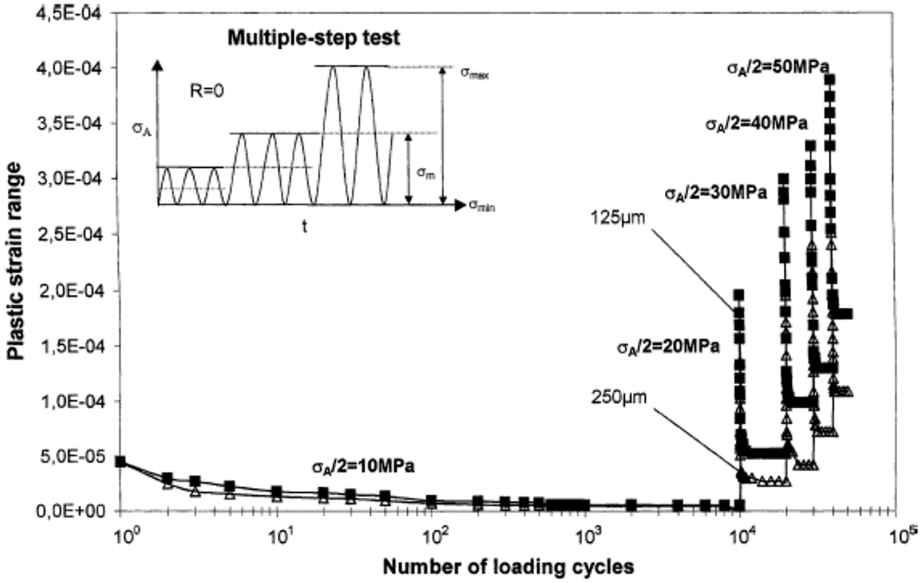


Figure 1.17 – Effet de l'épaisseur sur l'amplitude à saturation de polycristaux de cuivre sollicités en fatigue [30].

Plusieurs hypothèses ont été énoncées pour expliquer les phénomènes observés en traction et fatigue. La première est relative à l'état de contrainte au sein du matériau [30]. Avec une réduction de l'épaisseur des échantillons, l'état de contrainte passerai d'un état de déformation plane à celui de contrainte plane réduisant ainsi l'activité du glissement et provoquant une rupture précoce, une transition de mode de rupture ainsi que les modifications obtenues en fatigue [30]. Le rôle de la texture est invoquée par Klein *et al.* [29]. Dans leur cas, les échantillons étudiés possèdent une forte texture cubique, qui dans le cas des faibles épaisseurs réduirait le nombre de systèmes de glissements activés et donc entraînerait une baisse de ductilité. Simons *et al.* [28], énoncent quant à eux le rôle de la rugosité de surface. D'après leur étude, la rugosité de surface absolue est du même ordre de grandeur pour les matériaux minces ou épais. Dès lors la rugosité de surface relative est plus importante pour les matériaux minces, entraînant localement des concentrations de contraintes pouvant se révéler suffisamment importantes pour provoquer une rupture localisée et précoce. Hormis l'hypothèse d'une concentration de contrainte due à la rugosité de surface, les autres hypothèses manquent de résultats expérimentaux, notamment en microscopie électronique à transmission, pour conclure sur les mécanismes responsables de la modification des propriétés mécaniques.

1.3 Transition polycristal-multicristal

Les études ci-dessus ont permis de mettre en évidence un effet de l'épaisseur sur le comportement des polycristaux métalliques laminés. Néanmoins, les résultats obtenus peuvent être interprétés différemment du fait d'un effet contingent à la réduction de l'épaisseur, la baisse du nombre de grains dans l'épaisseur. Dans certains cas, suivant l'élaboration du matériau, une réduction de l'épaisseur s'accompagne d'une baisse du nombre de grains présents dans cette dernière. Cette réduction du nombre de grains dans l'épaisseur entraîne une augmentation de la proportion des grains tronqués par la présence d'une surface libre et provoque une modification du comportement. Cette modification des propriétés mécaniques semble correspondre à une transition entre un caractère polycristallin et monocristallin. Un comportement intermédiaire apparaît lors de cette transition, le comportement multicristallin (selon le terme employé par Thompson [32]). Ce comportement apparaît pour des matériaux possédant un faible nombre de grains par section, aux alentours de 20 [32, 33]. Une variation d'épaisseur ou de taille de grains peut donc provoquer l'apparition du comportement multicristallin, indépendamment de l'ordre de grandeur des dimensions des matériaux étudiés.

Cette transition polycristal-multicristal a fait l'objet de nombreux développements récents du fait du regain d'intérêt lié au microformage. Plusieurs auteurs ont ainsi étudié l'influence du rapport épaisseur (t) sur taille de grains (d) sur les propriétés mécaniques [2, 27, 32–38]. Cette transition apparaît brutalement lorsque le rapport t/d devient inférieur à une valeur critique fonction de plusieurs paramètres. Le tableau 1.2 liste différentes valeurs trouvées pour le rapport t/d critique issues de la littérature, obtenue lors d'une réduction de l'épaisseur des échantillons.

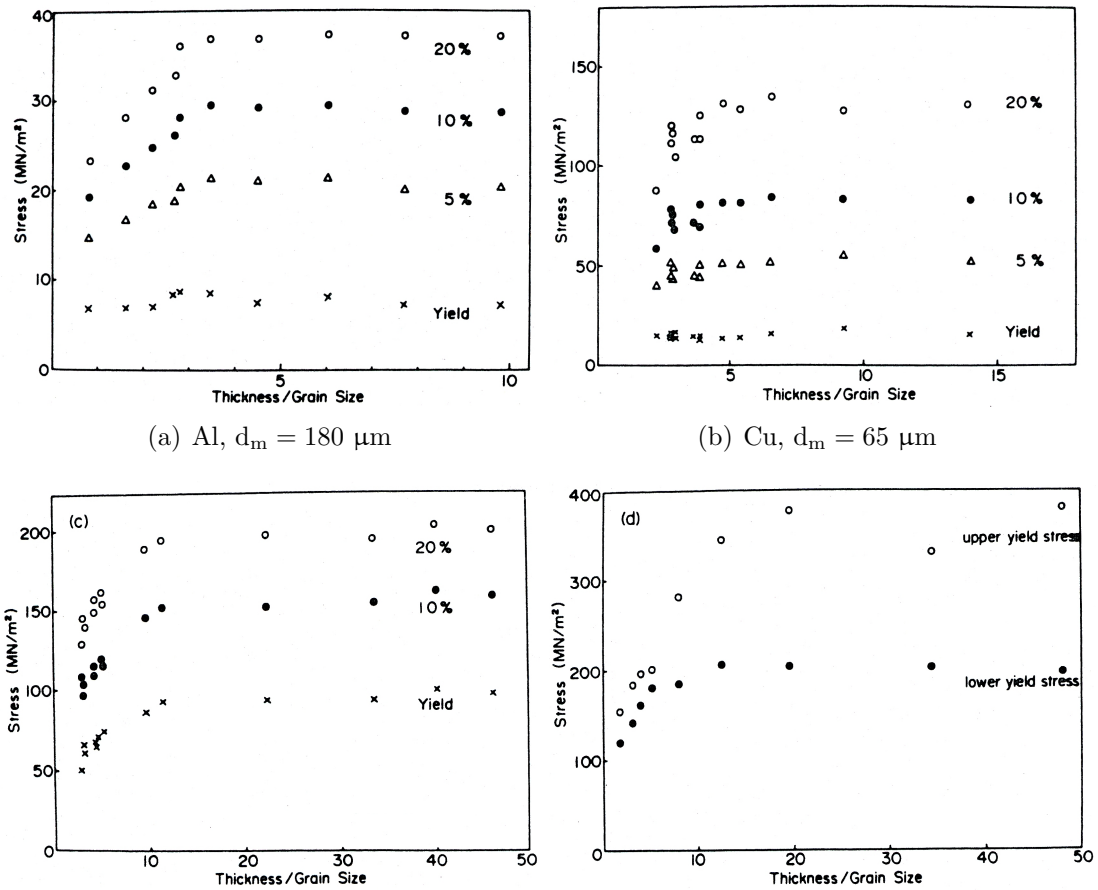
auteurs	matériau	γ_{efe} ($mJ.m^{-2}$)	d_m (µm)	rapport t/d critique
Michel *et al.* [27]	CuZn36	≈ 14	≈ 50 µm	$\in [2,5-3,3]$
Thompson [32]	revue	/	/	5
Armstrong [33]	théorie	/	/	20 grains/section
Miyazaki *et al.* [34]	Al	135	90-180 µm	4 (d_{max}) et 6 (d_{min})
	Cu	45	16-22-65-145 µm	de 5 (d_{max}) à 14 (d_{min})
	Fe_α	/	25-60 µm	10 (d_{max}) et 20 (d_{min})
	CuAl13	< 45	31-77 µm	de 10 (d_{max}) à 30 (d_{min})
Raulea *et al.* [36]	Al	135	143 µm	≈ 5
Hansen [39]	Al	135	varie	5
Kals *et al.* [38]	CuNi18Zn20	< 14	40 µm	$\in [5-10]$

Tableau 1.2 – Revue de différentes valeurs de rapports t/d critiques pour différents matériaux d'énergie de faute d'empilement (γ_{efe}) rencontrées dans la littérature.

La valeur du rapport t/d critique est comprise entre 2 et 30 suivant les matériaux étudiés et leurs tailles de grains respectives. Cette dernière semble très influente, plus la taille de grains est faible, plus le rapport t/d critique est important. Les résultats de Miyazaki *et al.* [34] semblent de plus montrer que cet effet est d'autant plus marqué que l'énergie de faute d'empilement est faible. Une réduction de ces deux paramètres, taille de grains et énergie de faute d'empilement, augmente donc le nombre de grains dans l'épaisseur critique nécessaire pour obtenir un comportement polycristallin. En dessous de ce rapport t/d critique, les propriétés du matériau sont considérablement modifiées.

1.3.1 Modification des propriétés mécaniques

Au niveau des propriétés mécaniques, la première constatation est la réduction importante de la contrainte d'écoulement avec une baisse du rapport t/d [27, 32–36] comme illustré figure 1.18 pour des matériaux d'épaisseurs différentes.



(a) Al, $d_m = 180$ µm

(b) Cu, $d_m = 65$ µm

(c) Cu-13%at.Al, $d_m = 40$ µm

(d) Fe, $d_m = 180$ µm

Figure 1.18 – Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement de quatre matériaux polycristallins [34].

L'augmentation de la proportion des grains surfaciques, moins contraints que ceux à cœur, est l'explication avancée par de nombreux auteurs [28, 32, 34, 38, 39]. L'intensité de la modification ne semble dépendre ni du matériau, ni de la déformation. La faible contrainte des grains surfaciques serait aussi responsable de leur forte rotation lors de la déformation, donnant lieu à une importante rugosité de surface [28, 34]. Par ailleurs, Kals [38] a constaté une évolution du rapport de Lankford moyen avec une réduction du rapport t/d (figure 1.19 partie gauche). Ce rapport est défini par $\bar{r} = 0,25(r_0 + r_{45} + r_{90})$ où r_ϕ défini le rapport entre entre la déformation plastique le long d'une direction inclinée d'un angle ϕ par rapport à la direction de laminage et la déformation plastique dans l'épaisseur (voir figure 1.19, partie droite). La réduction de $\bar{r}$ indique une augmentation de la déformation plastique dans l'épaisseur au détriment de la déformation orthogonale.

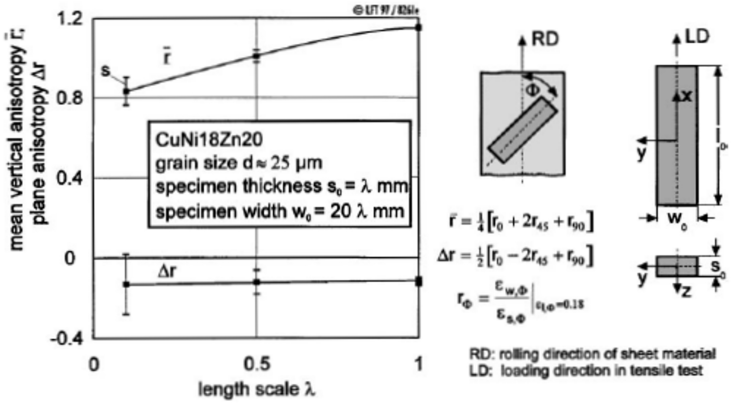
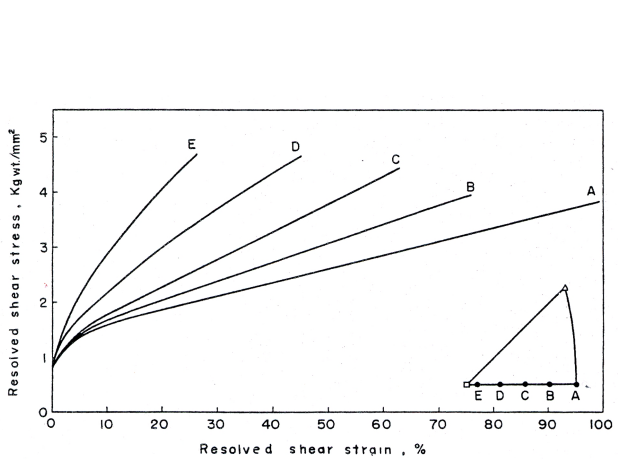
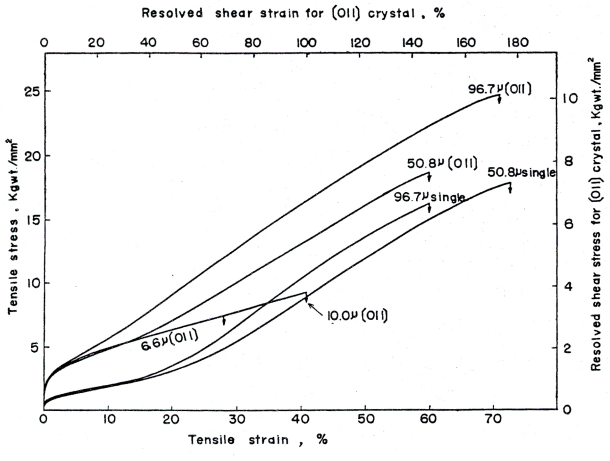


Figure 1.19 – Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur le rapport de Lankford moyen et l'anisotropie plane de l'alliage CuNi18Zn20 [38].

Peu d'études se sont intéressées aux mécanismes de glissement et d'écrouissage au cours de la transition multicristalline. On peut citer à ce propos les travaux de Sumino *et al.* [40, 41]. Ces auteurs reportent une transition entre un comportement typique du polycristal et un comportement multicristallin, caractérisé par la présence de trois stades d'écrouissage, similaires aux stades monocristallins, avec une réduction du rapport t/d. Le matériau étudié est du cuivre pour des épaisseurs s'échelonnant entre 6,6 µm et 3 mm. Les rapports t/d correspondants sont situés entre 0,057 et 0,5 (la taille de grain étant toujours de l'ordre de grandeur de l'épaisseur). Cette transition polycristal-multicristal semble dépendre fortement de l'orientation de la sollicitation de traction. Pour une texture cubique, en faisant varier la direction de traction, ces auteurs ont montré une modification des différents stades d'écrouissage ainsi que leurs coefficients respectifs. La figure 1.20(a) montre le comportement en traction simple d'échantillons d'épaisseur 50,8 µm, correspondant à des rapports t/d d'environ 0,3 ; suivant la direction de sollicitation. On constate que l'apparition du comportement multicristallin ou quasi monocristallin dépend de l'orientation cristallographique pour un même rapport t/d. Par ailleurs, pour une même direction de sollicitation, ces auteurs montrent expérimentalement que plus le rapport t/d est faible, plus les coefficients d'écrouissage sont faibles et plus la longueur du stade I, absent pour les polycristaux, semble être importante. Pour le rapport t/d minimum (épaisseur minimale), le multicristal exhibe un écrouissage complètement linéaire (voir figure 1.20(b)).



(a) épaisseur t=50,6 µm



(b) direction de traction [011]

Figure 1.20 – Effet de la direction de traction (a) et de l'épaisseur et du nombre de grains dans l'épaisseur (b) sur le comportement en traction d'échantillons de cuivre multicristallin [40].

Afin d'expliquer ces différents résultats expérimentaux, les auteurs ont effectué une étude des structures de dislocations présentes au sein du matériau en fonction de la déformation, de l'épaisseur et de l'orientation de la sollicitation de traction. Ils ont constaté, pour une direction de traction identique, un affinement des structures de dislocations avec une réduction de l'épaisseur (i.e. du rapport t/d). Pour les échantillons les plus épais, des cellules et des murs se forment avec la déformation alors que pour les matériaux les plus minces, ces structures tardent à se former et semblent moins denses. Par ailleurs, une modification de l'orientation de la sollicitation de traction modifie les structures de dislocations. Pour une même épaisseur, les matériaux exhibant un caractère polycristallin possèdent des structures denses dès les premiers instants de la déformation plastique alors que les matériaux au caractère multicristallin possèdent des structures beaucoup moins denses qui tendent à apparaître plus tard [41]. L'apparition du comportement multicristallin pourrait donc résulter d'un retard dans l'apparition des structures denses de dislocations.

Une seconde transition a été reportée par Janssen *et al.* [35] sur de l'aluminium pur lorsque le rapport t/d devient inférieur à 1. Cette transition est marquée par un fort adoucissement de la décroissance de la contrainte avec la baisse du rapport t/d, comme illustré sur la figure 1.21. Pour ce type d'éprouvettes possédant moins d'un grain dans épaisseur, les joints de grains sont très majoritairement verticaux, c'est à dire perpendiculaires à la direction de traction. L'évolution de la contrainte avec le rapport t/d serait liée dans leur cas à une réduction de la densité de joints de grains verticaux, ces auteurs travaillant à épaisseur constante.

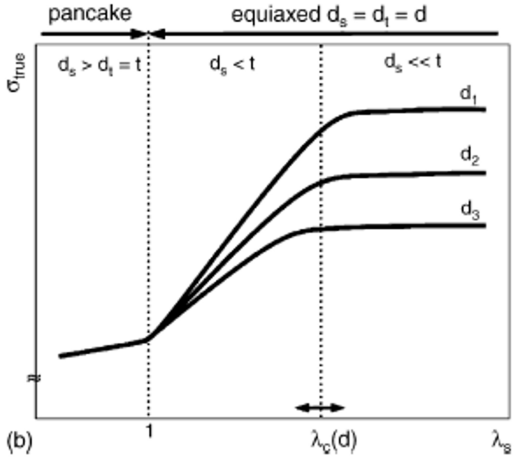
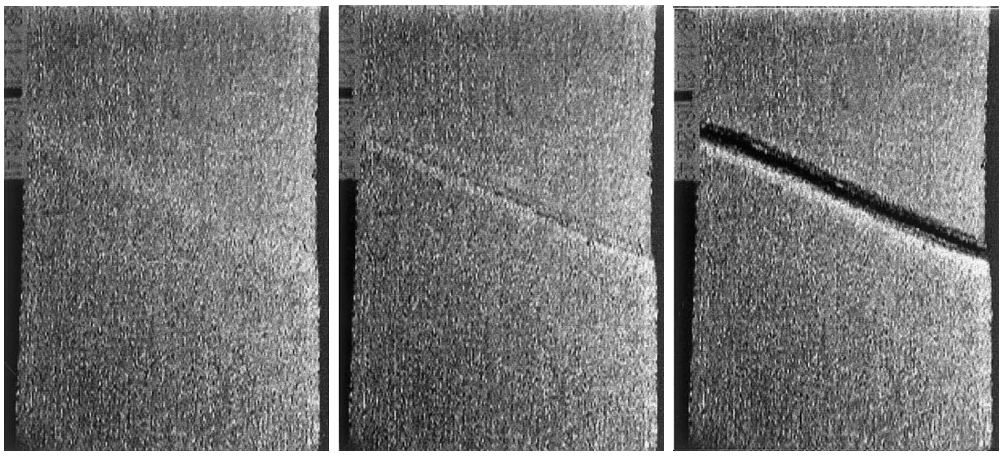


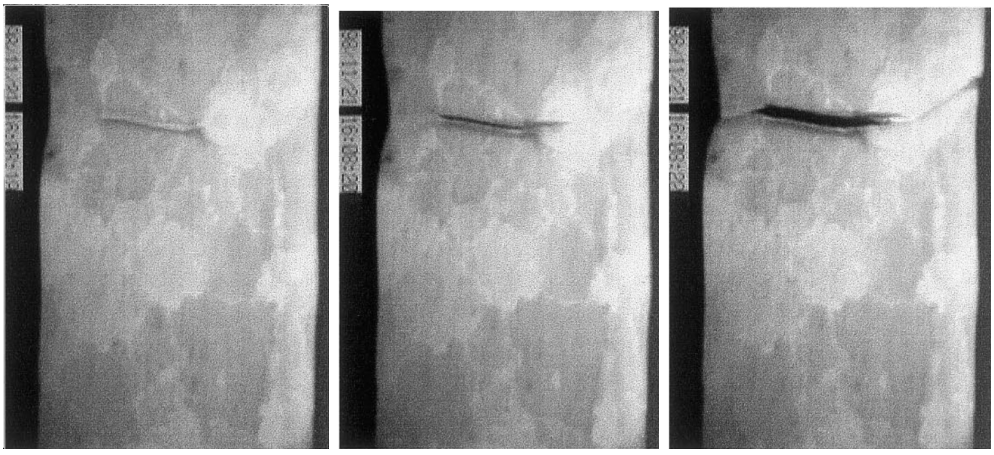
Figure 1.21 – Effet du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement pour $t/d < 1$ [35].

1.3.2 Modification de la rupture

La rupture est aussi fortement influencée par le nombre de grains dans l'épaisseur. Une diminution de ce dernier s'accompagne systématiquement d'une réduction de la déformation plastique à rupture [28–30, 38, 42] (les résultats présentés dans la section 1.2.2 concernant l'effet de l'épaisseur sont interprétables du point de vue de l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur). Simons *et al.* [28] expliquent ce phénomène par la réduction de la probabilité de rencontrer un grain favorablement orienté pour accommoder la déformation lors d'une réduction du rapport t/d. L'activité du glissement au sein de ces grains serait donc réduite et finalement, la capacité du matériau à subir des déformations importantes serait plus faible. Cependant Nakamashi *et al.* [42] montrent expérimentalement, pour les matériaux de faibles rapports t/d, que la rupture précoce provient d'une localisation de la déformation et de la rupture sur un grain pour un niveau de déformation anormalement faible, entraînant avec elle la rupture de l'éprouvette entière (figure 1.22).



(a) t/d=25, $\varepsilon = 0,142$ (b) t/d=25, $\varepsilon = 0,143$ (c) t/d=25, $\varepsilon = 0,144$



(d) t/d=0,083, $\varepsilon = 0,07$ (e) t/d=0,083, $\varepsilon = 0,0723$ (f) t/d=0,083, $\varepsilon = 0,0754$

Figure 1.22 – Déformation et rupture d'éprouvette d'alliage Al-2,5%Mg polycristallin d'une épaisseur de 250 µm [42].

Ce phénomène de localisation a été reporté numériquement par Quicili *et al.* [43] pour des essais de torsion et traction d'échantillons possédant peu de grains par section. Ces auteurs avancent de plus que la réduction de contrainte engendrée par la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur provient d'une localisation de la déformation sur les grains favorablement orientés se déformant pour une contrainte plus faible. Kals *et al.* [38], rapportent à l'instar de Weiss *et al.* [30] une transition entre un mode de rupture ductile et un mode de rupture par striction localisée dans

l'épaisseur avec une réduction de t/d. Par ailleurs, le phénomène de striction diffuse disparaît pour les éprouvettes de faibles rapports t/d. La striction localisée intervient dans ce cas plus tôt et la déformation admissible par le matériau dans la zone de striction est diminuée [38].

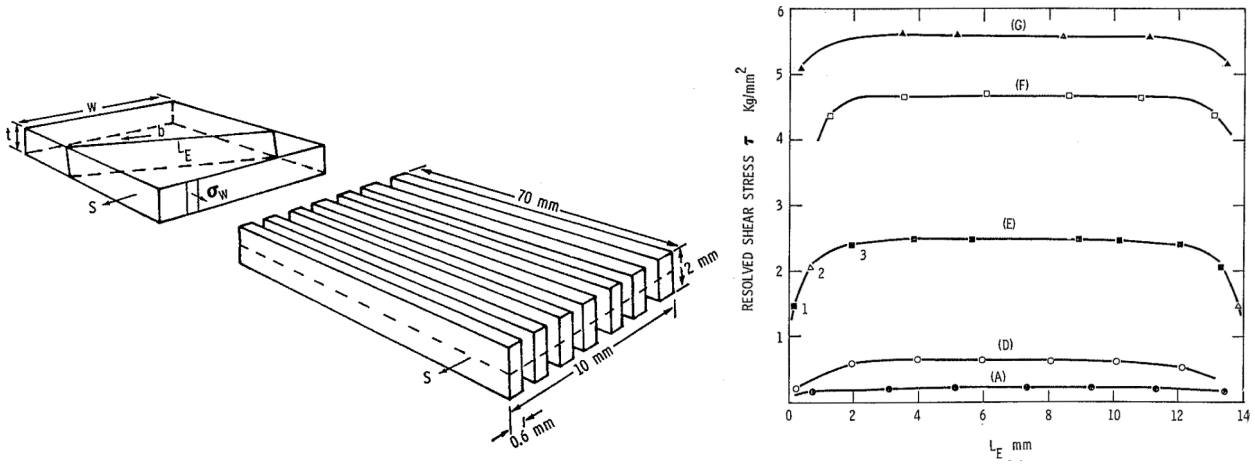
1.4 Effets de surface

La présence d'une surface libre peut entraîner une modification des propriétés mécaniques. Cet effet n'est pas à proprement parler un effet de taille, cependant leur rôle peut être prépondérant dans le cas de matériaux de faibles dimensions, les régions surfaciques étant dans ce cas majoritaires. Ces effets de surface ont été considérablement étudiés par le passé, notamment dans les années 1960 et 1970, du fait de l'intérêt scientifique porté sur la compréhension des mécanismes de plasticité à partir de l'examen de la surface. Les différentes études ont principalement concerné des monocristaux de matériaux c.f.c. déformés en traction uniaxiale ou en fatigue, facilitant ainsi la compréhension des phénomènes.

1.4.1 Les monocristaux

Le comportement mécanique des régions surfaciques des monocristaux est controversé. Il a été à la fois reporté comme plus « doux » et comme plus « dur » par rapport à celui du cœur du matériau et ce par différents auteurs. Il apparaît cependant que l'hypothèse la plus communément acceptée est celle d'un comportement plus doux.

Cette hypothèse d'un adoucissement surfacique des monocristaux provient essentiellement des travaux de Fourie [44–47] et Mughrabi [48, 49]. Fourie, en développant une technique de découpe d'un monocristal précontraint pour différents niveaux de déformation en bandes rectangulaires (figure 1.23(a)), a montré l'existence d'un gradient de contrainte macroscopique au sein du monocristal orienté en glissement simple, le long de la direction du vecteur de Burgers du système primaire, pour une profondeur L_E inférieure à 2 mm. Ce gradient est illustré figure 1.23(b) pour plusieurs niveaux de déformation 0 ; 0,058 ; 0,21 ; 0,32 et 0,53.

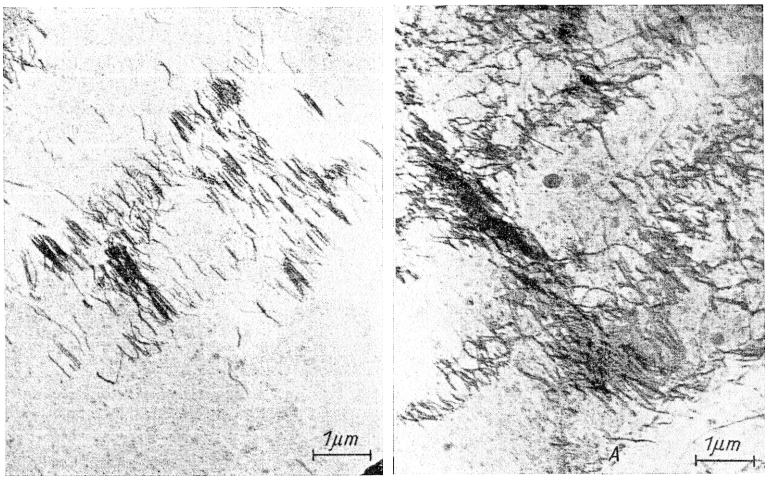


(a) méthodologie de découpe des monocristaux

(b) gradient de contrainte le long du vecteur de Burgers pour une profondeur L_E

Figure 1.23 – Méthodologie de découpe des monocristaux pour l'étude des effets de surface pour un monocristal et résultats associés, les repères A, D, E, F, G correspondent aux niveaux de pré-déformation : 0 ; 0,058 ; 0,21 ; 0,32 et 0,53 [44].

Ce type de résultat a aussi été obtenu par des mesures d'indentation au sein d'une section d'éprouvette par Murphy [50]. Ce gradient apparaît de manière significative lorsque le vecteur de Burgers émerge de la surface latérale et à partir d'un niveau de contrainte critique correspondant au passage du stade I d'écrouissage à celui du stade II [44]. Il a été reporté pour des monocristaux de cuivre [44, 45, 50], d'aluminium [47] ainsi que d'alliages Cu-5,8%at.Al [46]. Ce gradient de contrainte peut être corrélé à une évolution microstructurale entre la surface et le cœur du monocristal. Plusieurs auteurs ont montré une différence importante après l'activation du stade II d'écrouissage entre les structures de dislocations en surface et à cœur [44–49, 51], comme illustré sur la figure 1.24.



(a) observations à 0,5 mm sous la surface libre

(b) observations au centre de l'échantillon

Figure 1.24 – Structures de dislocations pour un monocristal de cuivre déformé en traction à 15% [48].

Les structures de dislocations situées en surface présentent un retard dans l'écrouissage par rapport à celles à cœur. Une fois établi le second stade d'écrouissage au niveau macroscopique, la surface présente des structures de dislocations typiques d'un stade de glissement simple alors que le cœur du matériau présente des structures typiques du stade II. Même après l'établissement du stade II en surface, les structures de dislocations y sont moins denses et les cellules tardent à apparaître alors qu'à cœur, les cellules sont déjà entièrement définies et de diamètre plus faible [44, 48]. Mughrabi [48] a reporté par ailleurs l'existence d'un gradient de densité de dislocations primaires sur environ 200 μm entre la surface et le cœur du matériau sur du cuivre pour une contrainte de 17 MPa (équivalente au stade II), la densité en surface étant environ deux fois et demi plus faible que celle à cœur. Cette différence entre les densités de dislocations en surface et à cœur a été confirmée par Tabata *et al.* [51].

Ces différences de stade d'écrouissage entre la surface et le cœur se retrouvent macroscopiquement en étudiant l'effet du rapport surface sur volume sur le comportement en traction. Fourie et Suzuki [44, 52] ont montré une augmentation de la longueur du stade de glissement simple (stade I) pour les échantillons les plus minces sans que le taux d'écrouissage durant ce stade ne soit modifié (figure 1.25). Fourie a par ailleurs montré que la longueur du stade II (stade de glissement multiple) dépend du rapport surface/volume en étant maximum pour une valeur intermédiaire entre un échantillon massique et un échantillon surfacique. Le taux d'écrouissage durant le stade II semble dépendre légèrement des dimensions, θ_{II} étant plus faible pour les échantillons les plus minces. La transition entre le stade II et III est par ailleurs retardée pour les échantillons minces, le glissement dévié intervenant plus tardivement.

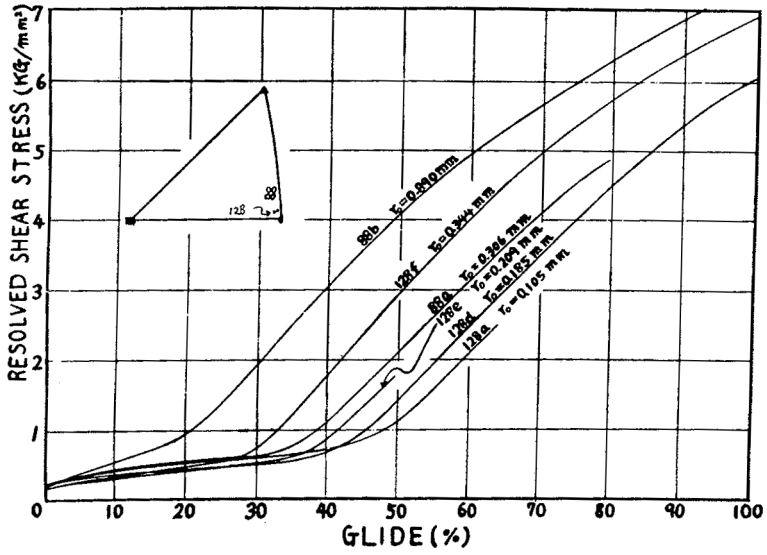


Figure 1.25 – Comportement en traction de monocristaux de cuivre selon le diamètre des échantillons [52].

Des tentatives de modélisation et d'explication de ces phénomènes ont été avancées par Fourie et Mughrabi [44, 49]. Dans le cas du cuivre [44], le gradient de contrainte et de structures de dislocations semblent se produire sur une zone d'environ 2 mm en profondeur, parallèlement au vecteur de Burgers des dislocations primaires. Cette longueur de modification des propriétés mécaniques est proche du libre parcours moyen des dislocations primaires en stade I. De ce fait, Fourie a avancé que sous l'effet d'une contrainte extérieure, les dislocations situées à une distance de la surface inférieure au libre parcours moyen vont pouvoir émerger en surface. Suivant leur signe, ces dislocations émergeront du coté droit ou du coté gauche de l'éprouvette (figure 1.26) engendrant ainsi un déficit de dislocations d'un signe donné (dépendant de la localisation dans l'éprouvette) au niveau de la zone affectée par la présence de la surface libre. Cette différence de densité de dislocations entre signe retarde l'apparition des dipôles de dislocations responsables de l'activation du stade II d'écrouissage ainsi que des structures denses telles que les cellules ou les amas.

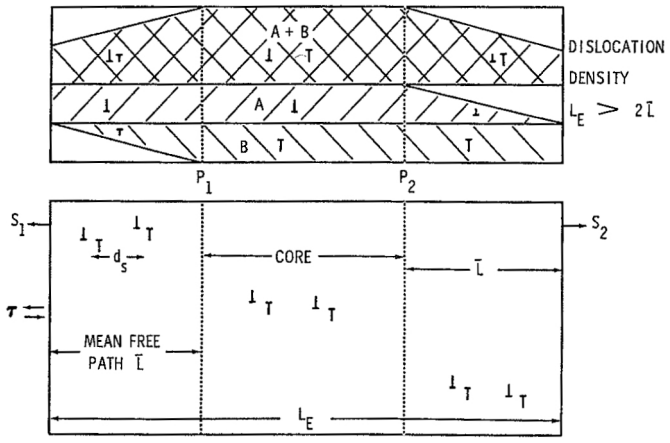


Figure 1.26 – Modèle du comportement des dislocations en surface pour les monocristaux [44].

Ce modèle permet aussi d'expliquer la présence d'un pic de contrainte après un cycle de décharge et charge sur les monocristaux purs non soumis au phénomène de vieillissement statique (piégeage des dislocations par des atomes interstitiels ou des lacunes). Cet effet a été constaté par plusieurs auteurs [53, 54] qui ont par ailleurs reporté une disparition du pic après un électropolissage de surface juste après la décharge. La présence d'un gradient de contrainte entre la

surface et le cœur provoque lors de la décharge l'entrée en plasticité de la zone surfacique par compression. L'écrouissage de cette zone de surface au cours de la plasticité durant la décharge entraîne ainsi une augmentation de la limite d'élasticité pour la recharge. Au niveau macroscopique, cette augmentation de la limite d'élasticité surfacique se traduit par l'apparition d'un pic de contrainte [53, 55, 56]. Cet effet apparaît à partir de l'entrée en stade II et son intensité est maximale pour une épaisseur maximisant le gradient de contrainte. Les travaux de Kolb *et al.* [57, 58] valident cette hypothèse, ces auteurs ayant prouvé par diffraction des rayons X l'existence d'un état de compression en surface après décharge lors d'un essai de traction simple sur des polycristaux de nickel. Il semble néanmoins que cet effet adoucissant disparaisse pour les monocristaux orientés en glissement multiple [59].

L'hypothèse d'une couche surfacique plus dure que le cœur a été reportée par Kramer *et al.* [54] sur des monocristaux d'aluminium. Ces auteurs constatent une augmentation de la densité de dislocations, estimée par différentes techniques telle que la diffraction des rayons X ou l'attaque chimique de surface, sur une couche comprise entre la surface et une profondeur de 60 µm. Ils ont par ailleurs reporté qu'un électropolissage de la surface après une décharge lors d'un essai de traction provoque une forte baisse de la contrainte d'écoulement. Ils ont donc conclut à l'existence d'une couche superficielle dure qu'ils ont nommé « debris layer » . Ces résultats sont cependant contraires à ceux obtenus par Fourie [47] sur de l'aluminium et sont ambigües du fait de la présence sur l'aluminium d'une couche d'oxyde pouvant provoquer des empilements de dislocations au niveau de l'interface, durcissant ainsi le matériau [55]. Cette hypothèse d'une zone surfacique plus dure que le cœur est donc à relativiser.

1.4.2 Les polycristaux

Les travaux concernant les effets de surface sur le comportement mécanique des polycristaux sont beaucoup moins nombreux. Fourie [59], en développant la même étude que celle appliquée aux monocristaux, a montré concernant le cuivre, la présence d'un adoucissement surfacique sur environ 90 µm en dessous de la surface libre. Ce gradient de contrainte est plus faible et plus localisé que celui retrouvé sur les monocristaux orientés en glissement simple. Ce résultat est supporté par plusieurs études en microscopie électronique en transmission portant sur les structures de dislocations présentes en surface et à cœur. Miyazaki *et al.* [34] ont montré sur du cuivre polycristallin d'une pureté de 99,99% déformé en traction uniaxiale à 1%, la présence de deux types de structures de dislocations. Il apparait sur la figure 1.27(a) que les structures de dislocations présentes au niveau des grains situés à cœur sont réparties au sein du grain entier alors que sur la figure 1.27(b) les grains en surface présentent des dislocations majoritairement situées au niveau des joints de grains.

Des résultats similaires ont été reportés par Kolb *et al.* [57] sur des polycristaux de nickel où les motifs de la surface après attaque chimique démontrent une densité de dislocations plus forte au niveau du cœur du matériau qu'en surface. Par ailleurs, Keller *et al.* [60] ont montré, pour des polycristaux d'acier HSLA sollicités en fatigue, un retard dans l'apparition du glissement multiple et des structures denses au niveau des grains surfaciques par rapport aux grains situés au cœur du matériau. Cependant, ces résultats sont contredits par d'autres auteurs. Swann [61] a montré pour des polycristaux de cuivre, pour une déformation de 15%, que la surface du matériau présente des structures denses semblables à celles retrouvées à cœur. Seule une décomposition des murs de dislocations semble avoir lieu sur une épaisseur de 0,5 µm en dessous de la surface. Ces résultats ont été confirmés par Essmann *et al.* [62] sur des polycristaux de cuivre déformés entre 0,2 et 3,2% où les structures de dislocations ne semblent pas être fonction de la profondeur par rapport à la surface.

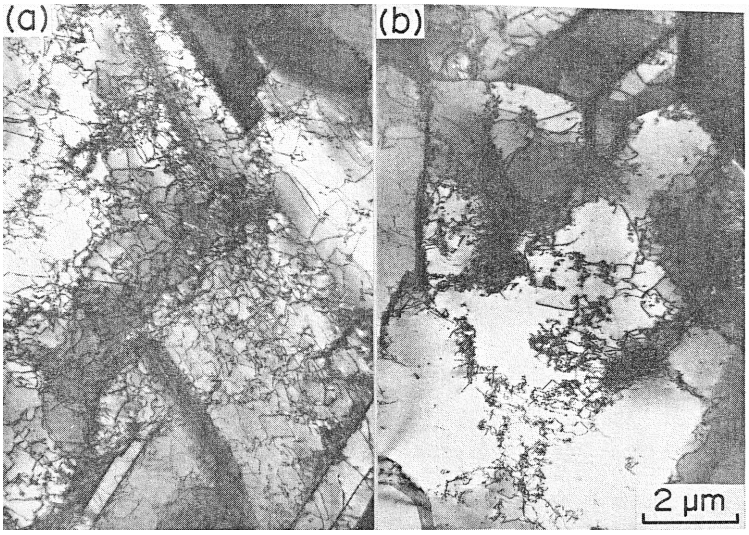
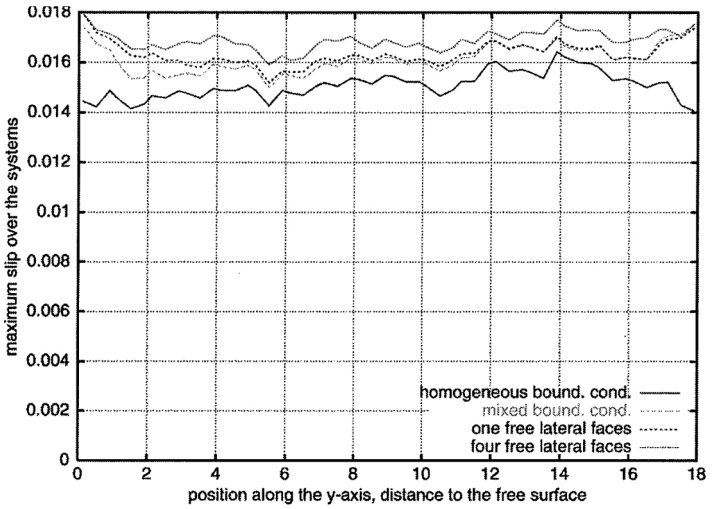
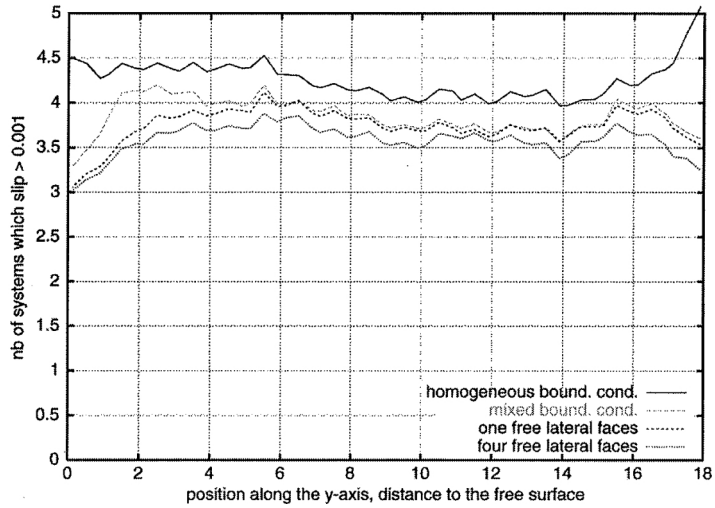


Figure 1.27 – Structures de dislocations pour un polycristal de cuivre déformé en traction à 1% : (a) pour les grains à cœur ; (b) pour les grains en surface [34].

Les récents progrès dans le domaine de la simulation numérique par éléments finis ont permis de préciser le comportement des grains surfaciques pour les matériaux c.c. et c.f.c. purs. Il apparaît premièrement que ces derniers sont entre 10 et 15% moins contraints que ceux à cœur [63, 64]. Cette baisse de contrainte semble avoir lieu sur environ deux grains en profondeur [64], validant ainsi les résultats de Fourie [59]. La déformation plastique équivalente (au sens de Von Mises) en surface semble être plus importante qu'à cœur. L'augmentation dépend suivant les études, elle varie entre 8 % (modélisation de la plasticité cristalline avec écrouissage) [63] et 20% (modélisation d'un grain surfacique noyé dans une matrice élastoplastique) [65]. Sauzay *et al.* [65] ont reporté par ailleurs l'existence de contraintes résiduelles de compression en surface lors d'une décharge ainsi que l'apparition en surface, sous charge, d'une composante de cisaillement dissymétrique qu'ils rendent responsable du retard du glissement multiple. Ces contraintes résiduelles de compression en surface sont en accord avec les résultats expérimentaux de Kolb *et al.* [57]. Enfin, Barbe *et al.* [63] ont montré une modification des caractéristiques du glissement en surface. A ce niveau, la déformation plastique est accomodée par l'activation de seulement trois systèmes de glissement contre quatre à cœur. Ces systèmes de glissement sont par ailleurs 15 % plus actifs en surface, comme illustré figure 1.28. Ces résultats issus de simulations numériques tendent à confirmer l'hypothèse d'un adoucissement surfacique pour les polycristaux tout comme pour les monocristaux. Les mécanismes responsables de l'adoucissement dans le cas de ces derniers ne peuvent cependant pas être appliqués aux polycristaux, ceux-ci ne présentant pas de stade de glissement simple.



(a) glissement maximum des systèmes activés



(b) nombre de systèmes de glissements activés

Figure 1.28 – Simulation par éléments finis des caractéristiques du glissement selon la distance par rapport à la surface libre [63].

1.5 Synthèse

L'étude des effets de taille sur le comportement mécanique des matériaux métalliques a fait l'objet de nombreux travaux, notamment sur les matériaux c.f.c. monocristallins et polycristallins. Plusieurs paramètres rentrent en jeu : la taille de grain, l'épaisseur, la présence d'une surface libre ainsi que le nombre de grains dans l'épaisseur (rapport t/d). L'effet de taille de grains est aujourd'hui correctement maîtrisé à travers la loi de Hall-Petch et les différentes modélisations entreprises pour y rendre compte. L'effet d'une transition volume/surface, c'est à dire d'une diminution de l'épaisseur, est encore à l'étude. Pour les monocristaux, étudiés considérablement dans les années 70, un consensus semble avoir été trouvé sur un adoucissement de la région surfacique du matériau. Cet adoucissement se traduit par un gradient de contrainte, de densité et de structures de dislocations ainsi qu'une modification des mécanismes d'écrouissage entre la surface et le cœur du matériau. Cet effet est majoritairement dû à la présence d'une surface libre permettant l'émergence des dislocations. Au niveau macroscopique, le paramètre d'étude pertinent est donc l'épaisseur qui va régir directement le rapport volume/surface conditionnant l'évolution des propriétés mécaniques. Concernant les polycristaux « libres », c'est à dire sans substrat, l'état actuel de la recherche fait état de deux tendances suivant l'élaboration du matériau. De manière générale, pour les matériaux électrodéposés (épaisseur inférieure à quelques micromètres) une réduction des dimensions semble consolider le matériau avec une augmentation de la contrainte d'écoulement alors que pour les matériaux laminés, d'épaisseurs plus importantes, l'effet constaté est opposé avec une réduction de la contrainte d'écoulement.

Les études sur ce dernier type de matériau sont beaucoup plus nombreuses du fait de la relative facilité de mise en œuvre des essais mécaniques. Le comportement mécanique des ces matériaux semblent être influencé par trois facteurs : les dimensions, la présence d'une surface libre ainsi que le nombre de grains dans l'épaisseur. Les travaux étudiant l'effet d'une réduction de l'épaisseur et d'une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur s'accordent sur une dégradation globale des propriétés mécaniques des polycristaux : baisse de la contrainte à rupture, baisse de ductilité et modification de l'écrouissage. L'influence de la surface libre est controversée. Deux résultats s'opposent : une modification de la densité et des structures de dislocations au niveau de la surface libre, traduisant un adoucissement surfacique et une homogénéité du comportement entre la surface et le cœur. Avec une réduction de l'épaisseur, ces trois paramètres concourent à modifier le comportement polycristallin classique au profit d'un comportement quasi monocristallin avec des stades de déformation similaires à ceux du monocristal, caractérisé par deux stades d'écrouissage linéaires. Cette modification comportementale semble ne pas être seule fonction des paramètres structuraux précédents mais aussi de la texture cristallographique, de la taille de grains et de l'énergie de faute d'empilement du matériau.

Un effort de caractérisation de l'effet d'une transition volume/surface est donc encore nécessaire pour préciser l'influence du rapport t/d, de l'épaisseur et des surfaces libres sur le comportement mécanique dans le cas des polycristaux. La décorrélation de ces trois paramètres reste un encore un enjeu, nombre d'études ayant fait varier l'épaisseur, le rapport t/d et la taille de grains de manière conjointe, empêchant de tirer des conclusions claires dans certains cas. De plus, concernant l'effet du rapport t/d, il est nécessaire de garder un caractère polycristallin au sein de la largeur des échantillons. Le manque de caractérisation microstructurale, en termes de texture cristallographique, de type de joints de grains, de répartition des tailles de grains doit aussi être comblé pour restreindre le champ des hypothèses possible pour l'évolution des propriétés mécaniques. Enfin, l'étude des mécanismes d'écrouissage et des structures de dislocations est primordiale pour tenter de définir des mécanismes, comme dans le cas des monocristaux, responsables de la modification du comportement.

Chapitre 2

Obtention du matériau d'étude et caractérisation microstructurale

La maîtrise de la microstructure des échantillons en termes de composition chimique, de taille de grains, de répartition statistique de cette dernière ainsi que de texture cristallographique est primordiale pour caractériser un effet d'une transition volume/surface. Ce chapitre a ainsi pour but de présenter la méthodologie d'obtention des échantillons ainsi que les caractéristiques microstrucurales de ces derniers afin de pouvoir, par la suite, discuter de manière pertinente de la modification des propriétés mécaniques.

2.1 Stratégie adoptée et présentation du matériau

Pour mener à bien l'étude de l'influence d'une transition volume/surface sur les propriétés mécaniques du nickel polycristallin de haute pureté, deux stratégies ont été adoptées. La première consiste à travailler avec des tôles d'épaisseur constante égale à 500 µm avec différentes tailles de grains afin de varier le rapport t/d. La seconde stratégie consiste à travailler avec plusieurs épaisseurs de tôles dont la taille de grains est fixée à 100 µm environ. La figure 2.1 illustre ces deux stratégies à partir d'une microstructure schématique polycristalline.

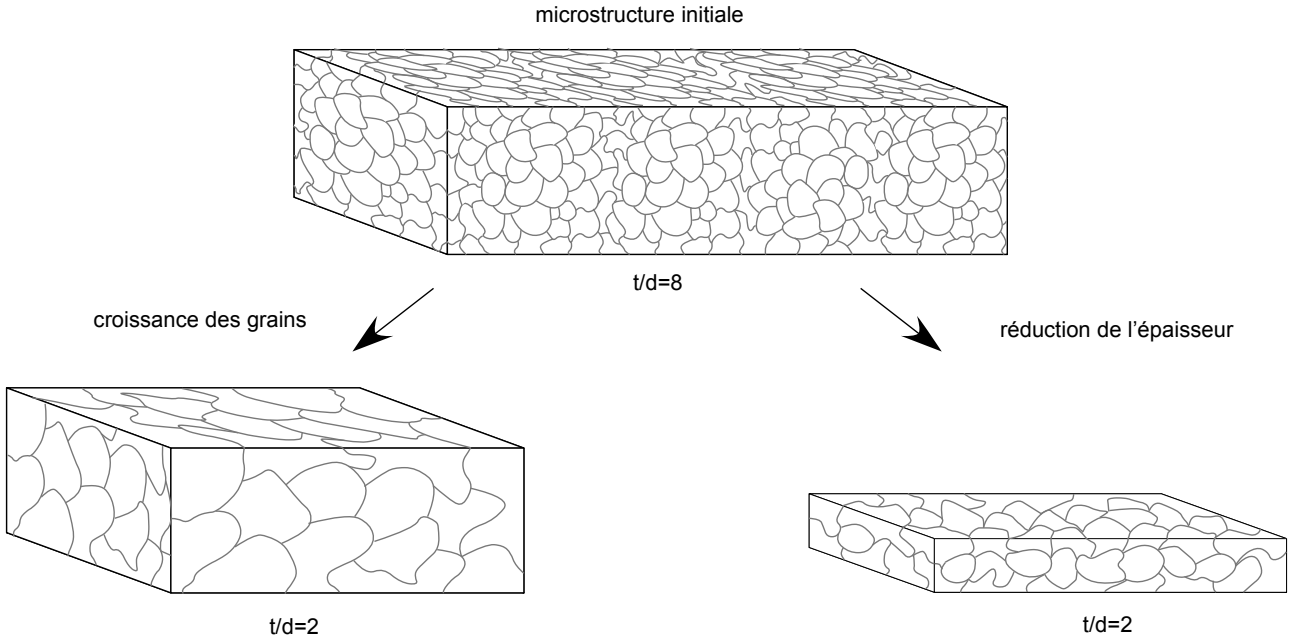


Figure 2.1 – Illustration des stratégies d'obtention des échantillons de rapports t/d différents.

Ces deux stratégies définissent le rapport t/d comme variable d'étude principale en s'affranchissant du rôle de l'épaisseur et de celui de la taille de grains suivant le type d'échantillon. La comparaison de ces deux types d'échantillons permettra par ailleurs de définir précisément le rôle des trois paramètres, taille de grains, épaisseur et rapport t/d sur les propriétés mécaniques.

Le nickel, fourni par la société GoodFellow, se trouve sous la forme de plaques laminées puis recuites par le fournisseur[1]. Les différentes tôles sont certifiées pures à 99,99% et la tolérance sur la valeur nominale de l'épaisseur dépend de cette dernière : 10% si l'épaisseur est supérieure à 0,05 mm et 15% pour une épaisseur comprise entre 0,01 mm et 0,05 mm. Huit épaisseurs ont été employées pour cette étude : 12,5 ; 25 ; 125 ; 250 ; 500 (commune aux deux stratégies) ; 1000 ; 3200 et 6400 µm. Les compositions chimiques de ces différents échantillons de nickel sont présentées dans le tableau 2.1. Indépendamment des épaisseurs, les éléments d'addition sont similaires. Leur concentration est extrêmement faible et, par conséquent, supposée non influente sur les propriétés mécaniques.

[1]Les caractéristiques du recuit effectué par GoodFellow n'ont pu nous être communiquées.

épaisseur (mm)	Ag	Al	As	Ca	Cl	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Mo	Na	Si	Ta
0,0125		0,7			2			0,8			2	0,9	1	
0,025		1		2		< 1	2	15	<1	<1		< 1	1	
0,05		1		2		< 1	2	15	<1	<1		< 1	1	
0,125						0,14		2,4					0,33	<2
0,250	<1	<1		<1		<1		30	<1	<1			<1	
0,500								1,1					<2	
1	<1						<1	<1	<1				<1	
3,2								2,6						
6,4			0,21					1					0,37	<2

Tableau 2.1 – Teneur en éléments d'addition en partie par million annoncée par GoodFellow pour les différents échantillons de nickel étudiés.

2.2 Maitrise de la taille de grains

2.2.1 Traitements thermiques

Afin d'obtenir différents rapports t/d selon les stratégies définies ci-dessus, plusieurs traitements thermiques ont été effectués dans le but de faire varier la taille de grains. Ces traitements thermiques consistent en un maintien isotherme pendant une durée fixée suivi d'un refroidissement par air relativement lent. Ces traitements thermiques ont été effectués sous vide secondaire, compris entre 10^{-6} et 10^{-5} mbar, correspondant à une pression partielle de O_2 inférieure à 2.10^{-4} Pa. Cette faible pression partielle de dioxygène permet d'éviter la formation d'une couche d'oxyde massive d'épaisseur micrométrique au niveau des surfaces libres, cette couche d'oxyde pouvant altérer le rôle joué par ces dernières comme décrit dans le chapitre 1.

Dans le cas des tôles d'épaisseur 500 µm, les températures de recuits s'échelonnent entre 500 °C et 1050 °C (capacité maximale du four utilisé) pour une durée de maintien de 220 min. La figure 2.2 présente la courbe taille de grains-température de recuit. Chaque point correspond à un traitement thermique[2]. La taille de grains a été calculée par analyse d'images en microscopie optique et par analyse EBSD (Electron BackScattered Diffraction) couplée à un microscope électronique à balayage. Les deux techniques, présentées plus en détails en annexe, donnent des résultats similaires. La forte dispersion expérimentale présente est en grande partie due à l'utilisation de différents lots du fournisseur pour l'ensemble des échantillons étudiés, ces différents lots n'ayant pas subi exactement le même procédé d'élaboration.

Pour les échantillons d'épaisseurs différentes, la courbe taille de grains-température de recuit n'a pas pu être obtenue pour chaque épaisseur. Pour les échantillons d'épaisseurs supérieures à 0,5 mm, la courbe obtenue précédemment a été utilisée pour déterminer la température de recuit à employer pour obtenir une taille de grains donnée. Une température de 700 °C a ainsi permis, pour ces échantillons, d'obtenir une taille de grains d'environ 100 µm. Pour les épaisseurs inférieures à 0,5 mm, la température critique de recristallisation semble être plus élevée, augmentant la température de recuit pour obtenir une taille de grains donnée par rapport à la figure 2.2. Un traitement thermique de 1000 °C pendant 220 min a été employé dans ce dernier cas pour obtenir une taille de grains d'environ 100 µm.

[2]Plusieurs traitements thermiques avaient été effectués antérieurement à cette étude par des étudiants de L'Université de Technologie de Compiègne dans le cadre de projets expérimentaux.

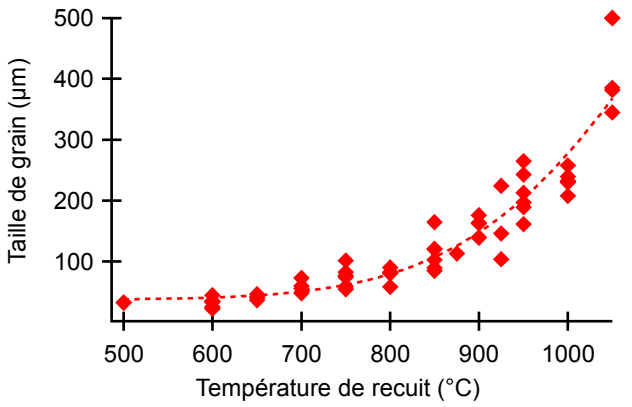
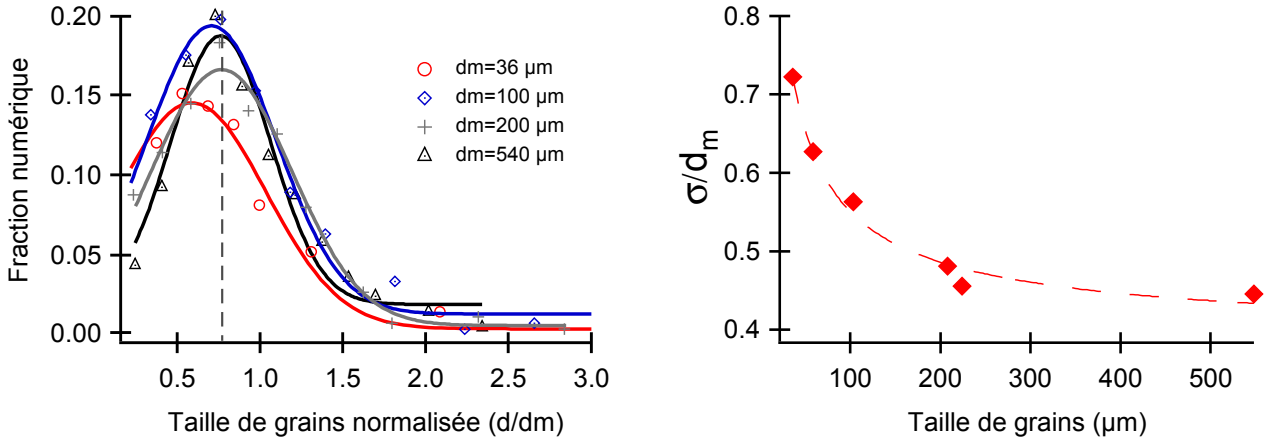


Figure 2.2 – Evolution de la taille de grains en fonction la température de recuit pour des échantillons d'épaisseur 500 µm, durée du recuit : 220 min.

2.2.2 Statistique de taille de grains

La figure 2.3(a) présente les histogrammes de répartition de la taille de grains autour de la valeur moyenne pour quatre échantillons d'épaisseur 500 µm et de tailles de grains différentes. Cette répartition est correctement représentée par une loi statistique de type gaussienne unimodale centrée autour de 0,7 fois la valeur moyenne.

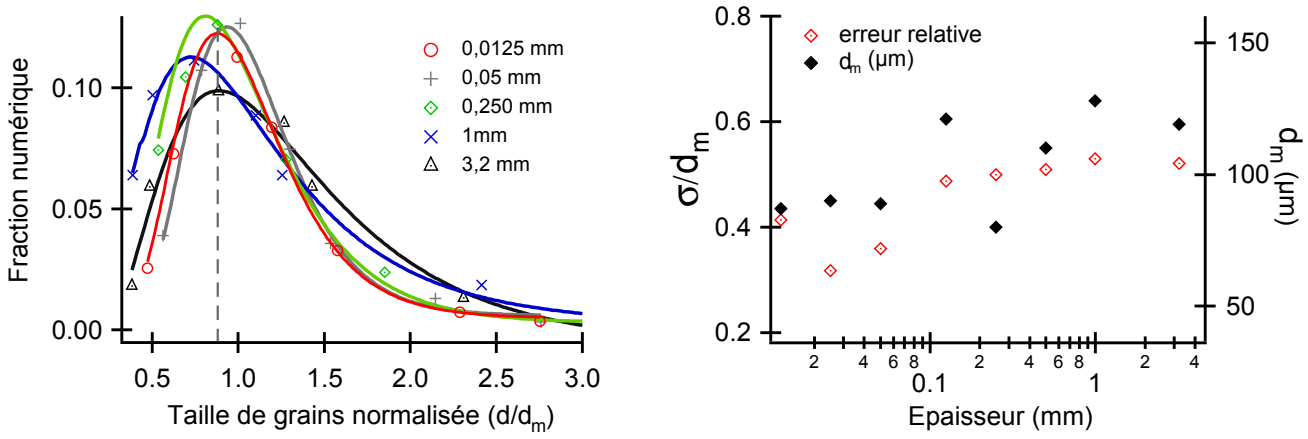


(a) (b)

Figure 2.3 – (a) répartitions statistiques de tailles de grains pour différentes tailles de grains moyennes ; (b) évolution du rapport σ/d_m en fonction de la taille de grains moyenne.

Le rapport écart type (σ) sur taille de grains moyenne (d_m) décroît avec une augmentation de cette dernière comme illustré figure 2.3(b). Les valeurs élevées reportées pour les faibles tailles de grains (d_m <60 µm) traduisent une forte hétérogénéité de ces dernières par rapport aux microstructures issues de recuits à températures plus importantes. Cependant, comme l'a montré Berbenni *et al.* [66] numériquement, cette forte dispersion ne semble pas modifier le comportement mécanique des polycristaux si ceux-ci possèdent des tailles de grains moyennes supérieures à 2 µm. L'hétérogénéité de répartition de tailles de grains peut donc être considérée comme non influente sur les propriétés mécaniques du nickel.

Pour les échantillons d'épaisseurs différentes, la figure 2.4(a) présente la répartition statistique des tailles de grains autour de la valeur moyenne pour cinq épaisseurs parmi celles utilisées. Comme dans le cas des échantillons d'épaisseur 500 µm, la répartition des tailles de grains est correctement modélisée par une gaussienne unimodale centrée autour d'environ 0,8 fois la valeur moyenne. La taille de grains moyenne ainsi que le rapport σ/d_m obtenus pour les différentes épaisseurs sont représentés figure 2.4(b). Malgré les efforts réalisés pour obtenir une taille de grains constante quelle que soit l'épaisseur, ces dernières oscillent entre 80 et 128 µm avec un rapport écart type sur taille de grains moyenne d'environ 50% comme dans le cas des échantillons précédents.



(a) (b)

Figure 2.4 – (a) répartitions statistiques de tailles de grains suivant l'épaisseur des échantillons ; (b) évolution du rapport σ/d et de la taille de grains moyenne d_m en fonction de l'épaisseur des échantillons.

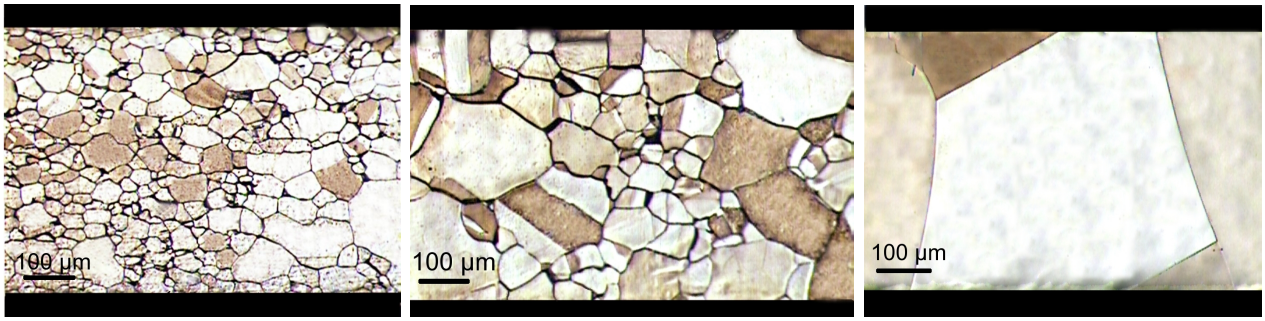
2.2.3 Echantillons obtenus

L'utilisation des traitements thermiques présentés ci-dessus a permis d'obtenir des échantillons de microstructures différentes. Le tableau 2.2 synthétise quelques unes des conditions de traitement thermique pour chaque épaisseur, la taille de grains obtenue ainsi que le nombre moyen de grains présents dans l'épaisseur de chaque échantillon.

épaisseur (mm)	T ($^\circ$C)	d_m (µm)	t/d
0,5	500	36	14
0,5	750	59	8,5
0,5	850	100	5
0,5	925	200	2,5
0,5	1050	540	0,9
0,0125	1000	87	0,14
0,0250	1000	90	0,28
0,05	1000	89	0,56
0,125	1000	121	1
0,250	1000	80	3
0,5	700	110	4,5
1	700	128	7,8
3,2	700	119	26,9
6,4	700	112	57

Tableau 2.2 – Exemples de caractéristiques microstructurales obtenues en fonction de l'épaisseur des échantillons et des températures de recuits, durée 220 min.

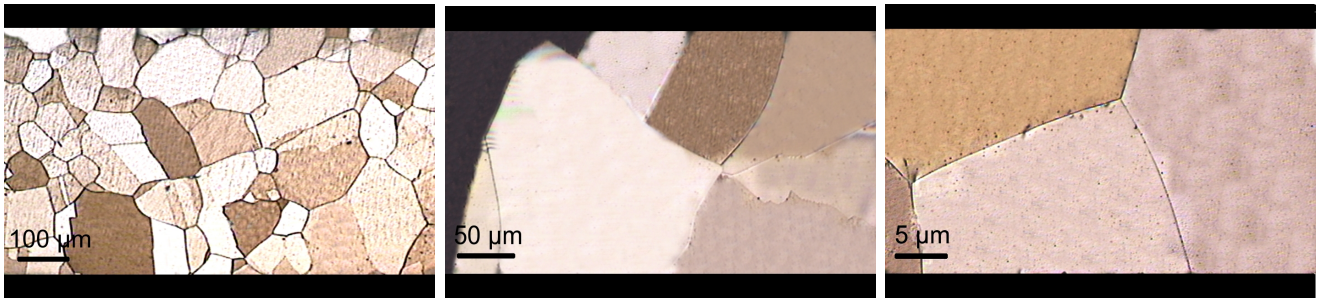
La microstructure des différents échantillons est illustrée figure 2.5 et figure 2.6. Ces deux figures présentent respectivement une coupe transverse d'échantillons d'épaisseurs 500 µm pour trois tailles de grains moyennes différentes (36, 60 et 540 µm) et une coupe transverse d'échantillons de tailles de grains similaires d'environ 100 µm pour trois épaisseurs différentes (1000, 250 et 50 µm).



(a) d_m=36 µm, t/d=14 (b) d_m=60 µm, t/d=8,4 (c) d_m=540 µm, t/d=0,9

Figure 2.5 – Microstructure d'échantillons de nickel d'épaisseur 500 µm en coupe transverse.

On peut distinguer sur les images précédentes la présence de mâcles de recuit en proportions similaires pour les différents échantillons ainsi que l'absence de gradient de taille de grains dans l'épaisseur. Pour les échantillons de rapports t/d inférieurs à 1 (Fig. 2.5(c) et Fig. 2.6(c)) la proportion de joints de grains parallèles aux surfaces libres horizontales est réduite, les grains étant majoritairement colonnaires. L'émergence des dislocations au niveau de la surface n'est ainsi plus entravé par la présence de joints de grains.



(a) t=1000 µm, d_m=128 µm (b) t=250 µm, d_m=119 µm (c) t=50 µm, d_m=89 µm

Figure 2.6 – Microstructure d'échantillons de nickel d'épaisseurs différentes et de tailles de grains d'environ 100 µm en coupe transverse.

2.3 Analyse de la texture cristallographique

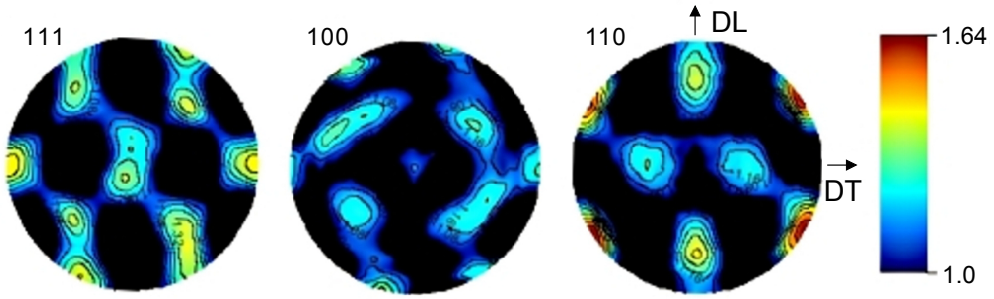
Une étude systématique de la texture cristallographique des échantillons a été effectuée afin de s'assurer que celle-ci est peu modifiée par les différentes conditions de traitements thermiques. Plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées, la diffraction des rayons X, la technique EBSD couplée au MEB ainsi que la diffraction des neutrons. Ces deux dernières techniques ont donné les meilleurs résultats et ont été utilisées en fonction du type d'échantillon à analyser.

2.3.1 Echantillons d'épaisseurs 500 µm

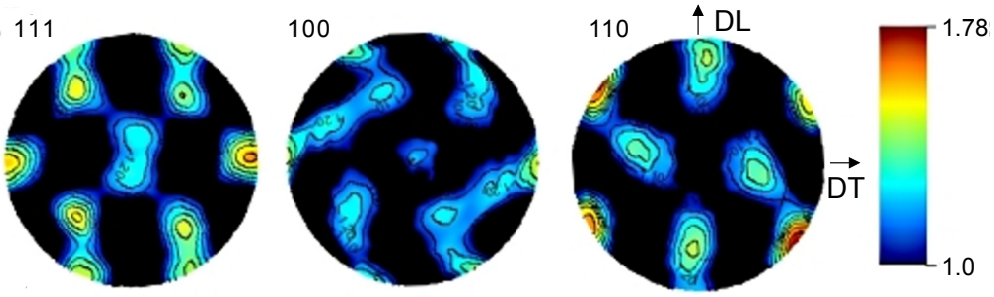
Pour ces échantillons, la mesure de texture par EBSD n'a pas permis d'obtenir des analyses représentatives pour les matériaux de tailles de grains supérieures à 150 µm du fait du faible nombre de grains sondés par cette technique. Afin d'obtenir un nombre de grains analysés maximal, quelle que soit la taille de grains, une analyse de texture par diffraction des neutrons en collaboration avec l'Institut Laue-Langevin (ILL) à Grenoble a été entreprise sur l'instrument D1B. Le pouvoir de pénétration des neutrons dans le matériau étant plus important par rapport aux électrons en EBSD (plusieurs millimètres contre quelques micromètres), il est alors possible d'analyser un nombre beaucoup plus important de grains et d'obtenir une information volumique et non plus seulement surfacique.

Des échantillons d'un volume d'1 cm^3 ont ainsi été construits à partir de 20 carrés d'un centimètre de coté découpés directement au sein des tôles recuites. Ces carrés ont ensuite été collés les uns aux autres en veillant à aligner la direction de laminage pour toutes les plaques. Les mesures ont été effectuées sur le goniomètre 2-cercles de l'instrument D1B avec une longueur d'onde de $\lambda = 0,2523$ nm. Un pas de 5 ° a été utilisé pour la grille de mesures en χ et ϕ pour des valeurs comprises entre 0 et 90 ° pour χ et 0 et 360 ° pour ϕ. Un temps d'acquisition de 4 secondes a permis une analyse rapide des échantillons (environ 10 heures pour chaque échantillon). 5 différents échantillons de tailles de grains égales à 36, 60, 100, 200 et 250 µm ont été analysés. Ces échantillons possèdent respectivement 14 ; 8,5 ; 5 ; 2,5 et 2 grains dans l'épaisseur. Pour ce dernier échantillon, un total de 30000 grains a été analysé, assurant une représentativité totale des résultats.

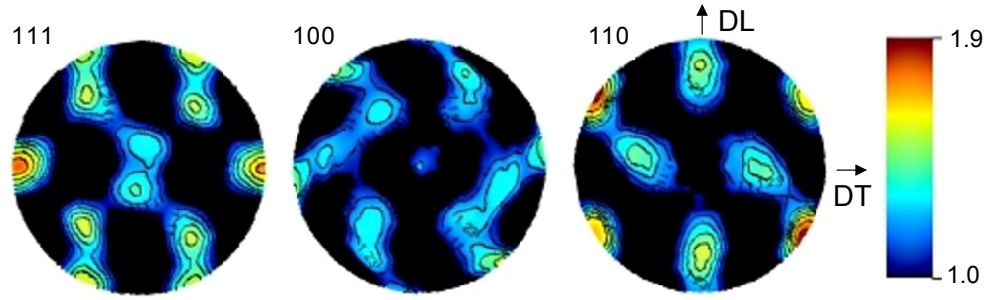
Les fonctions de distribution d'orientations (ODF pour Orientation Distribution Function, voir annexe A.2.3) ont été calculées puis lissées à l'aide de l'algorithme E-Wimv [67], à partir des figures de pôles expérimentales en utilisant le logiciel Maud [68]. Les ODFs de chaque échantillon ont ensuite permis de reconstruire les figures de pôles normalisées. Les figures de pôles des plans {111}, {110} et {100} recalculées sont présentées figure 2.7 pour les 5 échantillons.



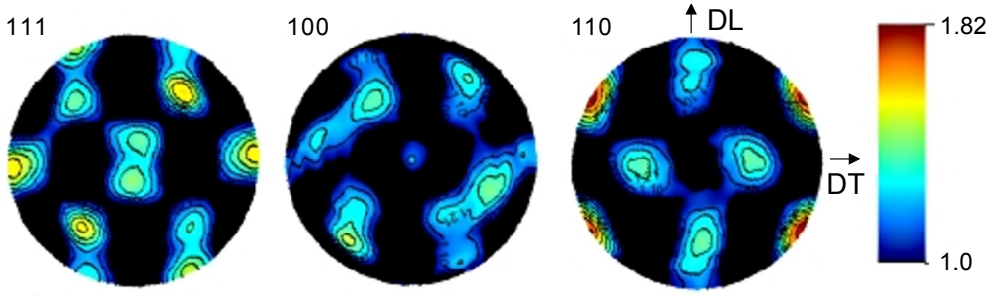
(a) d_m=36 µm



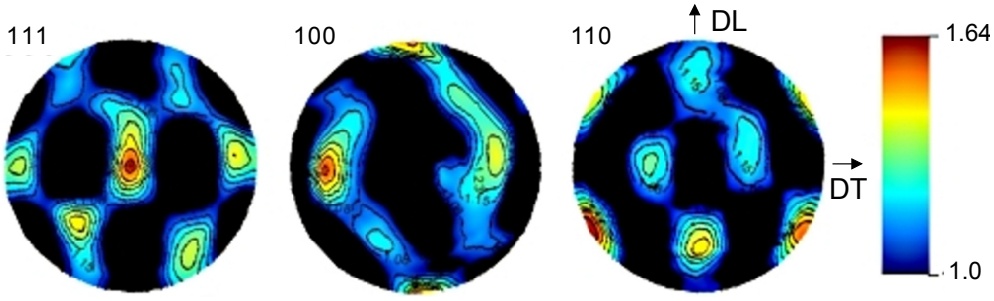
(b) d_m=59 µm



(c) d_m=100 µm



(d) d_m=208 µm



(e) d_m=224 µm

Figure 2.7 – Figures de pôles des plans {111}, {100} et {110} obtenues par diffraction des neutrons, recalculées pour cinq échantillons de taille de grains différentes. DL indique la direction de laminage et DT la direction transverse.

L'analyse de la figure précédente montre la présence d'une texture similaire indépendamment de la taille de grains, avec une légère variation de motifs de texture entre échantillons en accord avec d'autres travaux [69]. La figure 2.8 montre les figures de pôles inverses le long des trois directions de l'échantillon de taille de grains 36 µm. Cette texture est caractérisée par la présence d'un pôle {102} parallèlement à la direction de laminage et de deux pôles {001} et {111} parallèlement aux directions normale et transverse. La densité maximale de pôles, inférieure à 2 m.r.d (Multiple Random Density), montre que la texture est faiblement marquée au niveau macroscopique.

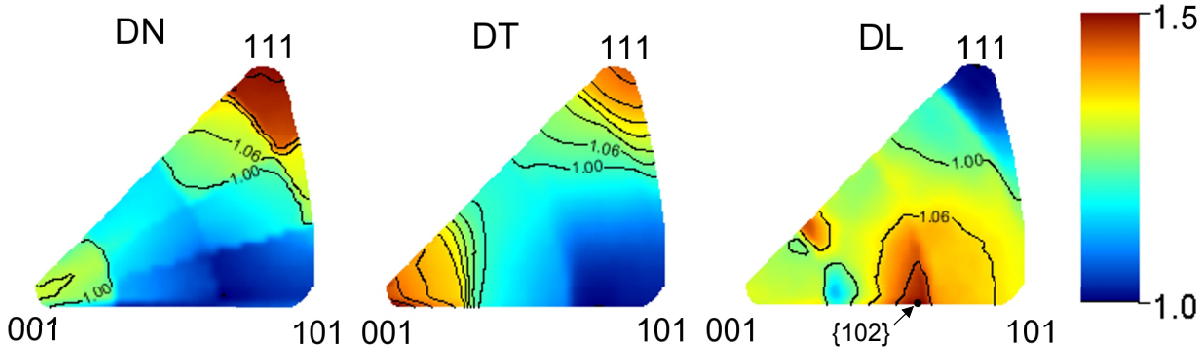


Figure 2.8 – Figures de pôles inverses d'un échantillon d'une épaisseur de 500 µm et d'une taille de grains de 36 µm ; DN indique la direction normale, DT la direction transverse et DL la direction de laminage.

Afin de s'assurer que les variations de motifs de texture entre échantillons ne peuvent pas produire de différences de comportement mécanique, les tenseurs élastiques macroscopiques des échantillons ont été calculés à partir de la texture cristallographique et du tenseur élastique du nickel monocristallin C_{ijkl}. Le calcul a été effectué à l'aide du logiciel Beartex en utilisant l'algorithme de moyenne géométrique (voir annexe A.2.3). Le tenseur monocristallin de référence pour le nickel [70], explicité équation 2.1 en MPa, est exprimé par rapport au repère orthonormé lié aux trois directions principales du monocristal, DL, DT, DN selon les notations utilisées pour la figure 2.8.

$$\bar{\bar{C}}_m = \begin{pmatrix} 248 & 153 & 153 & 0 & 0 & 0 \\ 153 & 248 & 153 & 0 & 0 & 0 \\ 153 & 153 & 248 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 116 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 116 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 116 \end{pmatrix} \tag{2.1}$$

En orientant le polycristal selon les 3 axes macroscopiques définis pour le monocristal, il est possible, pour chaque échantillon, de pondérer le tenseur monocristallin par l'orientation moyenne des grains à travers la texture cristallographique. Il ressort de ce calcul un tenseur élastique homogénéisé pour chaque polycristal, exprimé par rapport aux directions du repère macroscopique. Les tenseurs de l'équation 2.2 reportent le résultat de ce calcul pour un échantillon de taille de grains 36 µm (t/d=14, $\bar{\bar{C}}_{(14)}$) et pour un échantillon de taille de grains 224 µm (t/d≈2 ; $\bar{\bar{C}}_{(2)}$)

$$\bar{\bar{C}}_{(14)} = \begin{pmatrix} 292 & 132 & 130 & 0 & 0 & 0 \\ 132 & 292 & 130 & 0 & 0 & 0 \\ 130 & 130 & 294 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 81 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 81 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 83 \end{pmatrix} \quad \bar{\bar{C}}_{(2)} = \begin{pmatrix} 294 & 131 & 130 & 0 & 0 & 0 \\ 131 & 295 & 129 & 0 & 0 & 0 \\ 130 & 129 & 296 & 0 & -1 & -2 \\ 0 & 0 & 0 & 79 & -2 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & -2 & 80 & 0 \\ 1 & 0 & -2 & 0 & 0 & 81 \end{pmatrix} \tag{2.2}$$

Les valeurs des différentes composantes des tenseurs $\bar{\bar{C}}_{(14)}$ et $\bar{\bar{C}}_{(2)}$ traduisent bien la symétrie cubique du nickel et permettent donc de calculer les propriétés élastiques : module d'Young (E), module de cisaillement (μ), coefficient de poisson (ν) et coefficient d'anisotropie[3] (A) des échantillons. Ces paramètres ont été calculés à partir des coefficients de Lamé λ et μ :

$$\lambda = C_{11} - 2C_{44} \qquad \mu = C_{44} \tag{2.3}$$

Le tableau 2.3 reprend les valeurs des propriétés élastiques pour les 5 échantillons analysés.

taille de grain (µm)	E (MPa)	μ (MPa)	ν	A
36	212,5	81,27	0,31	1,01
59	211,62	80,78	0,31	1
100	211,12	80,53	0,31	0,99
200	211,33	80,64	0,31	0,99
220	210,62	80,26	0,31	0,98

Tableau 2.3 – Propriétés élastiques calculées à partir du tenseur élastique macroscopique des échantillons de tailles de grains différentes.

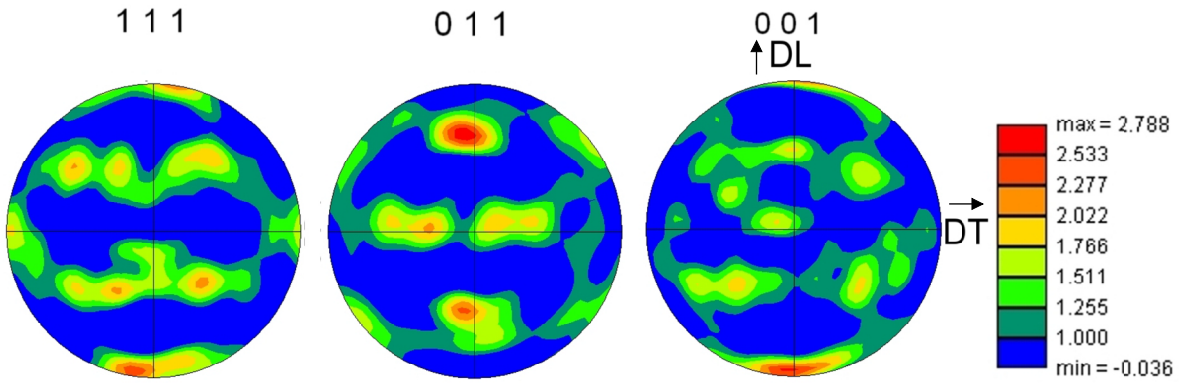
Les propriétés élastiques sont donc indépendantes de la taille de grains de l'échantillon (variation entre échantillons de l'ordre de 1 %). Le matériau est parfaitement isotrope, indépendamment de la taille de grains, le coefficient d'anisotropie étant approximativement égal à 1 (contre 2,5 dans le cas du monocristal). Par conséquent, les différences de texture cristallographique entre échantillons non déformés ne peuvent être responsables d'une modification du comportement mécanique entre échantillons. De plus, en tenant compte de la localisation des grains analysés, ces résultats montrent que l'orientation moyenne des grains surfaciques (majoritairement analysés pour l'échantillon possédant une taille de grains de 200 µm) et des grains volumiques (majoritairement analysés pour l'échantillon possédant une taille de grains de 36 µm) sont les mêmes. Il n'existe donc pas de gradient de texture cristallographique entre la surface et le cœur des échantillons. L'apparition d'un tel gradient peut provoquer une modification du comportement mécanique comme l'ont montré numériquement Nemat-Nasser *et al.* [71].

2.3.2 Echantillons d'épaisseurs variables

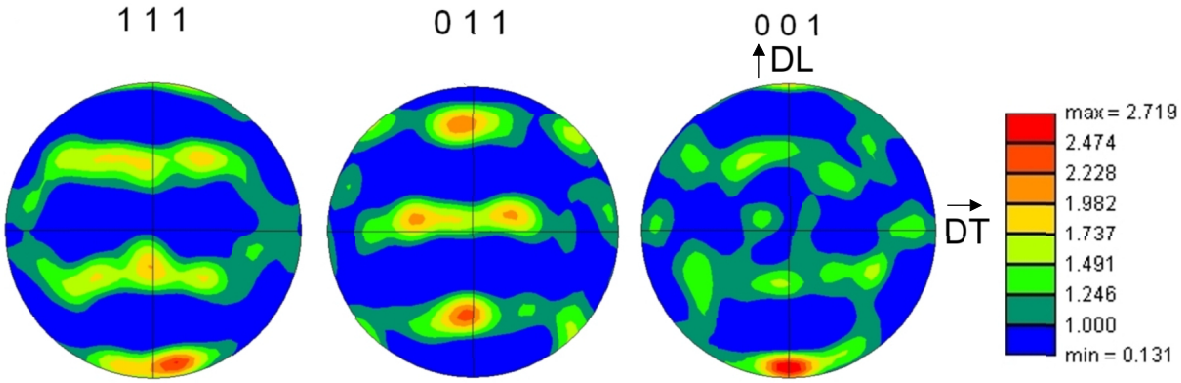
La taille de grains moyenne d'environ 100 µm de ces derniers échantillons permet d'obtenir une analyse de texture représentative par EBSD. Les figures de pôles obtenues sont similaires pour toutes les épaisseurs supérieures à 25 µm. Ces dernières sont semblables à celle acquises par diffraction des neutrons pour les échantillons d'épaisseur 500 µm. Cependant, le nombre de grains analysés étant bien inférieur comparativement à l'analyse par diffraction des neutrons, certains pôles sont moins résolus dans le cas de l'analyse par EBSD. La figure 2.9(a) et la figure 2.9(b) présentent les trois figures de pôles des plans {111}, {110} et {100} pour des échantillons d'épaisseurs 500 et 250 µm. Comme dans le cas des échantillons d'épaisseurs 500 µm, des faibles variations de motifs et de densité maximale de pôles apparaissent entre les deux échantillons. On peut néanmoins, au regard des résultats de l'analyse des échantillons d'épaisseurs 500 µm, supposer que ces variations n'engendrent pas de différences de comportement mécanique.

[3] $A = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12})$).

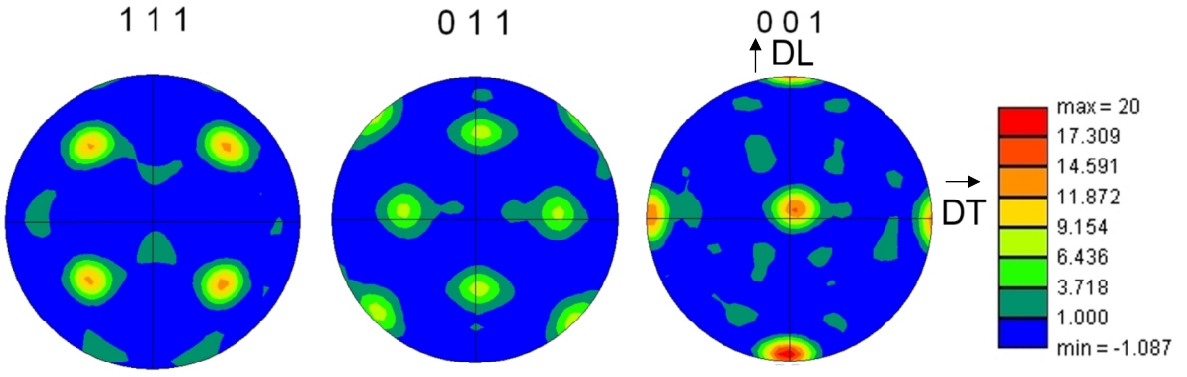
Les échantillons de plus faible épaisseur (12,5 µm) présentent une texture cubique très fortement marquée comparativement aux autres échantillons. Ce résultat est en accord avec l'évolution attendue de la texture pour les matériaux métalliques c.f.c. avec l'augmentation du pourcentage de recristallisation [72]. La figure 2.9(c) montre les figures de pôles des plans {111}, {100} et {110} pour ces échantillons. La densité maximale de pôles avoisine pour cet échantillon une valeur de 20 m.r.d., 10 fois supérieure à la densité maximale de pôles moyenne rencontrée pour l'ensemble des autres échantillons (épaisseurs et tailles de grains confondues). Le comportement mécanique sera par conséquent fortement anisotrope. La comparaison entre les propriétés mécaniques de ces échantillons et celles des échantillons plus épais devra faire l'objet de précaution.



(a) t=500 µm



(b) t=250 µm



(c) t=12,5 µm

Figure 2.9 – Figures de pôles des plans {111}, {011} et {001} calculées par EBSD pour trois échantillons d'épaisseurs différentes.

2.4 Analyse du caractère des joints de grains

La technique EBSD permet, en plus de l'analyse de la texture cristallographique, d'obtenir la distribution des types de joints de grains. Certains types de joints de grains, notamment les joints de type Σ dans le formalisme CSL (Coincidence Site Lattice) possèdent des propriétés physiques particulières conférant au matériau un comportement différent si la proportion de ce type de joints est modifiée par le biais de traitements thermomécaniques [73]. De manière générale, le comportement mécanique des métaux est très dépendant de la proportion de joints Σ3. Une augmentation de la proportion de ce type de joints augmente considérablement la contrainte et la ductilité comme l'a montré récemment Lu *et al.* [74] pour des polycristaux électrodéposés de cuivre. Parmi les améliorations notables dues aux joints Σ sur des matériaux à base nickel, on peut citer l'augmentation de la résistance à la corrosion [75], une baisse de la vitesse de fluage en stade II [76], une augmentation de la ductilité [77] et un niveau de contrainte plus élevé pour un même niveau de déformation [78].

Le tableau 2.4 répertorie la fraction numérique de joints $\Sigma 3^n$, Σ1, Σ3 , Σ9 et Σ27 pour quelques échantillons de tailles de grains et d'épaisseurs différentes. L'analyse a été réalisée pour chaque échantillon à partir d'une population de grains supérieure à 500.

épaisseur (mm)	taille de grains (µm)	Σ1	Σ3	Σ9	Σ27	total Σ
0,5	40	0,06	0,35	0,014	0,0064	0,51
0,5	110	0,08	0,28	0,02	0,0067	0,386
0,5	500	0,04	0,33	0,03	0,0062	0,48
3,2	119	0,14	0,28	0,014	0,0054	0,448
0,125	121	0,07	0,44	0,09	0,03	0,631
0,05	89	0,04	0,38	0,1	0,05	0,56
0,0125	87	0,58	0,03	0	0	0,62

Tableau 2.4 – Densité de joints du type $\Sigma 3^n$ pour différents échantillons de nickel de tailles de grains et d'épaisseurs différentes.

Excepté pour l'échantillon de plus faible épaisseur, les joints Σ3 (joints de mâcles) sont majoritaires parmi les joints de faible symétrie. Leur proportion varie entre 28 et 45 % suivant les tailles de grains et les épaisseurs. Cette densité ainsi que la densité totale de joint de type Σ ne semblent cependant pas être directement corrélée à la taille de grains. Il apparait toutefois qu'une réduction de l'épaisseur des échantillons entraine une légère augmentation de ces deux densités de joints de grains. Pour une épaisseur de 12,5 µm, la densité de joints Σ1 devient très importante au détriment des joints Σ3. Les joints Σ1 correspondent à des plans coïncidents légèrement désorientés est sont peu influents sur les propriétés mécaniques.

2.5 Synthèse

Les deux stratégies d'obtention des échantillons de différents rapports t/d ont permis d'obtenir des échantillons de microstructures similaires. Les caractéristiques de ces dernières sont les suivantes :

- très faible teneur en éléments d'addition ;
- absence de couche d'oxide ;
- répartition de taille de grains unimodale ;
- texture cristallographique faiblement marquée n'engendrant pas d'anisotropie du comportement mécanique ;
- orientation des grains en surface similaire à celle de ceux à cœur ;
- proportion de joints de type Σ similaire avec une fraction numérique de joints $\Sigma 3$ comprise entre 0,28 et 0,44.

Les caractéristiques de la microstructure de l'échantillon possédant une épaisseur de 12,5 µm sont différentes avec une texture cubique très fortement marquée et une proportion de joints de type $\Sigma 1$ avoisinant les 60%.

Deuxième partie

Comportement mécanique

Chapitre 3

Méthodologie et description des essais mécaniques

La caractérisation mécanique des échantillons de nickel a été réalisée par le biais d'essais de traction simple et d'essais de charge-décharge. Le but de ce chapitre est de présenter brièvement ces deux essais mécaniques ainsi que de définir les variables d'études associées.

3.1 Méthodologie générale

La caractérisation des effets de taille au niveau du comportement mécanique nécessite de respecter plusieurs points :

1. Les échantillons étudiés doivent être libres de tout substrat. Comme décrit dans le chapitre 1, la présence d'un substrat modifie le comportement mécanique par la transformation des conditions de surfaces libres et en créant des contraintes d'incompatibilités de déformation entre le matériau et le substrat ;
2. Les essais mécaniques employés doivent éviter d'engendrer des gradients de déformation. Ces gradients augmentent la densité de dislocations géométriquement nécessaires et modifient ainsi le comportement mécanique [79]. Des essais tels que la flexion ou la torsion, parfois utilisés pour étudier le comportement mécanique de matériaux minces, sont, dans la mesure du possible, à éviter ;
3. La présence d'une mesure de déformation de l'éprouvette, même pour celles dont l'épaisseur est faible, est primordiale pour s'affranchir des problèmes liés à la mise en place des essais mécaniques (rigidité de la machine, glissement de l'éprouvette...) ;
4. Les techniques de découpe doivent être les plus « douces » possible. Des récents travaux [80] ont montré que certaines techniques de découpe inhibent les effets de taille par modification de la microstructure si les dimensions des échantillons sont faibles ;
5. Les caractéristiques géométriques de l'écoulement plastique doivent être les mêmes, quelles que soient les dimensions des éprouvettes. Les longueurs, largeurs et épaisseurs doivent donc être modifiées par homothétie pour toute modification d'une des trois longueurs caractéristiques [28] ;
6. Le comportement mécanique des échantillons de faibles dimensions, fortement dispersif, nécessite de multiplier le nombre d'essais afin d'obtenir une étude représentative [81, 82].

De ces différents points, seul le 5 n'a pu être respecté. L'élaboration d'éprouvettes homothétiques nécessite l'utilisation de procédés de lithographie ou de découpe laser pour celles de plus faibles dimensions. De plus, pour une éprouvette de longueur 25 mm et de largeur 10 mm, une réduction de l'épaisseur de 0,5 mm à 12,5 µm, entraînerait une éprouvette finale de largeur égale à 0,25 mm et de longueur égale à 0,625 mm rendant difficile la mise en place des essais mécaniques. Par ailleurs, la réduction combinée des trois dimensions de l'échantillon engendre la réduction du nombre de grains à travers ces trois directions. La comparaison avec d'autres échantillons d'épaisseur fixe et avec les résultats issus de la littérature serait par conséquent impossible.

Le choix a donc été fait de ne faire varier que l'épaisseur des éprouvettes en laissant constante la longueur et largeur de la partie utile, cette dernière étant égale à 10 mm assurant un nombre de grains dans la largeur compris entre approximativement 20 et 200. Ce dernier point assure un comportement polycristallin à travers la largeur. Tous les échantillons ont été sollicités en traction, sans substrat, avec une mesure de déformation directe de l'échantillon et en multipliant le nombre d'éprouvettes testées afin de prendre en compte la dispersion expérimentale. Les détails des dimensions des éprouvettes, de la découpe ainsi que du montage sont donnés en annexe A.3.

3.2 Descriptif des essais mécaniques

3.2.1 Essai de traction

Suivant l'épaisseur de l'échantillon étudié, deux configurations d'essai ont été employées. La première, utilisée pour les éprouvettes d'épaisseur supérieure à 250 µm, consiste en la pose d'un extensomètre au niveau de la partie utile de l'éprouvette puis en un pilotage en vitesse de déformation de l'essai de traction, cette dernière étant fixée à $2,4.10^{-4}s^{-1}$.

Pour les matériaux plus minces (épaisseur inférieure à 250 µm), la pose d'un extensomètre entraîne la flexion de l'éprouvette due au poids de ce dernier. La seconde configuration repose alors sur un essai piloté en vitesse de traverse, fixée de manière à obtenir une vitesse de déformation initiale $\dot{\varepsilon}_0 = 10^{-4}s^{-1}$ et en un dispositif de mesure de déformation sans contact, illustré figure 3.1. Le fonctionnement du dispositif est basé sur la photographie à l'aide d'une caméra CCD noir et blanc de la surface de l'éprouvette sur laquelle ont été dessinées deux bandes horizontales. L'image est focalisée sur la partie utile où se trouvent les bandes à l'aide d'un objectif à focale variable et en réduisant la taille de la fenêtre de la camera. Des images de 48x1000 pixels sont ainsi prises à la même fréquence que le signal de force et déplacement de la machine de traction.



Figure 3.1 – Illustration du dispositif de mesure de déformation sans contact.

La déformation est ensuite calculée à l'aide d'un programme écrit sous Scilab en corrélant une image de référence prise en début d'essai aux images prises au cours de ce dernier. L'algorithme de calcul est similaire à celui présenté par Mazza *et al.* [83] et utilisé par Simons pour l'étude du comportement de films minces de cuivre [28]. Le calcul de la déformation, basé sur une régression non linéaire aux sens des moindres carrés, ne nécessite aucune mesure de longueur sur l'éprouvette, facilitant la mise en place de l'essai. La résolution en déformation de ce type de mesure est de l'ordre de 5.10^{-5} donnée avec une précision d'environ 15%. Cette précision est bien inférieure à celle d'un extensomètre classique de l'ordre de $0,5\%$. Néanmoins, des mesures simultanées de la

déformation à partir d'un extensomètre classique et du dispositif de mesure sans contact sur des éprouvettes massiques donnent des résultats en parfait accord. Les détails concernant le dispositif expérimental et l'algorithme sont donnés en annexe A.3.2.

La figure 3.2 représente un essai de traction d'un échantillon massique de nickel ainsi que les diverses grandeurs utilisées par la suite découlant de ce type d'essai. E représente le module d'élasticité du matériau, σ_e la limite d'élasticité définie comme le niveau de contrainte pour une déformation plastique de 0,002, A représente la déformation plastique à rupture, $\sigma_{\max}$ la contrainte maximale atteinte par le matériau lors de l'essai et θ le taux d'écrouissage. L'évolution de ce dernier avec la déformation peut être divisé en trois stades, comme précisé au chapitre 1.

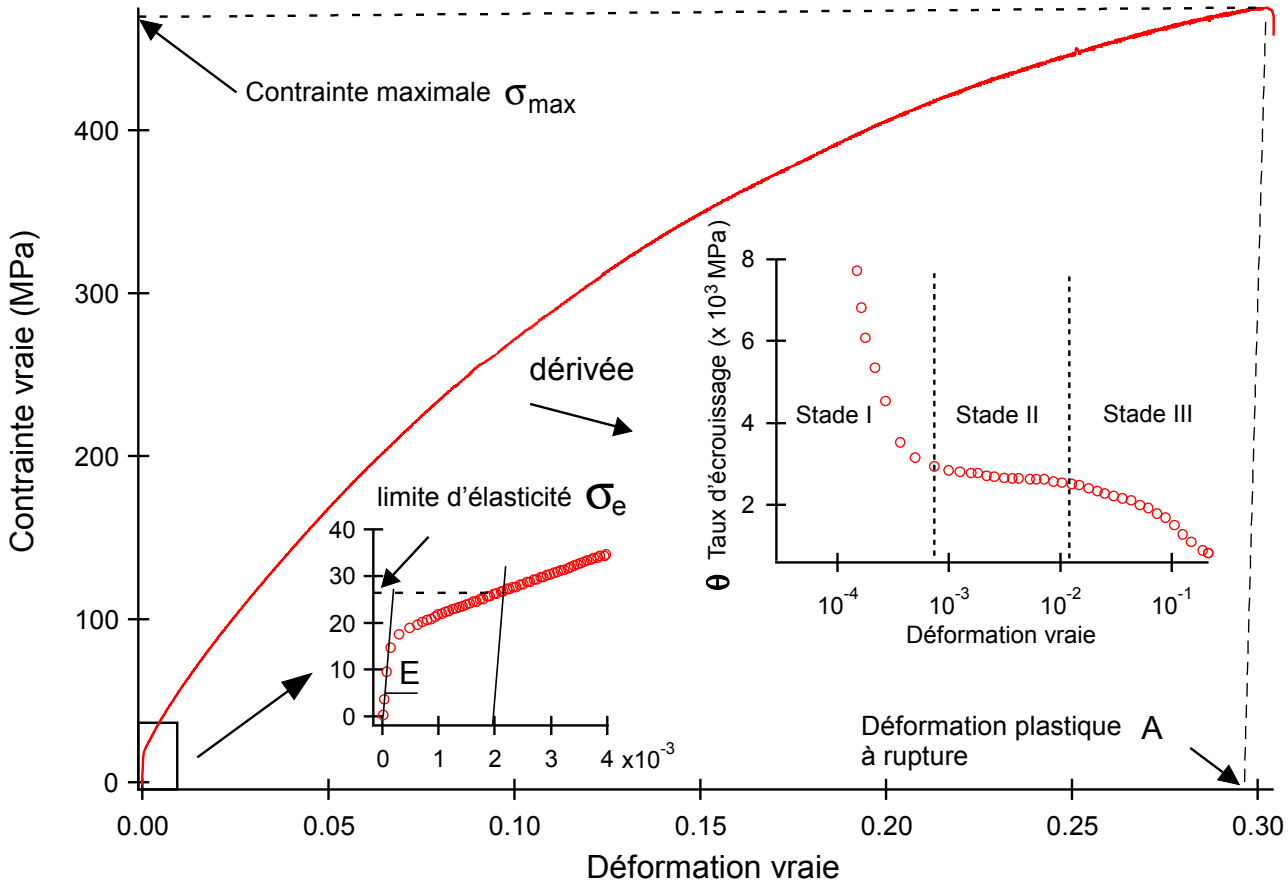


Figure 3.2 – Illustration d'un essai de traction, des variables d'étude associées ainsi que du taux d'écrouissage.

3.2.2 Essai de charge-décharge

Ce second type d'essai est une sollicitation de traction standard au cours duquel le matériau est déchargé puis rechargé de manière cyclique (figure 3.3). L'intérêt de ce type d'essai est double. Dans un premier temps il permet d'obtenir un essai de traction classique ainsi que les valeurs des différentes variables associées et, dans un deuxième temps, il permet d'effectuer une partition de la contrainte. Pour les matériaux métalliques, la contrainte d'écoulement liée à la déformation plastique a plusieurs origines physiques. Ces différentes origines proviennent des multiples interactions entre les dislocations mobiles et la microstructure du matériau et peuvent diviser la contrainte d'écoulement en deux composantes, effective et interne. L'évolution de ces dernières ainsi que leur proportion dans la contrainte d'écoulement donnent de nombreuses informations

sur les mécanismes d'écrouissage opérant au sein du matériau.

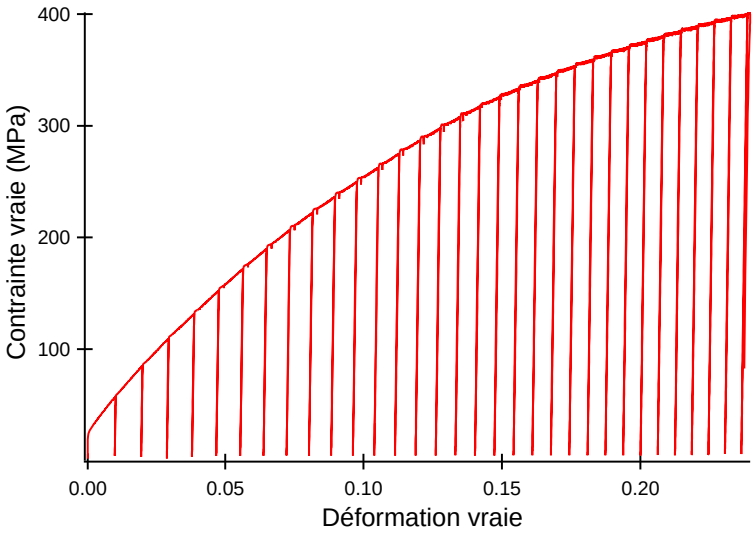


Figure 3.3 – Exemple d'un essai de charge-décharge pour un échantillon de nickel.

Contrainte effective [10, 16]

La contrainte effective, notée σ_{eff}, provient de la présence d'obstacles entravant localement, c'est à dire à courte distance, le mouvement des dislocations mobiles. La longueur d'onde du champ d'interaction de ces obstacles n'excède pas quelques vecteurs de Burgers de la dislocation considérée. La contrainte effective représente la contrainte mécanique nécessaire au franchissement de ces barrières par les dislocations. Plusieurs obstacles engendrent ce type de contrainte. Parmi eux, on peut citer les vallées de Peierls pour les matériaux cubique centrés, les précipités cohérents, les dislocations de la forêt... L'écrouissage résultant de ces d'interactions à courte distance est isotrope.

Cette contrainte effective peut aussi être décomposée en une partie thermiquement activée σ^* et une deuxième partie athermique σ_μ. Cette distinction s'opère par le franchissement thermiquement activé de certains obstacles par les dislocations mobiles. Une augmentation de la température ou une réduction de la vitesse de sollicitation a donc tendance à faire diminuer la contrainte effective.

Contrainte interne [10, 16]

La contrainte interne, notée X, résulte de la présence d'obstacles entravant à longue distance le déplacement des dislocations mobiles. Le champ d'interaction de ce type d'obstacles est bien supérieur au vecteur de Burgers des dislocations. La présence de précipités incohérents ou semi-cohérents, les joints de grains ou bien encore les structures denses de dislocations provenant de l'accumulation locale de ces dernières au sein d'amas, de murs ou encore de cellules, sont autant de facteurs qui augmentent la contrainte interne au sein du matériau. Le type d'écrouissage issu de ces interactions est profondément anisotrope et qualifié de cinématique.

Selon la nature des interactions, la contrainte interne peut être divisée en une partie intergranulaire X_{inter} et une partie intragranulaire X_{intra}. La partie intergranulaire provient des incompatibilités de déformation entre grains au sein de l'agrégat polycristallin. Ces incompatibilités engendrent, au voisinage des joints de grains, l'activation de systèmes de glissement surnuméraires durcissant localement le matériau. La partie intragranulaire provient de la présence au sein du

grain de structures denses de dislocations (amas, murs, cellules...). Cette décomposition à fait l'objet de plusieurs travaux récents [10, 15] pour l'étude de l'écrouissage, démontrant son intérêt et sa pertinence. La sensibilité de ces deux composantes à la taille de grains, à la texture et à l'énergie de faute d'empilement permet de préciser les différents mécanismes de déformation selon les matériaux étudiés.

La figure 3.4 illustre l'origine physique et les échelles de la contrainte interne et de la contrainte effective au sein du polycristal.

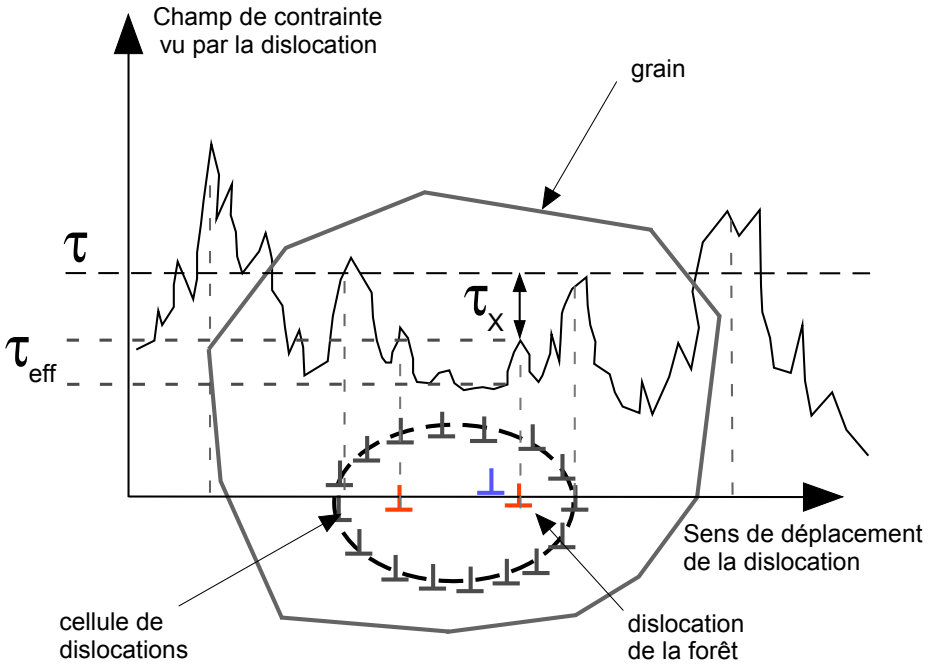
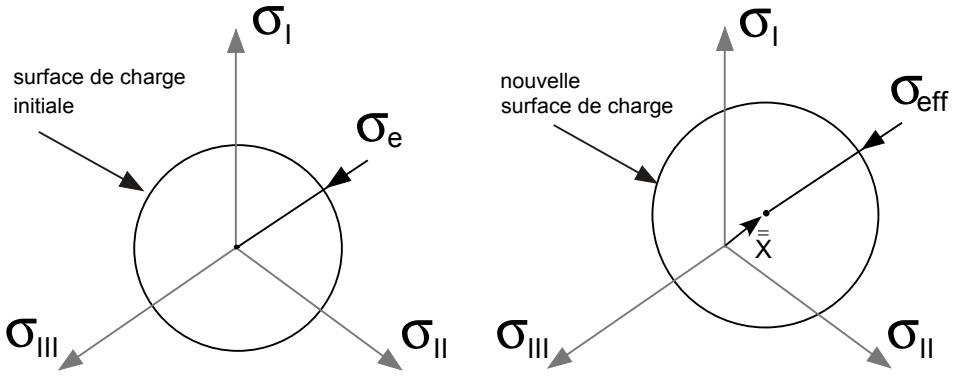


Figure 3.4 – Illustration de l'origine physique de la contrainte interne et de la contrainte effective au sein du polycristal.

Dans une représentation dans l'espace du déviateur des contraintes, σ_{eff} représente le rayon de la surface de charge et X la position du centre de la surface de charge comme illustré figure 3.5.



(a) matériau non déformé isotrope

(b) matériau déformé avec écrouissage isotrope et cinématique

Figure 3.5 – Illustration de la contrainte interne et de la contrainte effective dans l'espace du déviateur des contraintes.

Obtention de la partition de la contrainte au cours d'un essai de charge-décharge

La figure 3.6 représente une décharge isolée pour un niveau de déformation donné provenant d'un essai de charge-décharge complet. Les composantes de la contrainte, X, σ_{eff} et σ^* peuvent être obtenues lors de chaque décharge en utilisant la partition de Handfield et Dickson [84]. Cette partition, basée sur celle initialement définie par Cottrel [85], permet de prendre en compte la partie viscoplastique de la contrainte.

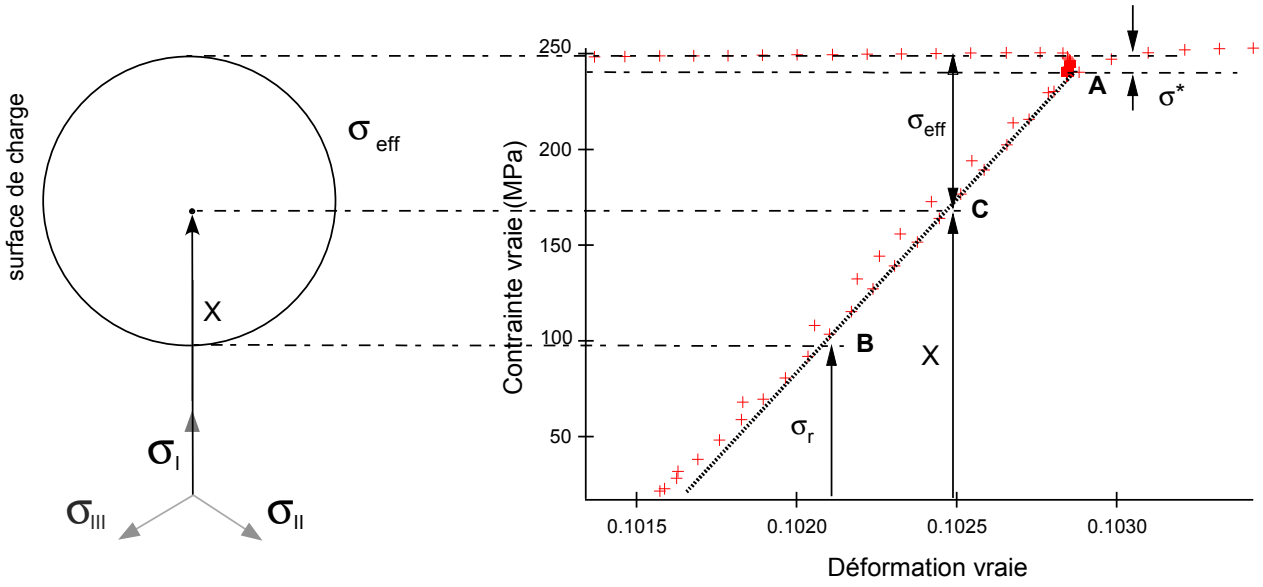


Figure 3.6 – Méthodologie de calcul de la contrainte interne et de la contrainte effective à partir d'une décharge et représentation de la surface de charge associée dans l'espace du déviateur des contraintes.

La démarche d'obtention des différentes composantes de la contrainte consiste dans un premier temps à identifier la portion élastique linéaire de la décharge (points A et B), puis à déterminer la contrainte médiane de cette portion (point C). La contrainte effective, σ_{eff}, est alors définie comme la différence entre la valeur de la contrainte avant la décharge et le point médian du domaine élastique. La contrainte interne, X, correspond à la position du centre de la surface de charge, à savoir le point C, dans l'espace des contraintes. σ_{eff} et X peuvent être obtenues à l'aide des formules suivantes :

$$\sigma_{\text{eff}} = \frac{\sigma - \sigma_r}{2} + \frac{\sigma^*}{2} \tag{3.1}$$

$$X = \sigma - \sigma_{\text{eff}} \tag{3.2}$$

où σ_r représente la contrainte déterminant la rentrée en plasticité en retour (Fig. 3.6).

La détermination de σ^* peut par ailleurs être obtenue indifféremment par une relaxation avant chaque décharge, comme illustré figure 3.7. L'essai de relaxation consiste en un maintien en déformation totale lors de l'essai mécanique et en un suivi de la contrainte d'écoulement et de la déformation plastique au cours du temps. La contrainte relaxée est alors identifiée à la contrainte effective thermiquement activée, liée aux intéractions à courte distance, sous couvert de températures et de durées de maintien suffisament faibles pour ne pas engendrer la relaxation d'une partie de la contrainte interne [86]. Cette seconde méthode a été préférée à la première car

elle permet, de plus, de calculer le volume d'activation (concept détaillé au paragraphe suivant).

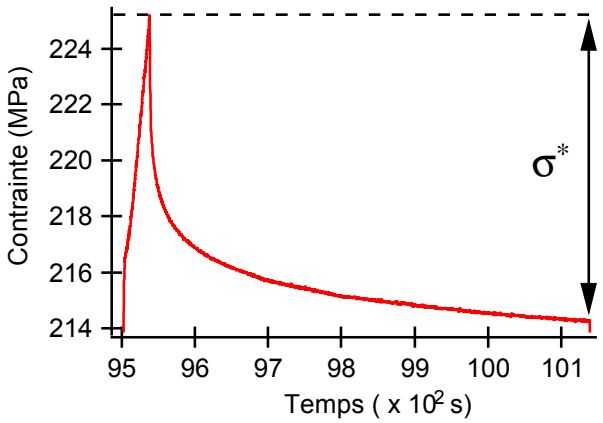


Figure 3.7 – Exemple d'une relaxation préalable à chaque décharge pour un échantillon de nickel.

Du point de vue expérimental, les essais de charge-décharge ont été pilotés en vitesse de déformation, cette dernière étant égale à celle employée pour les essais de traction simple. Les cycles de décharge-charge ont été programmés à chaque incrément de déformation égal à 0,01 et la durée de la relaxation a été fixée à 10 minutes. Afin d'obtenir une quantité suffisante de points lors des décharges, la fréquence d'acquisition a été paramétrée à 10 Hz. La contrainte en retour, σ_r, a été déterminée avec un offset de déformation plastique de l'ordre de 5.10^{-5}. Ces essais de charge-décharge n'ont cependant pu être effectués que sur des échantillons d'épaisseurs supérieures à 500 µm pour des raisons de validité. Dans le cas d'échantillons minces, la probabilité de flambement de l'éprouvette lors de la décharge est plus élevée, ce dernier phénomène empêchant d'obtenir correctement la partition de contrainte.

Essai de relaxation

Les essais de relaxation effectués préalablement à chaque décharge permettent, en plus de déterminer σ^*, de caractériser les processus thermiquement activés en fonction de la déformation avec l'étude du volume d'activation. En suivant la théorie de ce type de processus [87] on peut exprimer le volume d'activation apparent de la manière suivante :

$$V_a = k_b T \frac{\partial \ln(\dot{\varepsilon}_p)}{\partial \sigma} \tag{3.3}$$

avec k_b la constante de Boltzmann, T la température et $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique. Physiquement, le volume d'activation apparent peut s'appréhender comme le volume dans lequel peut se déplacer la dislocation mobile entre chaque position stable. Sa valeur reflète le type d'interactions auxquelles sont soumises les dislocations mobiles.

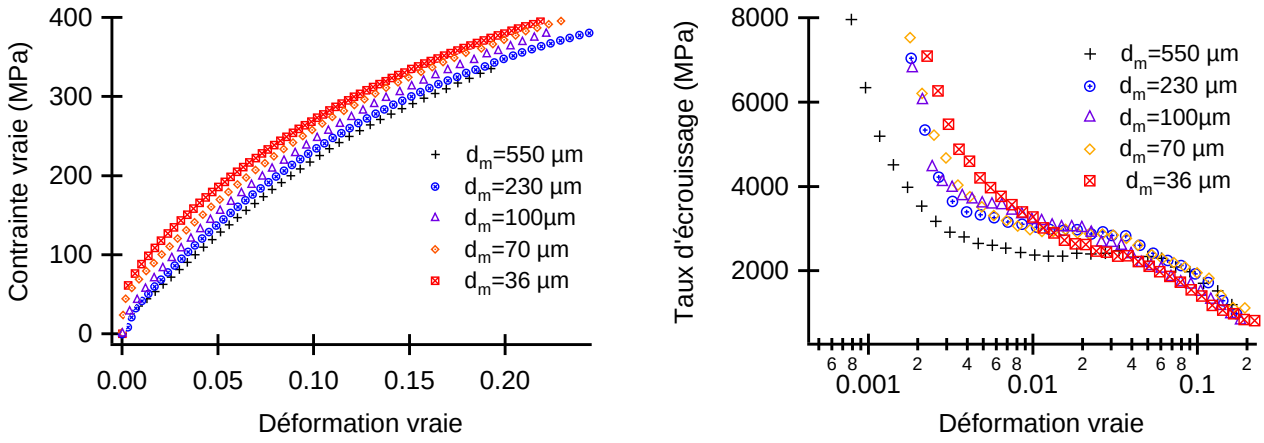
Chapitre 4

Comportement mécanique à épaisseur constante

Pour cette première série de résultats, l'épaisseur est fixée à 500 μm *et la taille de grains est modifiée par traitement thermique. Le nombre de grains dans l'épaisseur (rapport t/d) est donc directement modifié par la variation de la taille de grains. Les différents résultats issus de l'étude du comportement mécanique seront par conséquent décrits en fonction de la taille de grains, du rapport t/d et de la déformation en essayant de mettre en évidence un effet du nombre de grains dans l'épaisseur.*

4.1 Traction simple et modélisation de l'écrouissage

La figure 4.1(a) présente l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation totale pour cinq échantillons de tailles de grains et de rapports t/d différents.



(a) (b)

Figure 4.1 – Courbes de traction (a) et évolution du taux d'écrouissage (b) pour cinq échantillons de nickel de différentes tailles de grains et d'épaisseur 500 µm.

On observe que la contrainte d'écoulement est d'autant plus élevée que la taille de grains est faible et ce, quel que soit le niveau de déformation. Cette évolution de la contrainte est en accord avec l'ensemble des études portées sur l'influence de la taille de grains sur les propriétés mécaniques des matériaux métalliques. La modification du rapport t/d n'engendre donc pas, à ce stade, d'effets visibles sur le comportement en traction du nickel.

L'évolution du taux d'écrouissage macroscopique θ, est représenté figure 4.1(b) en fonction de la déformation pour les cinq échantillons précédents. On peut constater une réduction de θ pour l'échantillon possédant une taille de grains 500 µm et possédant un grain dans l'épaisseur. Afin d'étudier quantitativement l'écrouissage, on peut modéliser celui-ci à l'aide de plusieurs lois de comportement. Au niveau microscopique, l'écrouissage est relié à l'augmentation de la densité totale de dislocations, ρ. La formulation classique de la relation entre la contrainte et la densité totale de dislocations est exprimée de la manière suivante [88, 89] :

$$\sigma = \alpha \mu b M \sqrt{\rho} \tag{4.1}$$

où M représente le coefficient de Taylor, b le vecteur de Burgers des dislocations, μ le module de cisaillement et α un paramètre dépendant du type d'interactions entre dislocations et de la configuration spatiale de ces dernières (dislocations isolées, en amas, en cellules ...) [15, 88, 90].

Par ailleurs, l'évolution de ρ avec la déformation peut être correctement décrite à l'aide de la relation suivante, comme l'ont montré de nombreux auteurs [12, 88, 91, 92] :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{M\sqrt{\rho}}{\beta b} + \frac{k_g M}{bd} - \frac{2MPy\rho}{b} \tag{4.2}$$

Le premier terme du membre de droite correspond à l'accumulation de dislocations mobiles ayant parcouru une distance égale au libre parcours moyen. Le paramètre b correspond au vecteur de Burgers des dislocations, M représente loe coefficient de Taylor et β s'identifie au rapport entre libre parcours moyen des dislocations (Λ) et distance moyenne entre ces dernières (l) : $\beta = \Lambda/l$.

Le second terme correspond à la présence de dislocations géométriquement nécessaires (Geometrically Necessary Dislocations, GND) au niveau des joints de grains. D'après les travaux d'Ashby [7], la densité de ces dislocations est inversement proportionnelle à la taille de grains selon la formule suivante :

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{M k_g \varepsilon}{bd} \tag{4.3}$$

Cette contribution des dislocations géométriquement nécessaires est négligeable sauf dans les premiers instants de la plasticité, au stade I et début de stade II [6]. k_g est un facteur géométrique semblant dépendre en particulier de la forme des grains [6].

Le dernier terme correspond à l'annihilation des dislocations par restauration dynamique due au glissement dévié. Il dépend, entre autres, de la distance d'annihilation y de deux dislocations par glissement dévié et de la probabilité d'apparition P de cet événement[1]. Ce dernier terme n'intervient dans la relation 4.2 qu'à partir du stade III d'écrouissage, lorsque que le glissement dévié se généralise comme mécanisme de déformation et que la probabilité P d'apparition de cet événement n'est plus négligeable.

En combinant l'équation 4.1 et 4.2 on peut écrire le produit $\sigma\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ sous la forme :

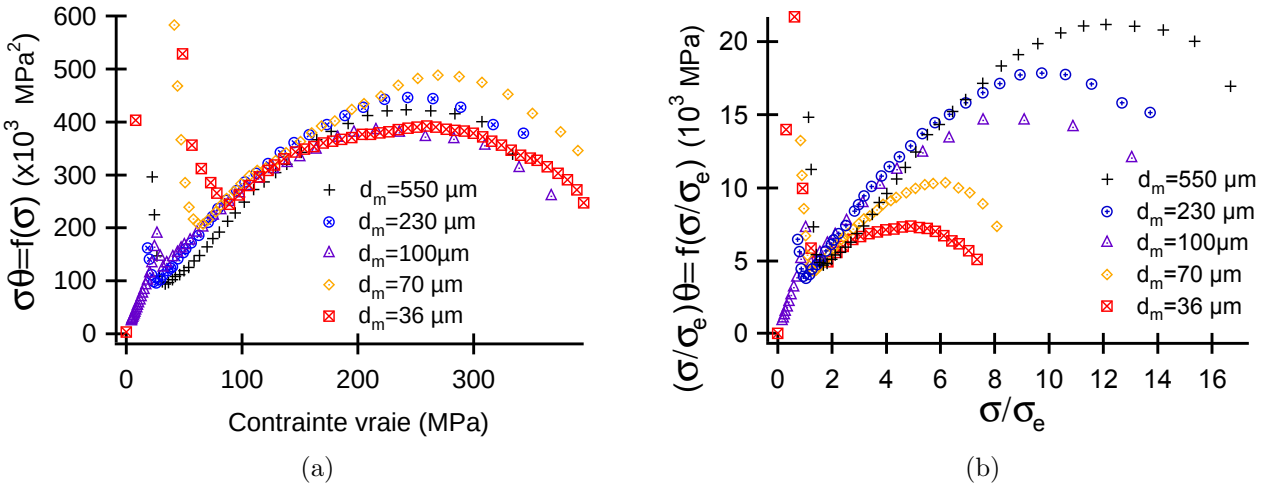
$$\sigma\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta}\sigma + \frac{\alpha^2\mu^2 M^3 k_g b}{2d} + f(\sigma, P, y, \rho) \tag{4.4}$$

Ainsi, en utilisant l'évolution expérimentale du produit $\sigma\theta$ en fonction de σ, l'utilisation de l'équation 4.4, permet de quantifier la valeur de certains paramètres microstructuraux liés à l'écrouissage comme β ou k_g.

[1] Dans le cadre de cette étude, aucune distinction n'a été faite entre les dislocations coins et les dislocations vis.

4.1.1 Etude du stade II

L'évolution du produit $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour des polycristaux de nickel de différentes tailles de grains et rapports t/d est présentée figure 4.2(a). Afin de pouvoir comparer facilement les courbes en dépit des différentes valeurs de tailles de grains, les valeurs de contraintes ont été normalisées par la limite d'élasticité pour chaque échantillon. La figure 4.2(b) présente les nouvelles courbes $\sigma\theta$ normalisées.



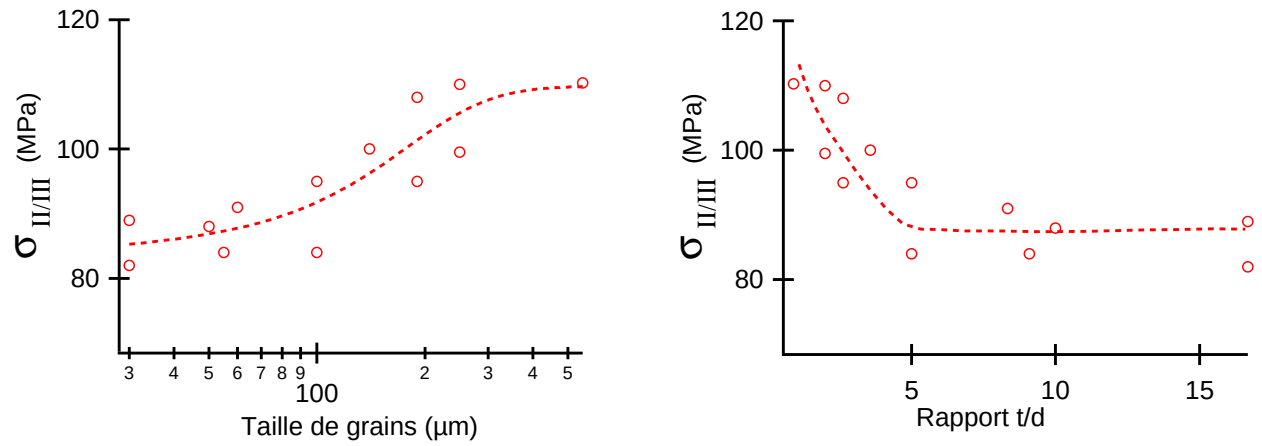
(a) (b)

Figure 4.2 – (a) Evolution de $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour cinq échantillons de nickel de tailles de grains différentes et (b) même courbes dont les valeurs de contraintes ont été normalisées par la limite d'élasticité σ_e de chaque échantillon (l'épaisseur de ces derniers est fixée à 500 µm).

Le stade II est caractérisé par une évolution linéaire du produit $\sigma\theta$ conformément à l'équation 4.4 où le dernier terme du membre de droite est supposé absent, la probabilité P d'observer du glissement dévié étant négligeable à ce niveau de déformation. Ce stade est présent pour des valeurs de contraintes comprises entre $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ correspondant à des niveaux de déformation compris entre $\varepsilon_{I/II}$ et $\varepsilon_{II/III}$.

Les valeurs de $\sigma_{I/II}$ dépendent de la taille de grains comme le montre la figure 4.2(a) du fait des différentes valeurs de limites d'élasticité. Néanmoins, la valeur de $\sigma_{I/II}$ rapportée à σ_e est sensiblement la même quelle que soit la taille de grains, comme le montre la figure 4.2(b). Le régime linéaire, caractérisant le stade II, commence pour des valeurs de σ/σ_e proches de 1, correspondant donc au début de la déformation plastique homogène au sein de l'éprouvette. Le commencement du stade III semble aussi dépendant de la taille de grains, plus la taille de grains est importante, plus le stade III intervient tardivement.

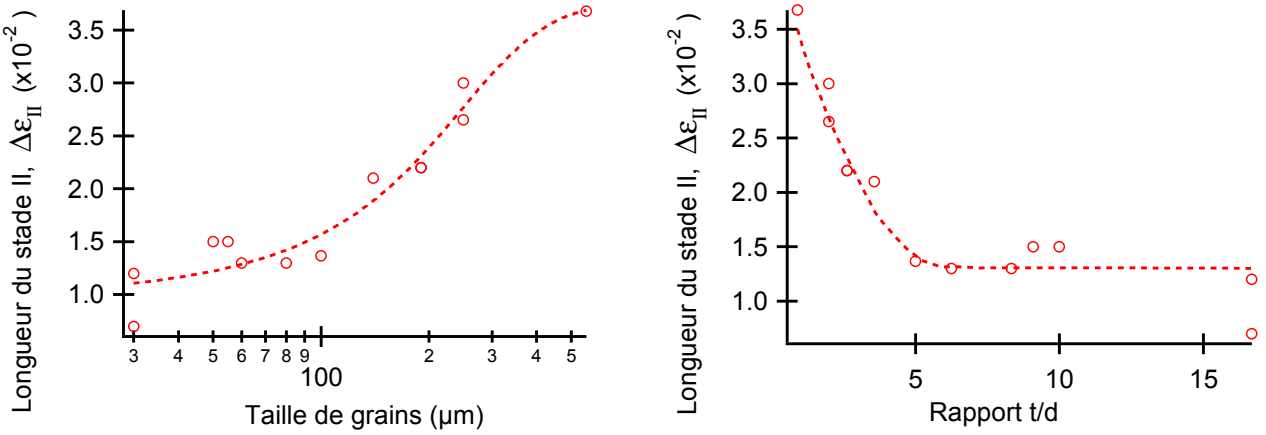
Cette dépendance est illustrée figure 4.3(a) avec l'évolution de $\sigma_{II/III}$ en fonction de la taille de grains. Cette progression de $\sigma_{II/III}$ va à l'encontre des résultats publiés par Feaugas *et al.* qui, pour des polycristaux de nickel de rapport t/d importants, ont reporté une diminution de $\sigma_{II/III}$ avec une augmentation de la taille de grains [10]. L'évolution de $\sigma_{II/III}$ en fonction du rapport t/d a donc été tracée figure 4.3(b) afin d'étudier l'effet de ce dernier paramètre. Pour un rapport t/d supérieur à 4, $\sigma_{II/III}$ varie peu autour d'une valeur moyenne de 90 MPa. Cependant, si le rapport t/d devient inférieur à 4, on observe une forte augmentation de la contrainte seuil de passage en stade III.



(a) (b)

Figure 4.3 – Evolutions de $\sigma_{II/III}$, la contrainte seuil de passage au troisième stade d'écrouissage, en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b) (t=500 µm).

Si l'on rapporte les différentes valeurs de $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ aux valeurs de déformation correspondantes, il est possible de calculer la longueur du stade II pour les différents échantillons étudiés. Cette longueur, notée $\Delta\varepsilon_{II}$, est présentée figure 4.4(a) en fonction de la taille de grains et figure 4.4(b) en fonction du rapport t/d.



(a) (b)

Figure 4.4 – Evolution de $\Delta\varepsilon_{II}$, la longueur du stade II d'écrouissage, en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b) (t=500 µm).

La longueur du stade II est fortement dépendante de la taille de grains, contrairement aux résultats de Feaugas [10], où cette dernière ne varie peu. L'examen de la figure 4.4(b) montre par ailleurs que le rapport t/d semble être responsable de cette dépendance. Si les échantillons sollicités possèdent plus de quatre grains dans l'épaisseur, le stade II est présent sur une plage de déformation d'environ 0,013. Dans le cas contraire, si le rapport t/d devient inférieur à 4, la longueur du stade II augmente de manière monotone pour atteindre une valeur de 0,038 pour un échantillon de rapport t/d égal à 1.

A l'aide de l'équation 4.4, en posant $d\sigma/d\varepsilon = \theta_{II}$, on peut exprimer le taux d'écrouissage macroscopique en stade II de la manière suivante :

$$\theta_{II} = \Delta_{II} + \frac{(\sigma\theta)_0}{\sigma} \tag{4.5}$$

Avec :

$$\Delta_{II} = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta} \tag{4.6}$$

$$(\sigma\theta)_0 = \frac{\alpha^2\mu^2 M^3 k_g b}{2d} \tag{4.7}$$

Cette expression permet de décomposer θ_{II} en deux termes, un premier terme, Δ_{II}, que l'on peut qualifier de latent [13] et un second inversement proportionnel à la contrainte. Le premier terme provient des interactions entre dislocations résultant de l'augmentation de la déformation. Le second terme, dans le cas présent d'un polycristal pur, provient de la contribution des joints de grains à l'écrouissage à travers le terme de densité de dislocations géométriquement nécessaires dans l'équation 4.2. Plus le niveau de contrainte est important, plus cette contribution pour θ_{II} devient négligeable. Sur les courbes de $\sigma\theta = f(\sigma)$ les deux paramètres Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ peuvent être obtenus graphiquement. Δ_{II} correspond à la pente de la courbe $\sigma\theta = f(\sigma)$ au niveau du régime linéaire pour des valeurs de contraintes comprises entre $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ alors que $(\sigma\theta)_0$ correspond à l'ordonnée à l'origine.

De manière générale, la valeur du terme $(\sigma\theta)_0$ provient de la contribution des joints de grains, de la présence de précipités, des structures initiales de dislocations ou des surfaces libres suivant la composition et les dimensions des échantillons [13, 93]. Dans le cas d'un monocristal idéal pur de grandes dimensions, $(\sigma\theta)_0$ est nul, les surfaces libres ne jouant aucun rôle sur le comportement mécanique et le matériau étant libre de tout élément durcissant ne résultant pas du processus de déformation. Dans le cas d'un monocristal réel, $(\sigma\theta)_0$ à tendance à devenir négatif si les dimensions ne sont pas suffisantes pour rendre insignifiante l'annihilation des dislocations mobiles au niveau des surfaces libres. La valeur négative de $(\sigma\theta)_0$ traduit alors l'adoucissement résultant des effets de surface sur l'écrouissage.

Dans le cas polycristallin, la présence de joints de grains durcit fortement le matériau et confère donc à $(\sigma\theta)_0$ une valeur positive dépendant de la taille de grains (équation 4.7). La contribution des surfaces libres sur l'écrouissage est, dans ce cas, généralement négligeable et donc non influante sur $(\sigma\theta)_0$. Les trois cas pour le paramètre $(\sigma\theta)_0$, monocristallin pur ideal, monocristallin pur réel et polycristallin pur sont illustrés figure 4.5.

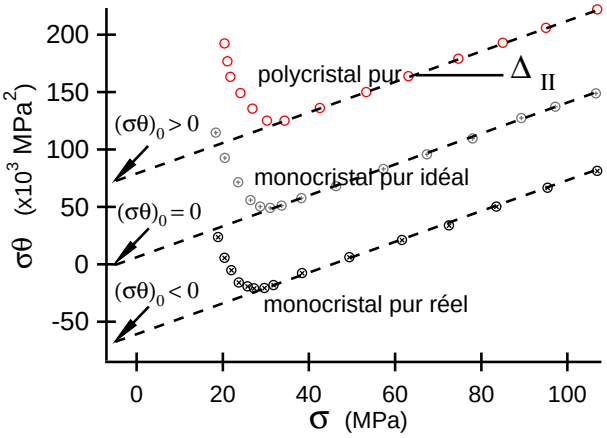


Figure 4.5 – Illustration schématique, non issue de résultats expérimentaux, de la valeur du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction du caractère monocristallin ou polycristallin.

L'évolution du paramètre Δ_{II} est présentée figure 4.6(a) en fonction de la taille de grains. Pour les tailles de grains inférieures à 200 µm, Δ_{II} augmente avec un accroissement de cette dernière, les échantillons de tailles de grains les plus petites possédant le taux d'écrouissage latent le plus faible. Pour les tailles de grains supérieures à 200 µm, la valeur de Δ_{II} n'évolue plus pour atteindre une valeur limite d'environ 2500 MPa. Ce type de comportement ainsi que des valeurs de Δ_{II} similaires ont déjà été reportées par Rudloff *et al.* [94] pour un alliage de nickel-chrome ($Ni_{20}Cr$), où la taille de grains seuil pour obtenir la valeur maximale de Δ_{II} est d'environ 170 µm. Le rapport t/d ne semble pas influencer ce paramètre comme illustré figure 4.6(b). Contrairement aux différents paramètres du stade II présentés précédemment, il n'y a pas de modification brutale du comportement pour les échantillons possédant moins de 4 grains dans l'épaisseur.

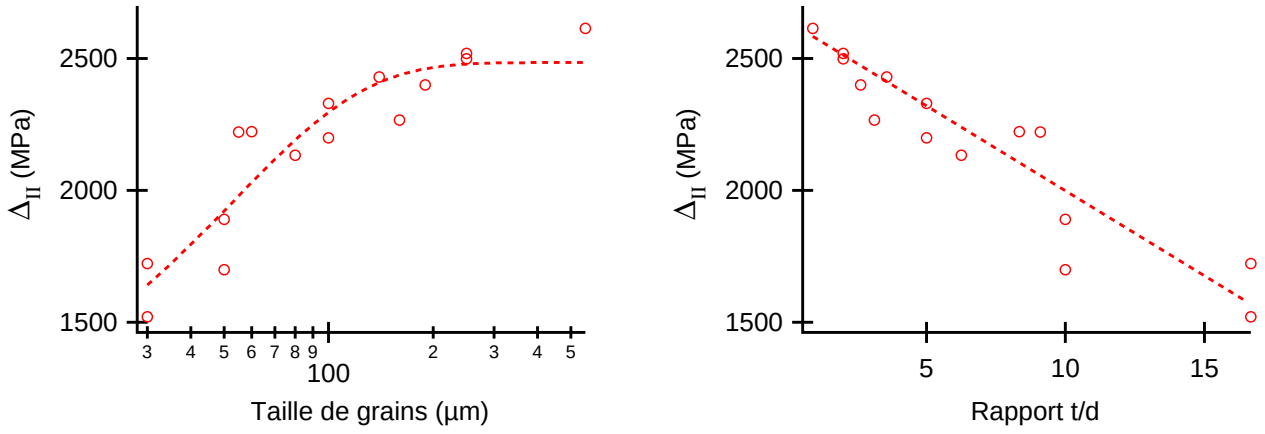


Figure 4.6 – Evolution du taux d'écrouissage latent, Δ_{II} lors du stade II en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).

L'utilisation de la relation 4.6 permet de calculer le paramètre β, rapport entre le libre parcours moyen des dislocations et de l'espace moyen entre ces dernières. En prenant $\alpha = 0,3$, valeur moyenne généralement reportée en stade II par de nombreux auteurs [10, 79, 89] dans le cas d'une approche simplifiée, $\mu = 81000$ MPa obtenue par diffraction des neutrons et $M = 3$ obtenue par EBSD, l'équation 4.6 reporte une valeur de β comprise entre 70 pour les tailles de grains les plus faibles et 50 pour les tailles de grains supérieures à 200 µm. Ces valeurs sont en accord avec celles généralement reportées pour les matériaux c.f.c. [12, 13].

L'évolution de la seconde contribution sur le taux d'écrouissage macroscopique, $(\sigma\theta)_0$, est présentée en fonction de l'inverse de la taille de grains figure 4.7.

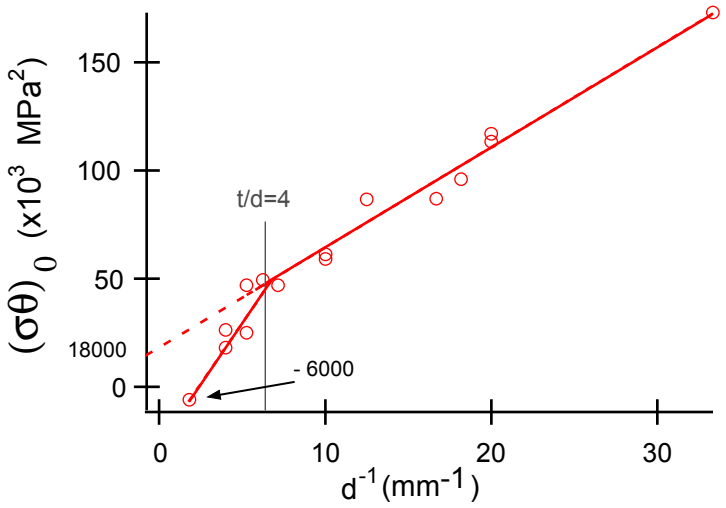


Figure 4.7 – Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$, l'ordonnée à l'origine du stade II des courbes $\sigma\theta = f(\sigma)$ en fonction de l'inverse de la taille de grains.

L'équation 4.7 prédit une évolution linéaire de $(\sigma\theta)_0$ en fonction de l'inverse de la taille de grains ainsi qu'une valeur nulle pour une taille de grains infinie, le matériau se rapprochant du comportement monocristallin idéal (figure 4.5). Cette évolution linéaire apparaît clairement figure 4.7 pour les tailles de grains inférieures à 150 µm, correspondant à des rapports t/d supérieurs à 4. L'extrapolation de cette évolution linéaire pour une taille de grains infinie donne une valeur de 18000 MPa^2. Cette valeur non nulle traduit la présence d'un second facteur durcissant en plus des joints de grains. Cette contribution peut provenir de la présence d'impuretés ou d'un écrouissage issu de la découpe des échantillons. A titre de comparaison, cette extrapolation dans le cas d'échantillons de $Ni_{20}Cr$ est d'environ 100000 MPa^2, beaucoup plus importante du fait de la présence de précipités et d'atomes de chrome en substitution [94].

Pour les tailles de grains supérieures à 150 µm (rapport t/d inférieurs à 4), on observe une déviation par rapport à la linéarité observée pour les tailles de grains inférieures. Pour ces échantillons, la valeur de $(\sigma\theta)_0$ est réduite pour atteindre, pour un rapport t/d proche de 1, une valeur négative d'environ -6000 MPa^2. Cette réduction de $(\sigma\theta)_0$ par rapport à la valeur théorique due à la présence des joints de grains traduit la présence d'un phénomène adoucissant au niveau de l'écrouissage. D'après Mecking [13], la réduction de ce paramètre et sa valeur négative peuvent être imputables, à température ambiante, aux surfaces libres comme dans le cas d'un monocristal pur de faibles dimensions (voir figure 4.5). Il semblerait donc qu'un effet du surface apparaisse pour des échantillons de rapport t/d inférieurs à 4. Cet effet de surface n'aurait qu'un rôle confiné au niveau des incompatibilités de déformation entre grains, le taux d'écrouissage latent Δ_{II} n'étant pas modifié. Le taux d'écrouissage macroscopique en stade II, θ_{II}, est donc modifié pour les échantillons de rapports t/d inférieurs à 4.

La partie linéaire pour les faibles tailles de grains permet de calculer la valeur de k_g à partir de la pente de la courbe. En prenant pour α, μ et M les valeurs utilisées pour le calcul de β et en prenant pour b, le vecteur de Burgers, une valeur de $0,270$ nm, l'équation 4.7 reporte une valeur de 2,5. Cette valeur est du même ordre de grandeur que la valeur de $3\pi/2 \approx 4,7$ avancée par Sevillano [6] dans le cas de grains sphériques pour une déformation plastique de 0,006 ainsi qu'avec la valeur expérimentale de 0,6 reportée par Narutani *et al.* [12] pour du nickel.

Le tableau 4.1 synthétise les caractéristiques du stade II, pour six échantillons de nickel différents.

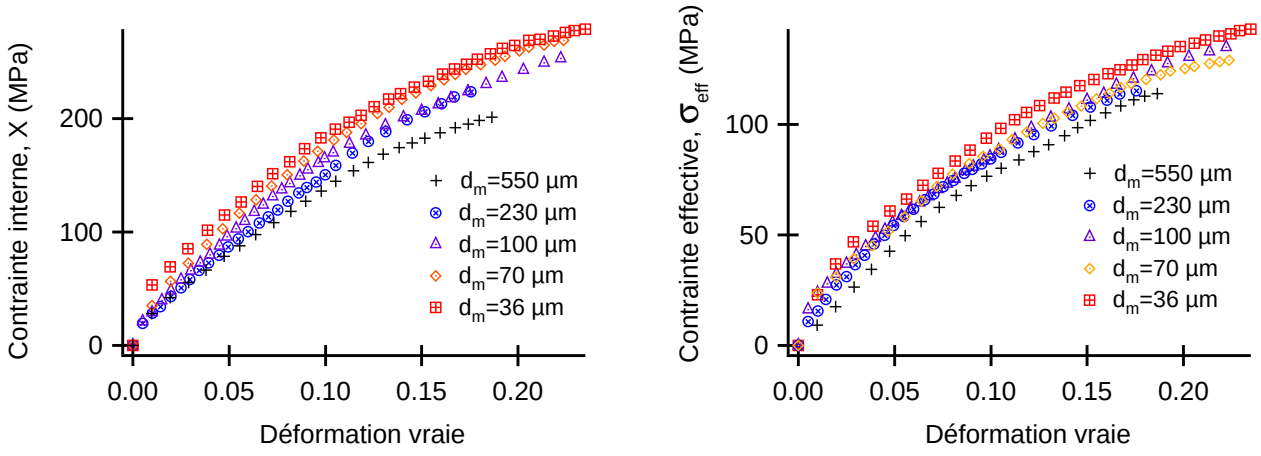
taille de grains (µm)	t/d	$\sigma_{I/II}$ (MPa)	$\varepsilon_{I/II}$	$\sigma_{II/III}$ (MPa)	$\varepsilon_{II/III}$	$\Delta\varepsilon_{II}$ (MPa)	Δ_{II} (MPa)	$(\sigma\theta)_0$ (MPa^2)
30	15	70	0,004	70	0,011	0,007	1520	173000
50	10	44	0,0035	88	0,0115	0,007	1700	117000
100	5	33	0,005	95	0,015	0,02	2000	59000
165	3	38	0,0023	82	0,0183	0,016	2270	49500
250	2	30	0,0018	100	0,0288	0,027	2520	26000
540	1	27	0,0025	110	0,0395	0,037	2615	-6000

Tableau 4.1 – Caractéristiques du second stade d'écrouissage d'échantillons d'épaisseur 500 µm, $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ représentent respectivement les niveaux de contrainte de début et fin de stade, $\varepsilon_{I/II}$ et $\varepsilon_{II/III}$ les niveaux de déformation de début et fin de stade, $\Delta\varepsilon_{II}$ représente la longueur en déformation du stade, Δ_{II} le taux d'écrouissage latent et $(\sigma\theta)_0$ représente l'ordonnée à l'origine des graphes $\sigma\theta = f(\sigma)$.

Pour conclure sur le stade II d'écrouissage, il semble que les paramètres $\sigma_{II/III}$, $\Delta\varepsilon_{II}$, $(\sigma\theta)_0$ et Δ_{II} soient modifiés lorsque les échantillons possèdent environ moins de 4 grains dans l'épaisseur. La réduction du rapport t/d a alors tendance à allonger la plage de contraintes et de déformations d'activation du second stade d'écrouissage et à adoucir le matériau.

4.2 Partition de la contrainte

Les essais de charge-décharge ont été analysés avec la méthodologie de Handfield et Dickson présentée au paragraphe 3.2.2. Les figures 4.8(a) et 4.8(b) présentent respectivement l'évolution de la contrainte interne et de la contrainte effective pour les cinq échantillons dont le comportement en traction simple a été décrit au paragraphe 4.1.



(a) (b)

Figure 4.8 – Evolution de la contrainte interne (a) et de la contrainte effective (b) en fonction de la déformation pour cinq échantillons de différentes tailles de grains.

Comme dans le cas de la traction simple, les valeurs de X et σ_{eff} sont d'autant plus élevées que la taille de grains est faible. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Feaugas *et al.* [10, 15], ayant mis en évidence l'effet durcissant de la taille de grains sur ces deux composantes de la contrainte.

Indépendamment du niveau de déformation et de la taille de grains, la contrainte interne est supérieure à la contrainte effective, traduisant la contribution importante des interactions à longue distance sur le mouvement des dislocations mobiles. Cependant, à l'instar de la traction simple et contrairement à la caractéristique du stade II d'écrouissage, le rapport t/d ne semble pas modifier la répartition et la valeur des deux composantes de la contrainte d'écoulement.

4.3 Volume d'activation apparent

La relaxation effectuée avant chaque décharge à permis de calculer le volume d'activation apparent selon l'équation 3.3. La figure 4.9 représente l'évolution pour cinq échantillons.

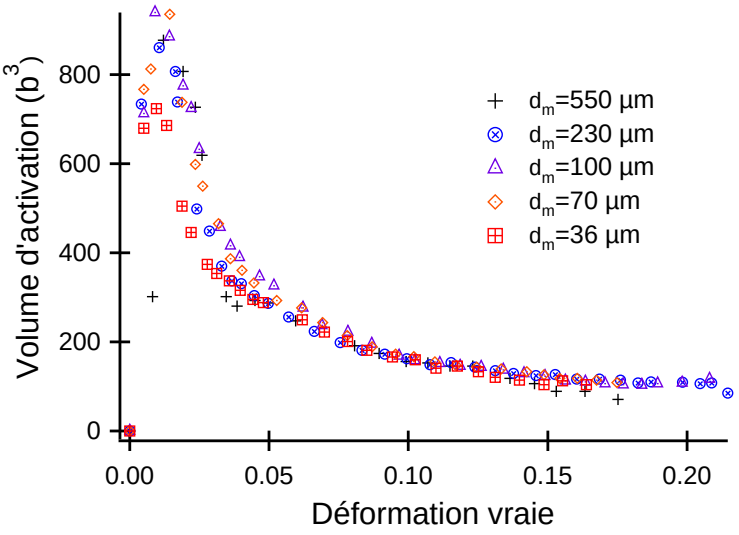


Figure 4.9 – Volume d'activation pour cinq échantillons de tailles de grains différentes.

Les évolutions du volume d'activation sont similaires pour tous les échantillons. Après une forte augmentation en début de plasticité, le volume d'activation passe par un maximum d'environ 1000 b^3 pour une déformation de 0,015 pour ensuite décroître de manière monotone jusqu'à rupture. L'indépendance du volume d'activation vis-à-vis de la taille de grains (et du rapport t/d) est en accord avec les résultats Haddou [16] pour des échantillons de nickel de tailles de grains similaires. Les valeurs reportées par ce dernier sont cependant plus faibles pour les niveaux de déformation inférieurs à 0,1. Cette différence peut provenir de la différence de pureté ou de texture, les échantillons étudiés dans son cas étant cylindriques.

4.4 Formalisme de Hall-Petch

L'absence d'effets visibles du rapport t/d sur les courbes de traction, contrairement aux caractéristiques de l'écrouissage, peut provenir de la corrélation entre la taille de grains et le rapport t/d. Afin de décorréler l'effet de ces deux paramètres sur les courbes de traction simple et sur l'évolution de X et σ_{eff} avec la déformation, les résultats précédents ont été analysés avec le formalisme de Hall-Petch. Ce formalisme classique, détaillé au chapitre 1, permet d'écrire la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains pour n'importe quel niveau de déformation selon l'équation suivante :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{\text{HP}}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{4.8}$$

4.4.1 Application à la traction

L'application du formalisme de Hall-Petch pour la contrainte d'écoulement est présentée figure 4.10 pour six niveaux de déformation différents jusqu'à rupture : limite d'élasticité conventionnelle ; 0,015 ; 0,03 ; 0,08 ; 0,12 et 0,18. La figure 4.10(a) démontre clairement l'évolution linéaire de la limite d'élasticité en fonction de $1/\sqrt{d}$, conformément à l'équation 4.8. La régression linéaire effectuée sur cette évolution donne pour les coefficients de la loi de Hall-Petch les valeurs suivantes, σ_0=14,23 MPa et k_{HP}=180 MPa.μm$^{-1/2}$. Ces valeurs sont en bon accord avec celles reportées par Thompson [8] pour des échantillons de nickel de pureté, de tailles de grains et de géométrie similaires.

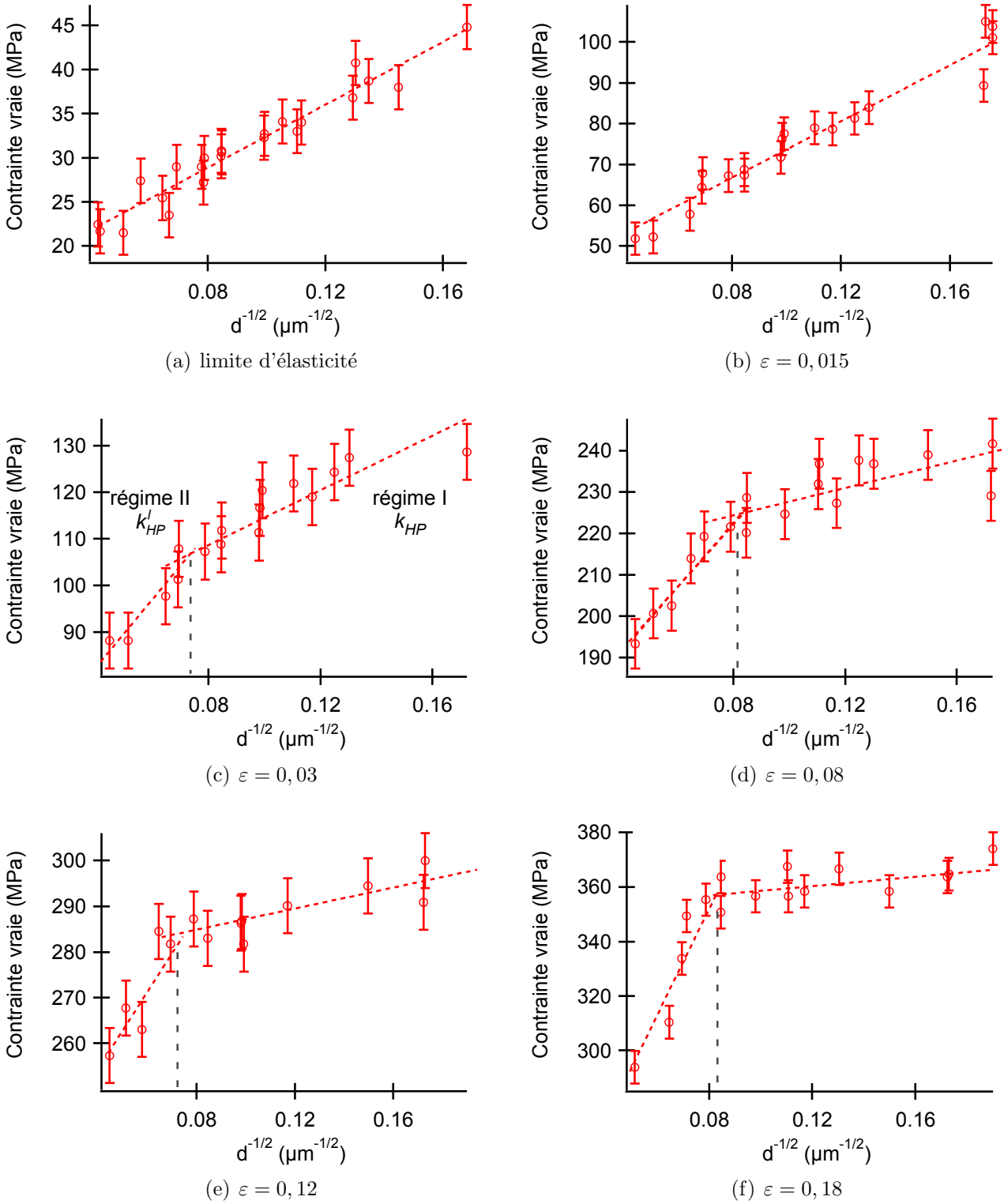
En supposant que lors des premiers instants de la déformation plastique, seule la densité de dislocations géométriquement nécessaires au niveau des joints de grains contribue à l'écrouissage, on peut, en combinant l'équation 4.1 et l'équation 4.3, exprimer la contrainte de la manière suivante :

$$\sigma = \alpha\mu b^{1/2} M^{3/2} {k_g}^{1/2} \sqrt{\frac{\varepsilon}{d}} \tag{4.9}$$

En posant dans l'équation précédente $\varepsilon = 0,002$, niveau de déformation correspondant au début de la plasticité généralisée au sein du matériau, on retrouve la dépendance de la limite d'élasticité à la taille de grains. On peut donc, en négligeant le terme σ_0 de la relation 4.8 et en comparant cette dernière relation à l'équation 4.9, écrire k_{HP} de la manière suivante :

$$k_{\text{HP}} = \sqrt{2.10^{-3}}\alpha\mu b^{1/2} M^{3/2} {k_g}^{1/2} \tag{4.10}$$

En prenant la valeur de k_{HP} reportée plus haut pour la limite d'élasticité ainsi que les valeurs de α, b, μ et M utilisées précédemment, l'équation 4.10 permet de retrouver une valeur de k_g=3,7 ; en bon accord avec celle trouvée lors de l'étude du paramètre $(\sigma\theta)_0$ au paragraphe 4.1.1. L'ajout du terme 4.3 dans l'équation générale 4.4 ainsi que l'écriture de l'équation 4.7 pour le calcul de l'ordonnée à l'origine du stade II est donc pertinent.



(a) limite d'élasticité

(b) $\varepsilon = 0,015$

(c) $\varepsilon = 0,03$

(d) $\varepsilon = 0,08$

(e) $\varepsilon = 0,12$

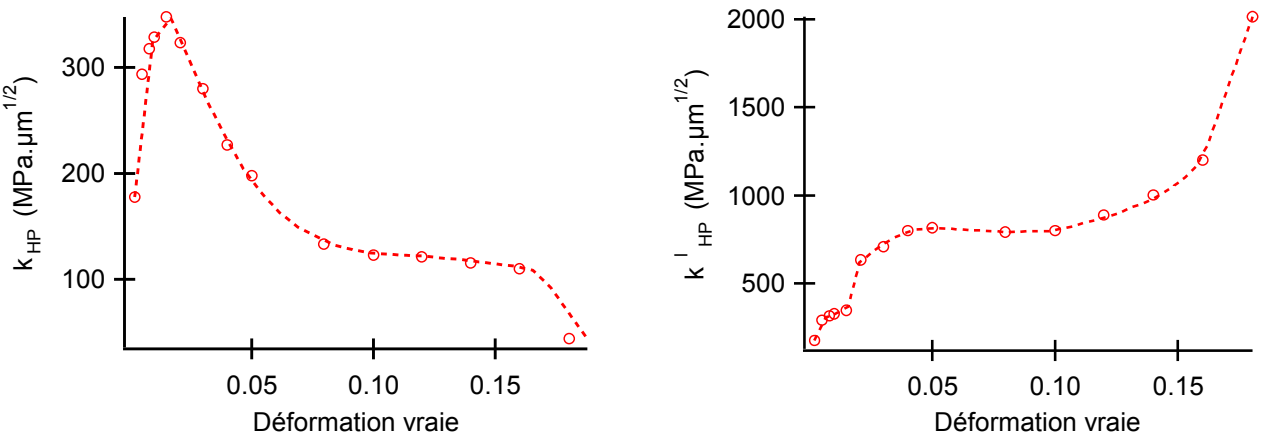
(f) $\varepsilon = 0,18$

Figure 4.10 – Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte d'écoulement pour différents niveaux de déformation.

On observe sur la figure 4.10(b) que la relation de Hall-Petch est toujours vérifiée pour une déformation de 0,015. Cependant, à partir de la figure 4.10(c), on constate une rupture de pente caractérisée par la présence de deux régimes linéaires jusqu'à rupture (figures 4.10(c), 4.10(d), 4.10(e), 4.10(f)). Le premier régime intervient pour des valeurs de tailles de grains inférieures à environ 150 µm (régime I) et le deuxième pour des tailles de grains supérieures à cette valeur critique (régime II), comme indiqué sur la figure 4.10(c).

Les graphiques 4.11(a) et 4.11(b) donnent l'évolution du paramètre k_{HP} en fonction de la déformation totale pour les deux régimes linéaires de la loi de Hall-Petch. Pour le premier (taille de grains inférieures à 150 µm), k_{HP} croît jusqu'à $\varepsilon = 0,02$ puis décroît de manière monotone ensuite en accord avec la litterature [10, 39]. Les valeurs de ce paramètre sont en bon accord avec celles avancées par Thompson [8] (figure 1.11) et inférieures à celles de Feaugas *et al.* [10] (figure 1.9). Les résultats de Thompson sont relatifs à des éprouvettes plates d'épaisseurs supérieures à 2 mm (pureté 99,98%) contrairement aux résultats de Feaugas, issus de l'étude d'éprouvettes cylindriques de diamètre 8 mm (pureté 99,90%). Une réduction de la pureté a tendance à adoucir l'effet de taille de grains, comme l'a observé Hansen pour des échantillons d'aluminium de pureté différente [39]. Il semble donc que la sensibilité de la taille de grains dépende de la géométrie des éprouvettes à travers la texture cristallographique de cette dernière.

La présence d'une déviation par rapport à la loi de Hall-Petch est aussi reportée dans le cas des tailles de grains importantes par Thompson [8]. Cependant, à l'inverse des résultats observés figure 4.10, Thompson reporte une décroissance de la valeur de k_{HP}, le matériau devenant de moins en moins sensible à la taille de grains. Si cette taille de grains est suffisamment importante, le libre parcours moyen des dislocations est très inférieur à la distance entre joints de grains et, par conséquent, le mouvement des dislocations est peu entravé par la présence de ces derniers.



(a) k_{HP} pour les faibles tailles de grains

(b) k^{I}_{HP} pour les tailles de grains importantes

Figure 4.11 – Evolution du paramètre k_{HP} pour les deux régimes de la loi de Hall-Petch.

L'évolution de k_{HP} pour le second stade est présentée figure 4.11(b) en fonction de la déformation. Comparativement au premier régime, k_{HP} est beaucoup plus important traduisant une plus forte dépendance à la taille de grains pour le second régime contrairement aux résultats de Thompson [8].

La figure 4.12 montre l'évolution du rapport des ordonnées à l'origine des deux régimes de la relation de Hall-Petch, respectivement notée σ_0^{h} pour le premier régime et σ_0^{l} pour le second. Ce rapport est égal à 1 jusqu'à $\varepsilon = 0,025$, valeur de déformation à partir de laquelle ce rapport diminue à une valeur de 0,5 pour ensuite augmenter jusqu'à 0,8 pour $\varepsilon = 0,12$ puis rediminuer ensuite.

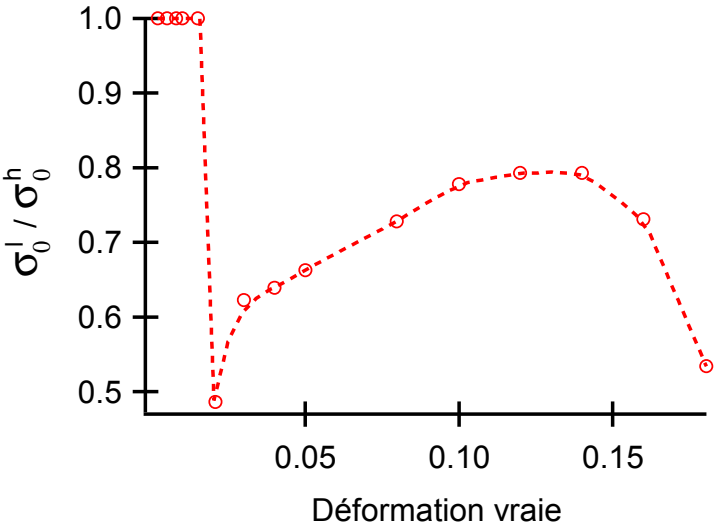


Figure 4.12 – Evolution du rapport σ_0^l/σ_0^h, des ordonnées à l'origine des deux régimes de la loi de Hall-Petch, en fonction de la déformation.

Sachant que dans la loi de Hall-Petch, σ_0 reflète la contrainte de friction subie par les dislocations mobiles en l'absence de joints de grains, la baisse du rapport $\sigma_0^{\mathrm{l}}/\sigma_0^{\mathrm{h}}$ semble démontrer une réduction de cette friction dans le cas des échantillons possédant moins de 4 grains dans l'épaisseur. Ce résultat confirme la présence d'un phénomène adoucissant déjà mis en évidence par la réduction du paramètre $(\sigma\theta)_0$ par rapport à sa valeur théorique. Avec une augmentation de la déformation, la différence de comportement entre les échantillons possédant un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur et supérieur à 4 semble se réduire, augmentant la valeur de $\sigma_0^{\mathrm{l}}/\sigma_0^{\mathrm{h}}$.

En excluant tout rôle de la taille de grains sur la modification de la loi de Hall-Petch et de ses coefficients par la comparaison avec les résultats obtenus par Thompson, la transition entre les deux régimes s'opère pour un rapport t/d environ égal à 4 à partir d'un niveau de déformation supérieur à 0,025. La conséquence directe de cette transition est une chute du niveau de contrainte pour un échantillon possédant moins de 4 grains dans l'épaisseur par rapport au niveau attendu pour un échantillon de même taille de grains mais possédant plus de 4 grains dans l'épaisseur.

La lecture des figures 4.10 et 4.12 montre aussi l'influence de la déformation sur l'effet du rapport t/d. Afin de caractériser cette influence, l'évolution du rapport critique a été tracée en fonction de la déformation figure 4.13. Pour une déformation inférieure à 0,025 ; ce rapport t/d est au minimum égal à 1, aucun échantillon possédant moins d'un grain dans l'épaisseur n'ayant été sollicité en traction. A partir de la valeur seuil de déformation, ce nombre critique de grains dans l'épaisseur croît de manière monotone pour atteindre une valeur limite, environ égale à 3,5 à partir d'une déformation de 0,07. Cette valeur est semblable à celle trouvée pour la modification de $\sigma_{\mathrm{II/III}}$, $\Delta\varepsilon_{\mathrm{II}}$ et du paramètre $(\sigma\theta)_0$ pour le second stade d'écrouissage.

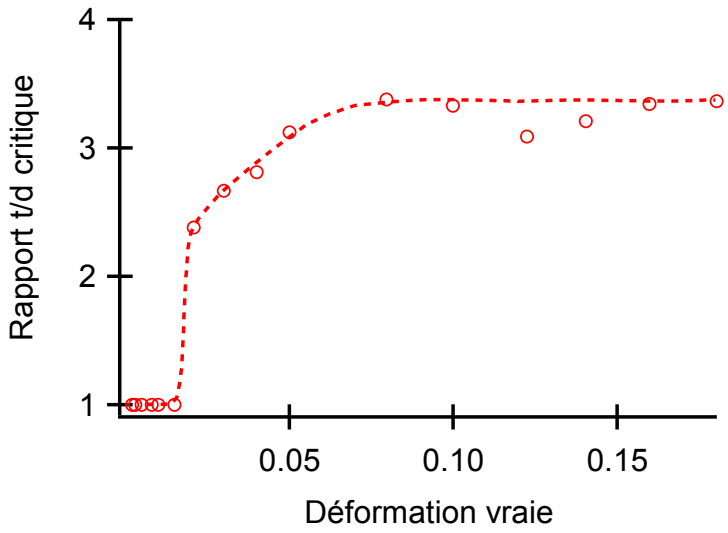
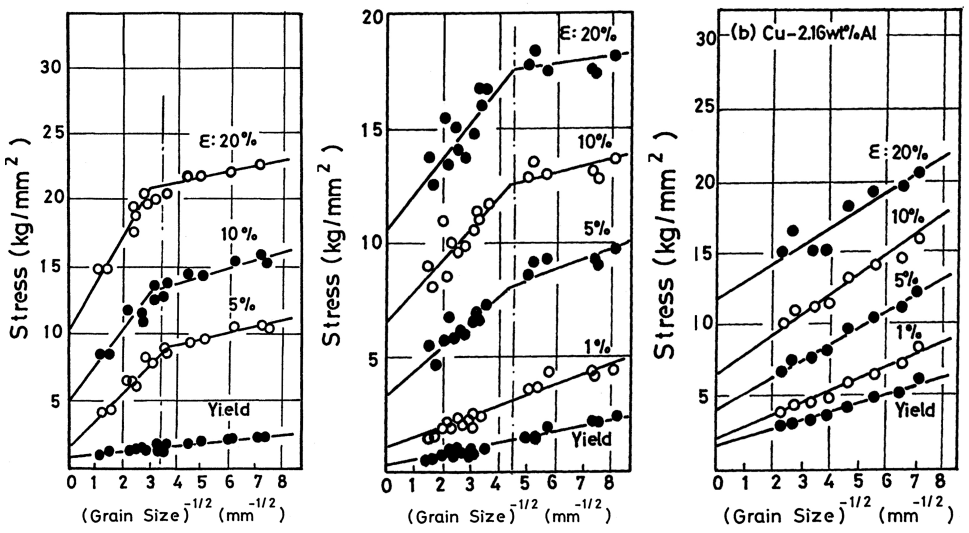


Figure 4.13 – Evolution du nombre de grains dans l'épaisseur critique en dessous duquel la loi de Hall-Petch est modifiée.

Comparativement à la littérature, à taille de grains comparable, cette valeur s'inscrit entre celle de l'aluminium (≈ 3) et celle du cuivre (≈ 5). Ces deux matériaux possèdent des énergies de fautes d'empilement respectivement supérieure (Al $\gamma_{efe} = 135$ mJ.m^{-2}) et inférieure (Cu $\gamma_{efe} = 45$ mJ.m^{-2}) pour une valeur de γ_{efe} pour le nickel de 125 mJ.m^{-2}. L'influence de l'énergie de faute d'empilement sur le rapport t/d critique est donc bien mis en évidence, comme reporté par Miyazaki *et al.* [34].

A notre connaissance, un seul type de comportement similaire a été reporté par Tabata *et al.* [95] pour des polycristaux de cuivre de pureté équivalente à celle du nickel, d'épaisseur 1 mm et dans des conditions expérimentales très proches. Ces auteurs, dans une étude générale ne s'intéressant pas à l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur, ont observé une rupture de pente pour la loi de Hall-Petch (figure 4.14). Cette rupture de pente, semblable à celle observée figure 4.10 pour le nickel, intervient pour des niveaux de déformation supérieurs à quelques pourcents (entre 1 et 5 %). La transition s'opère pour des tailles de grains supérieures à 60 µm correspondant à des rapports t/d inférieurs à 16. Cette valeur est supérieure à celle trouvée par Miyazaki *et al.* [34] pour une taille de grains similaire mais reste cependant du même ordre de grandeur. L'ajout de 2,16% d'aluminium dans le cuivre inihibe la transition alors qu'une baisse de la température à 77 K diminue le rapport t/d critique. Ces résultats confirment le rôle joué par l'énergie de faute d'empilement sur le nombre de grains dans l'épaisseur critique.



(a) Cu 70 ° K (b) Cu 273 ° K (c) Cu-2,16%wt.Al 273 ° K

Figure 4.14 – Courbes de Hall-Petch pour des échantillons de cuivre et d'alliages de cuivre sollicités pour différentes températures [95].

4.4.2 Application aux contraintes internes et effectives

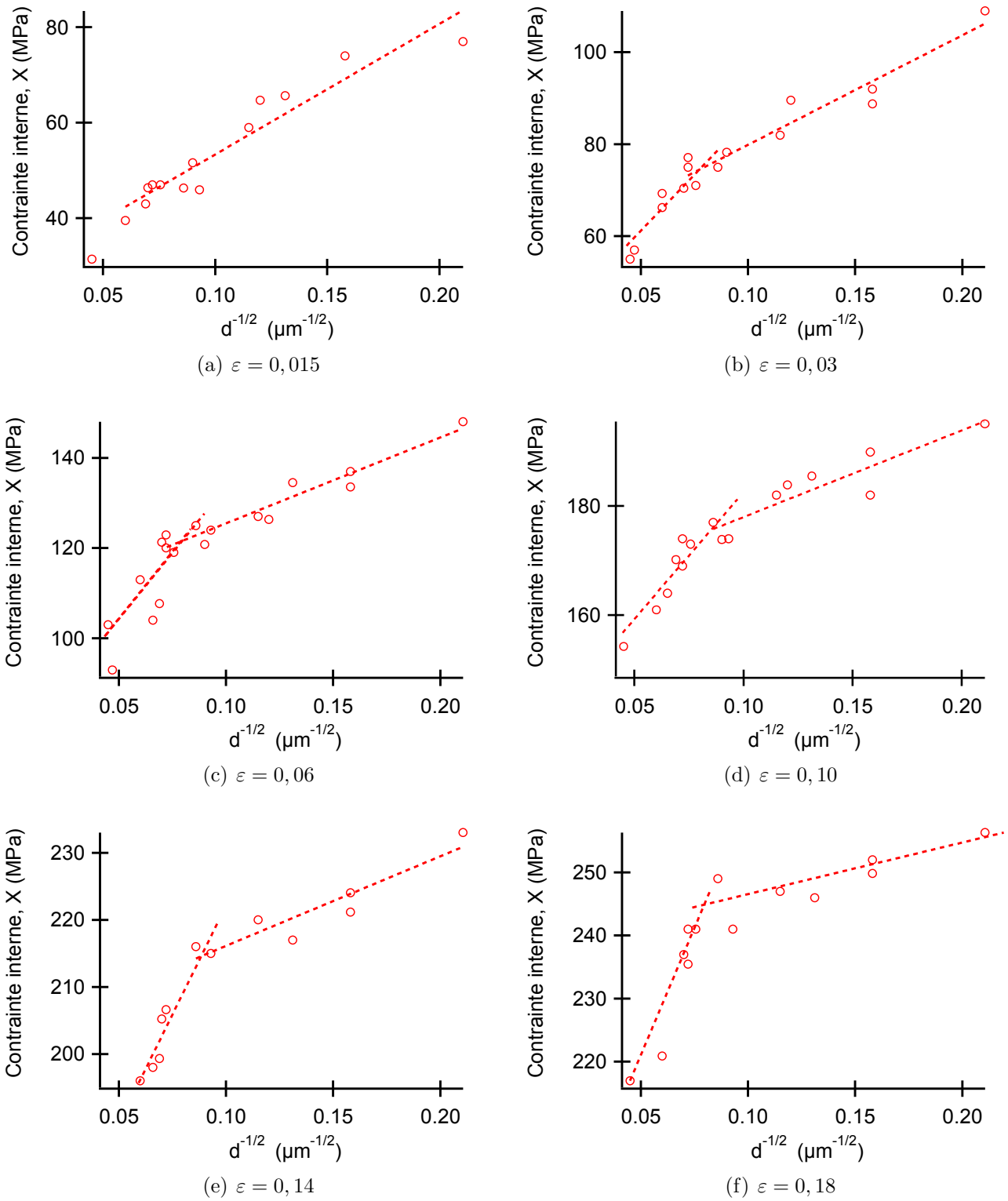
Le formalisme de Hall-Petch est aussi applicable aux différentes composantes de la contrainte d'écoulement [10, 15]. Comme dans le cas de la contrainte d'écoulement, les contraintes interne et effective sont toutes les deux sensibles à une modification de la taille de grains. Dans les deux cas, une réduction de celle-ci entraîne une augmentation de la valeur de la contrainte. On peut donc appliquer la loi de Hall-Petch pour X et σ_{eff} avec l'utilisation des deux relations suivantes :

$$X = X_0(\varepsilon) + \frac{k_{\text{X}}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{4.11}$$

$$\sigma_{\text{eff}}(\varepsilon) = \sigma^0_{\text{eff}}(\varepsilon) + \frac{k_{\text{eff}}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{4.12}$$

L'application de la loi de Hall-Petch à la contrainte interne donne des résultats similaires à l'application de la loi à la contrainte d'écoulement (figure 4.15). Pour un niveau de déformation inférieur à 0,025, un seul régime linéaire est observable sur la figure 4.15(a). Avec une augmentation de la déformation au delà de cette déformation seuil, un second régime linéaire apparaît pour les échantillons de tailles de grains supérieures à 150 µm et ce jusqu'à rupture (figure 4.15).

Parmi les études traitant de la partition de la contrainte d'écoulement, cette rupture de pente pour les tailles de grains supérieures à 150 µm n'a pas jamais été reportée. Sachant que X est une composante de la contrainte d'écoulement et, par comparaison avec les courbes de Hall-Petch pour cette dernière, la présence de ces deux régimes semble être le résultat d'une modification du rapport t/d.



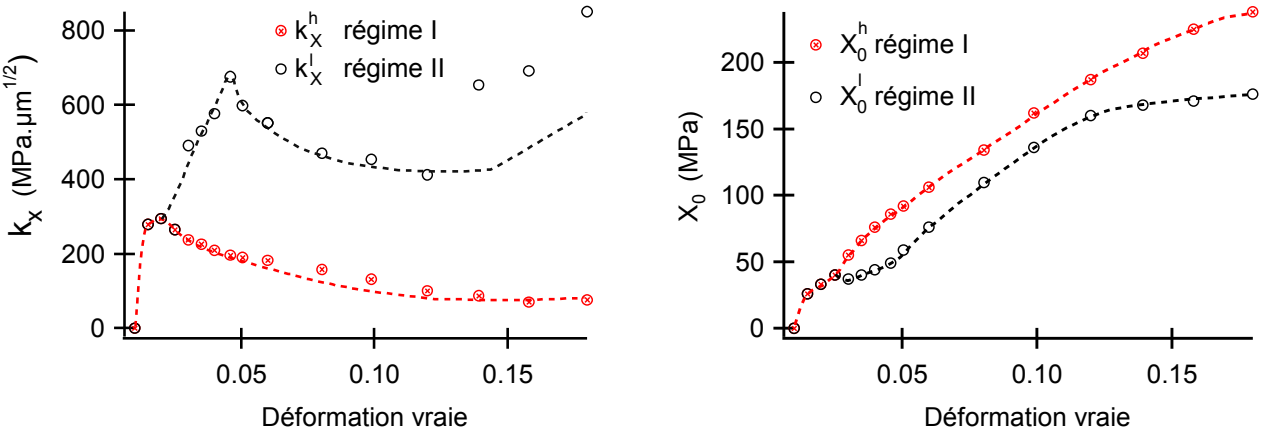
(a) $\varepsilon = 0,015$ (b) $\varepsilon = 0,03$

(c) $\varepsilon = 0,06$ (d) $\varepsilon = 0,10$

(e) $\varepsilon = 0,14$ (f) $\varepsilon = 0,18$

Figure 4.15 – Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte interne, X, pour différents niveaux de déformation.

La figure 4.16(a) représente l'évolution des deux coefficients k_x relatifs aux deux régimes, respectivement notés k_x^h et k_x^l.



(a) coefficients k_x (b) coefficients X_0

Figure 4.16 – Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne en fonction de la déformation.

Jusqu'à une déformation de 0,025, les valeurs des deux paramètres sont égales. k_x^h décroît ensuite jusqu'à rupture alors que k_x^l continue de croître jusqu'à ε=0,04 pour diminuer ensuite et augmenter à partir d'une déformation égale à 0,1. Les évolutions de X_0^h et X_0^l, les ordonnées à l'origine respectives du premier et du second régime des graphes de Hall-Petch appliqués à X sont présentées figure 4.16(b) en fonction de la déformation. Ces progressions sont similaires à celles des coefficients k_x. Pour $\varepsilon < 0,025$ les deux valeurs de X_0 sont confondues puis, à partir de cette valeur de déformation, X_0^l devient inférieure d'environ 20 MPa à X_0^h qui augmente de manière monotone.

Comme expliqué au paragraphe 3.2.2, la contrainte interne peut être divisée en deux composantes, l'une intergranulaire X_{inter} et l'autre intragranulaire X_{intra}. Cette décomposition peut être obtenue en première approximation en utilisant le formalisme de Hall-Petch :

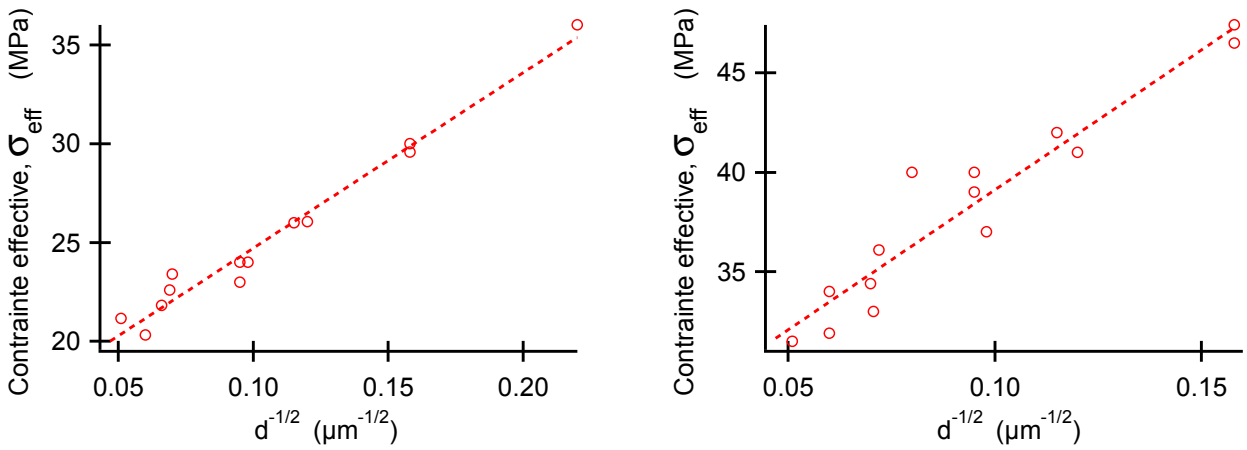
$$X(\varepsilon) = X_{intra}(\varepsilon) + X_{inter}(\varepsilon) = X_0(\varepsilon) + \frac{k_x(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{4.13}$$

avec :

$$X_{intra}(\varepsilon) = X_0(\varepsilon) \qquad X_{inter}(\varepsilon) = \frac{k_x(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \tag{4.14}$$

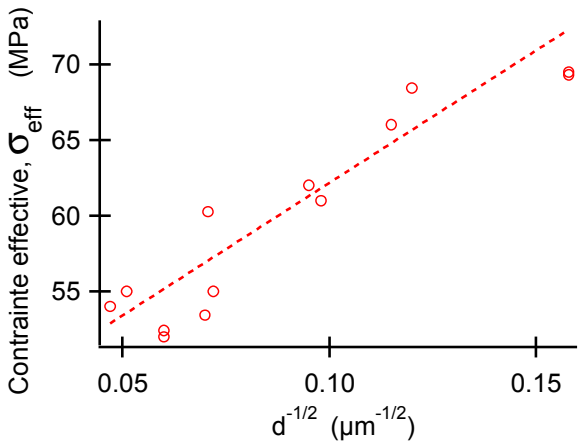
Des mesures par microscopie électronique à transmission des différentes densités de dislocations au sein des grains (zones dures et zones molles) ont permis de justifier la pertinence de la décomposition de la contrainte interne à partir de la loi de Hall-Petch dès lors que la taille de grains est supérieure à 100 µm et le rapport t/d supérieur à la valeur critique [96]. Dans ce cas, X_{intra} est indépendante de la taille de grains. La modification des valeurs de X_0 et k_x traduisent donc une modification des contraintes interne intergranulaire et intragranulaire pour les matériaux possédant peu de grains dans l'épaisseur.

Pour la contrainte effective l'application de la loi de Hall-Petch (équation 4.13) est présentée figure 4.17 pour différents niveaux de déformation.

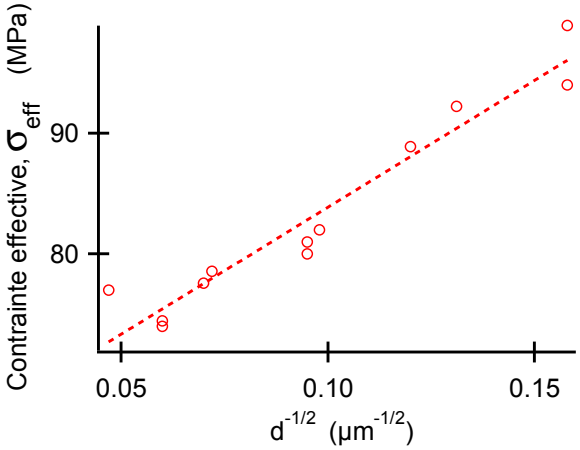


(a) $\varepsilon = 0,015$

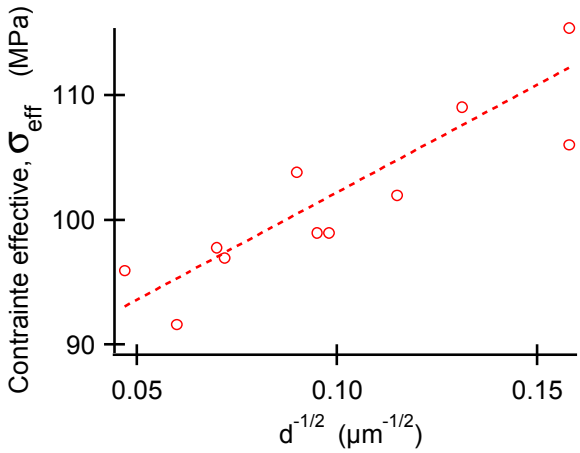
(b) $\varepsilon = 0,03$



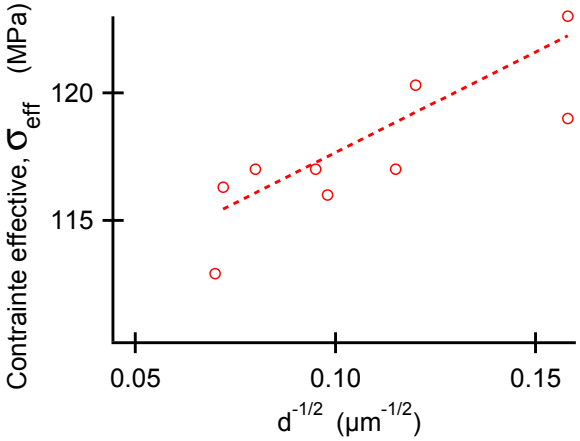
(c) $\varepsilon = 0,06$



(d) $\varepsilon = 0,10$



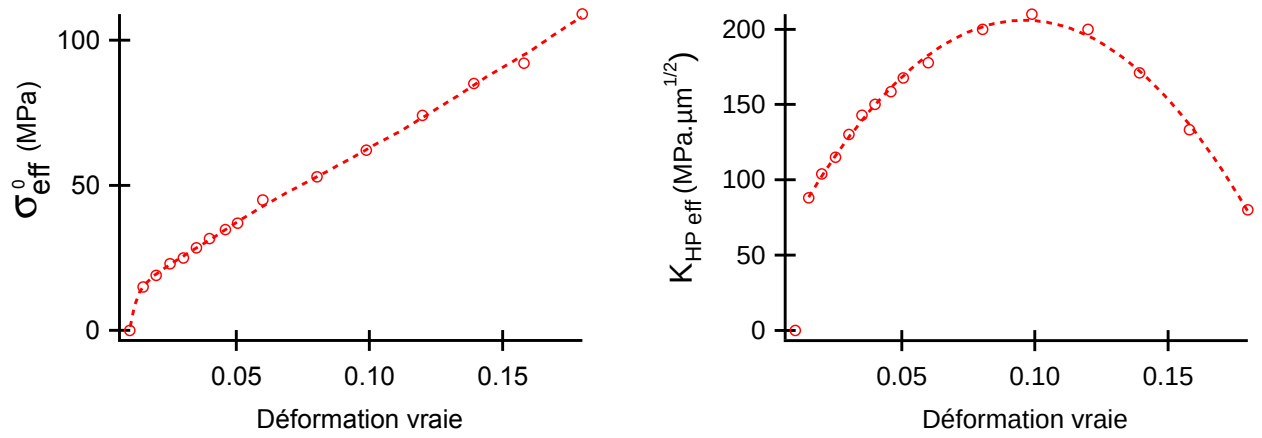
(e) $\varepsilon = 0,14$



(f) $\varepsilon = 0,18$

Figure 4.17 – Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte effective, σ_{eff}, pour différents niveaux de déformation.

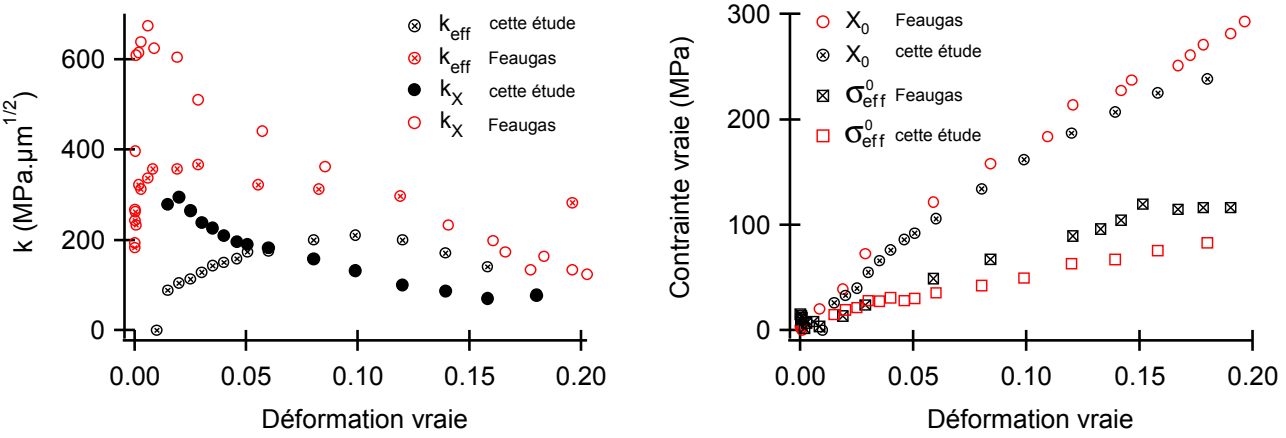
Contrairement à la contrainte d'écoulement et à la contrainte interne, la contrainte effective est correctement modélisée par la loi de Hall-Petch indépendamment du niveau de déformation (figure 4.17), un seul régime linéaire étant présent sans rupture de pente conformément à la littérature [10]. Cette composante de la contrainte semble donc insensible au rapport t/d. Les évolutions des deux paramètres de la loi de Hall-Petch pour σ_{eff}, σ^0_{eff} et k_{eff} sont présentées respectivement figure 4.18(a) et figure 4.18(b).



(a) σ^0_{eff} (b) k_{eff}

Figure 4.18 – Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective en fonction de la déformation.

Les figures 4.19(a) et 4.19(b) représentent respectivement la comparaison entre les valeurs de k_{X} et k_{eff} de cette étude et celles de Feaugas *et al.* [10] ainsi que la comparaison entre les valeurs de X_0 et σ^0_{eff}.



(a) (b)

Figure 4.19 – Comparaison des coefficients (a) k_{X} et k_{eff} et (b) X_0 et σ_{eff} avec les travaux de Feaugas *et al.* [10].

Pour les deux composantes de la contrainte d'écoulement, on retrouve une dépendance à la taille de grains plus importante dans le cas des travaux de Feaugas *et al.* du fait de la différence de texture cristallographique (géométrie cylindrique). Cette différence de texture n'influence pas les valeurs de X_0 et σ^0_{eff}, cette dernière provenant des interactions à courte distance. Néanmoins, la valeur de σ^0_{eff} est légèrement supérieure dans le cas des échantillons étudiés par ces auteurs, sans

doute due à la pureté plus faible de leur matériau (99,9% contre 99,99%). Il aurait été interessant dans le cas de cette étude, de mesurer la contrainte interne et effective pour des niveaux de déformations inférieurs à 0,01, là où les incompatibilités de déformation sont les plus importantes. La faible épaisseur des échantillons ainsi que le dispositif expérimental n'ont pas permis d'effectuer des charges-décharges pour ces faibles niveaux de déformation de manière reproductible et il n'est donc pas possible d'effectuer la comparaison pour ces faibles niveaux de déformation avec l'étude présentée référence [10].

En considérant les résultats obtenus lors de l'application de la loi de Hall-Petch à la contrainte d'écoulement, il semble que la modification de celle-ci avec une réduction du rapport t/d soit due à une modification de la contrainte interne seule, la contrainte effective n'étant pas affectée. En retournant aux origines physiques de la contrainte d'écoulement, c'est donc les interactions à longue distance qui semblent modifiées par une réduction du rapport t/d. Ce résultat est cohérent avec la modification du taux d'écrouissage macroscopique θ_{II} à travers la réduction du paramètre $(\sigma\theta)_0$ relevant du même type d'interactions que celles mis en jeu avec la contrainte interne.

4.5 Synthèse

L'étude du comportement mécanique de polycristaux de nickel d'épaisseur 500 µm et de tailles de grains variables, sollicités en traction simple et charge-décharge, a permis de mettre en évidence les résultats suivants :

- Le comportement mécanique est modifié si le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique dépendant de la déformation (figure 4.13) ;
- cette modification porte en premier lieu sur le niveau de contrainte, ce dernier diminuant par rapport à celui attendu par la loi de Hall-Petch si le rapport t/d est inférieur à la valeur critique ;
- l'écrouissage est affecté avec une augmentation de la contrainte d'activation des mécanismes associés au stade III, de la longueur du stade II ainsi qu'une baisse de la contribution des joints de grains sur l'écrouissage ;
- la loi de Hall-Petch n'est plus valide sous sa forme classique ;
- une modification des contraintes à longue distance apparaît pour un rapport t/d inférieur à 4.

Chapitre 5

Comportement mécanique à épaisseur variable

Pour cette seconde série de résultats, l'épaisseur évolue entre 12,5 µm *et 3,2 mm tout en maintenant une taille de grains similaire proche de 100* µm*. Le nombre de grains dans l'épaisseur est donc modifié par variation de cette dernière, minimisant ainsi les effets de tailles de grains contrairement au chapitre précédent. Les différents résultats seront donc analysés en fonction de l'épaisseur, du rapport t/d et de la déformation en essayant de mettre en évidence un effet du nombre de grains dans l'épaisseur.*

5.1 Traction simple

Les essais de traction ont été effectués selon la méthodologie présentée au chapitre 3. Suivant l'épaisseur des échantillons, l'essai a été piloté en vitesse de déformation (épaisseur supérieure à 250 µm) ou en vitesse de traverse (épaisseur inférieure à 250 µm). La figure 5.1 présente les courbes de traction pour les différentes épaisseurs utilisées : 12,5 µm ; 25 µm ; 50 µm ; 125 µm ; 250 µm ; 500 µm ; 1 mm et 3,2 mm. La taille de grains varie entre 80 et 120 µm suivant les échantillons.

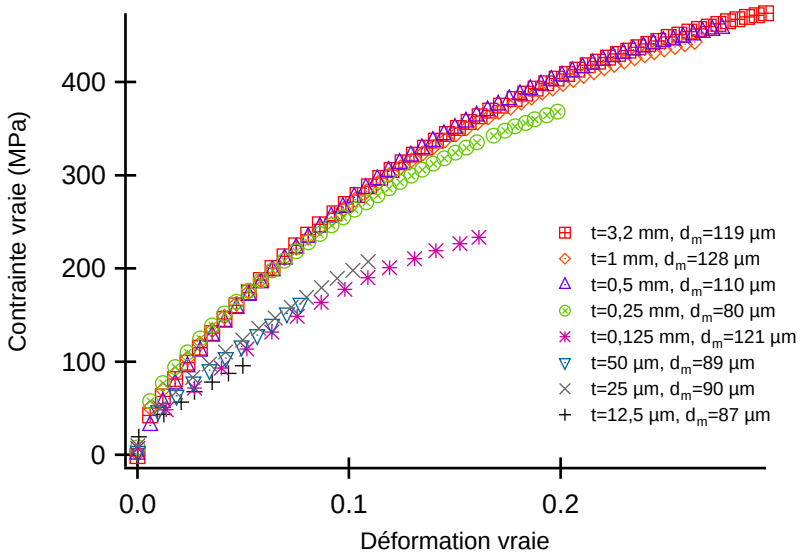


Figure 5.1 – Courbes de traction d'échantillons d'épaisseur variable.

Cette figure présente deux faisceaux de courbes dépendant de l'épaisseur. Pour celles supérieures à 500 µm, un premier faisceau de courbes similaires apparaît avec un niveau de contrainte maximal. Le deuxième faisceau de courbes est relatif aux échantillons d'épaisseurs inférieures à 125 µm. Le niveau de contrainte est, dans ce deuxième cas, minimal. Entre ces deux faisceaux de courbes, se trouve l'échantillon d'épaisseur 250 µm. Afin de mieux illustrer cette différence de contrainte entre échantillons, l'évolution de cette dernière a été tracée pour différents niveaux de déformation figure 5.2 pour σ_e et figure 5.3 ($\varepsilon = 0,03$, $\varepsilon = 0,10$ et $\varepsilon = 0,18$) en fonction de l'épaisseur (figures coté gauche) et du rapport t/d (figures coté droit).

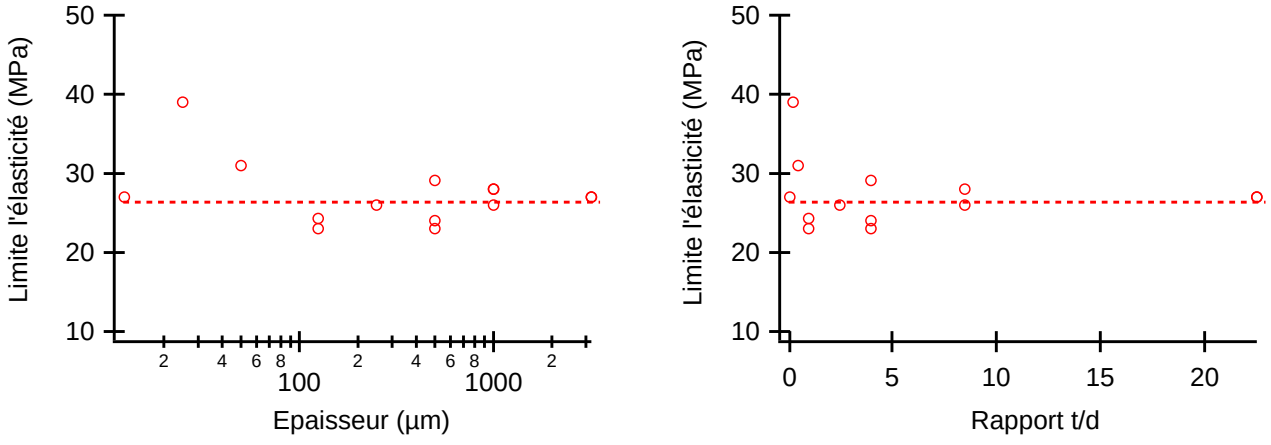
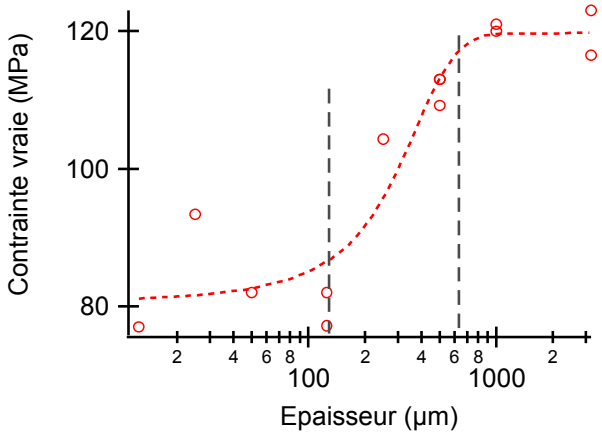
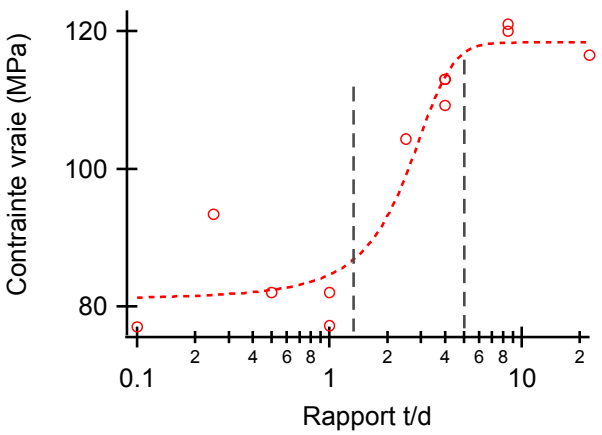


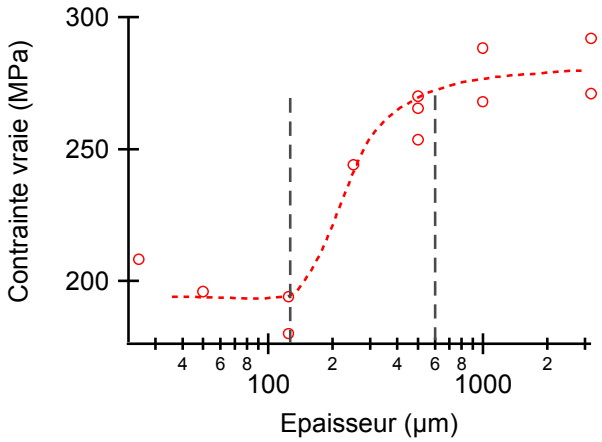
Figure 5.2 – Evolution de la contrainte pour différents niveaux de déformation en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d.



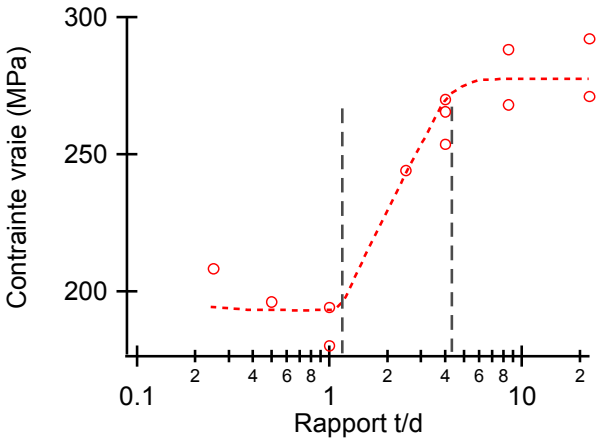
(a) $\varepsilon = 0,03$



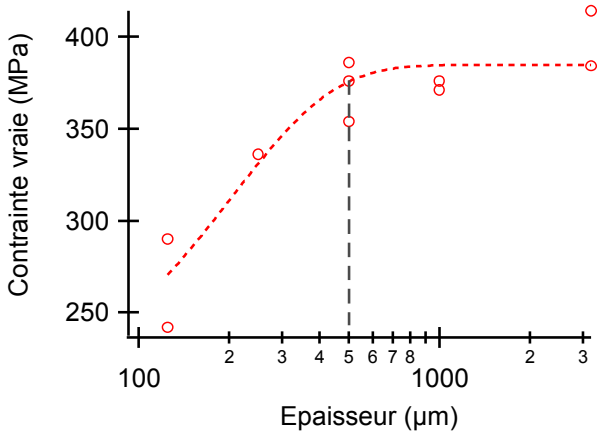
(b) $\varepsilon = 0,03$



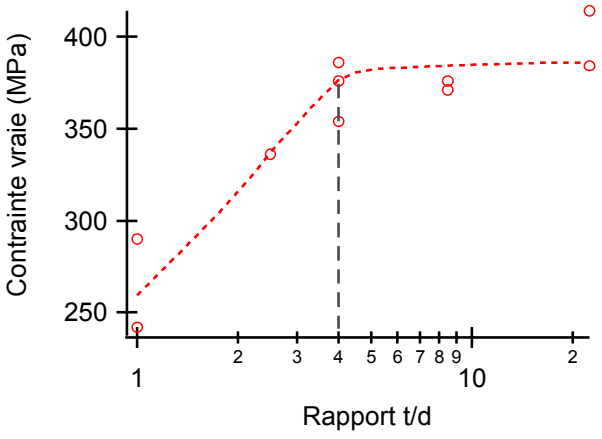
(c) $\varepsilon = 0,10$



(d) $\varepsilon = 0,10$



(e) $\varepsilon = 0,18$

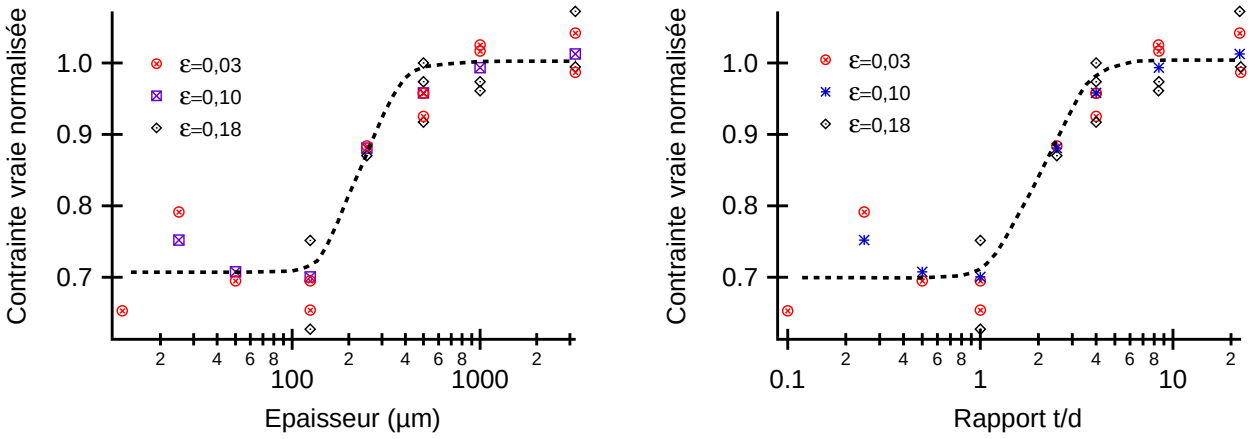


(f) $\varepsilon = 0,18$

Figure 5.3 – Evolution de la contrainte pour différents niveaux de déformation en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d.

Pour la limite d'élasticité calculée pour une déformation plastique de 0,002, représentée figures 5.2(a) et 5.2(b), on observe une dispersion importante du fait des différences de tailles de grains entre échantillons. Aucune corrélation entre l'épaisseur ou le rapport t/d et la contrainte ne peut être établie pour ce niveau de déformation. Avec une augmentation de ce dernier (figure 5.3), on observe deux niveaux de contrainte distincts correspondants aux deux faisceaux de courbes observés sur la figure 5.1, un premier pour les épaisseurs supérieures à 500 µm et un second pour les épaisseurs inférieures à 125 µm. L'examen des figures 5.3(b), 5.3(d), 5.3(f) montre par ailleurs que les deux transitions sont provoquées par la réduction du rapport t/d en dessous d'une valeur critique. Cette valeur est égale à quatre pour la première transition et un pour la seconde. Pour les figures 5.3(e) et 5.3(f), les échantillons les plus minces sont absents, leur rupture étant intervenue pour des niveaux de déformation inférieurs à 0,18.

En normalisant la contrainte d'écoulement des échantillons pour chaque déformation par la valeur de contrainte de l'échantillon d'épaisseur 3,2 mm, il est possible de comparer la décroissance de la contrainte entre les différents niveaux de déformation. Le résultat est présenté pour $\varepsilon = 0,03$; $\varepsilon = 0,10$; $\varepsilon = 0,18$ en fonction de l'épaisseur, figure 5.4(a), et en fonction du rapport t/d, figure 5.4(b).



(a) (b)

Figure 5.4 – Evolution de la contrainte normalisée par la contrainte de l'échantillon le plus épais pour différents niveaux de déformation, en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

Les rapports t/d délimitant les deux régimes de contrainte n'évoluent pas avec la déformation. De plus, la réduction de contrainte entre les échantillons les plus minces et les plus épais est toujours de l'ordre de 30% indépendamment du niveau de déformation. Ce résultat est en accord avec les résultats de Miyazaki *et al.* [34] relatifs à l'aluminium et au cuivre pour des épaisseurs d'échantillons similaires. Afin de comparer nos résultats avec ceux de ces auteurs, la figure 5.5 présente les trois courbes de contraintes normalisées pour une déformation de 0,1 pour Ni (cette étude), Al (d_m=180 µm) et Cu (d_m=90 µm) [34]. Les résultats obtenus pour le nickel s'inscrivent parfaitement entre les courbes de l'aluminium et du cuivre, comme précédemment observé pour les échantillons d'épaisseur 500 µm.

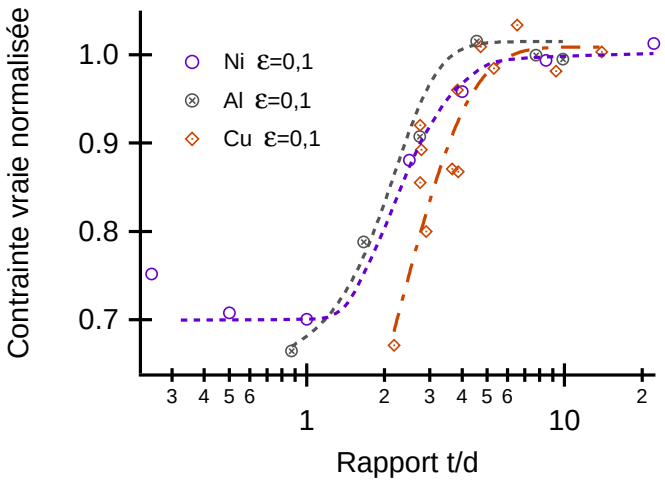


Figure 5.5 – Comparaison de l'évolution de la contrainte normalisée avec le rapport t/d pour une déformation de 0,1 entre Ni (cette étude), Cu (d_m=90 µm) et Al (d_m=180 µm) (d'après les résultats de Miyazaki [34]).

A l'instar des échantillons d'épaisseurs 500 µm de différentes tailles de grains, le niveau de contrainte est donc diminué lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur devient inférieur à une valeur critique proche de 4, similaire à celle observée pour ces échantillons. La présence d'un second rapport t/d donnant lieu à une seconde transition n'a cependant pas été observée dans le chapitre précédent, le rapport t/d étant au minimum égal à 1. Une fois atteinte cette deuxième transition, ni l'épaisseur ni le rapport t/d ne semble jouer de rôle sur le niveau de contrainte qui ne dépend plus que faiblement de la taille de grains comme l'ont montré Janssen *et al.* pour l'aluminium [35].

5.2 Ecrouissage

L'évolution du taux d'écrouissage macroscopique associé aux échantillons sollicités en traction est présentée figure 5.6. Une réduction de l'épaisseur modifie le taux d'écrouissage avec une réduction importante de θ en stade II.

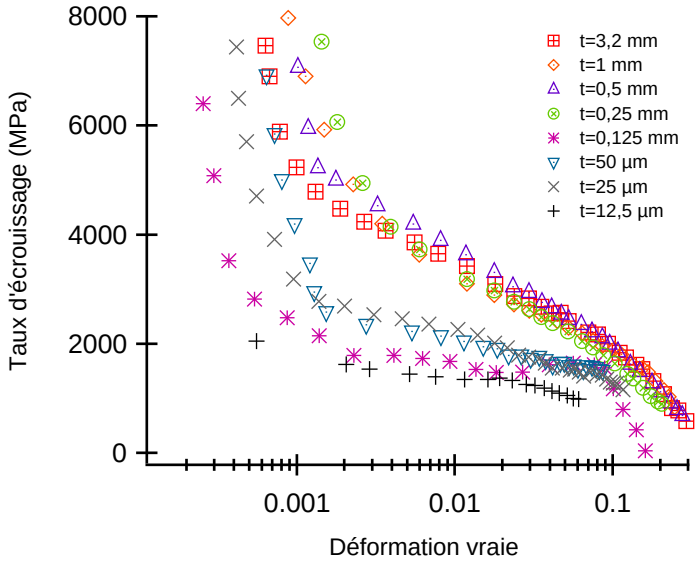


Figure 5.6 – Evolution du taux d'écrouissage pour différentes valeurs d'épaisseurs.

Cette variation de l'écrouissage est retrouvée au niveau de l'évolution du produit $\sigma\theta = f(\sigma)$, tracée figure 5.7. Une réduction de l'épaisseur en dessous de 500 µm entraîne plusieurs modifications au niveau des courbes $\sigma\theta = f(\sigma)$. La première est relative aux stades d'écrouissage. Indépendamment de l'épaisseur, la contrainte d'activation du stade II, $\sigma_{I/II}$, est proche de 30 MPa, limite d'élasticité moyenne des différents échantillons analysés. Contrairement à $\sigma_{I/II}$, la contrainte d'activation du stade III, $\sigma_{II/III}$, présentée figure 5.8(a) en fonction de l'épaisseur et figure 5.8(b) en fonction du rapport t/d, varie en fonction de ces deux derniers paramètres. Pour les échantillons massiques possédant plus de 4 grains dans l'épaisseur, cette contrainte est de l'ordre de 90 MPa. Avec une réduction du rapport t/d, $\sigma_{II/III}$ augmente de manière importante pour atteindre 190 MPa pour une épaisseur de 25 µm.

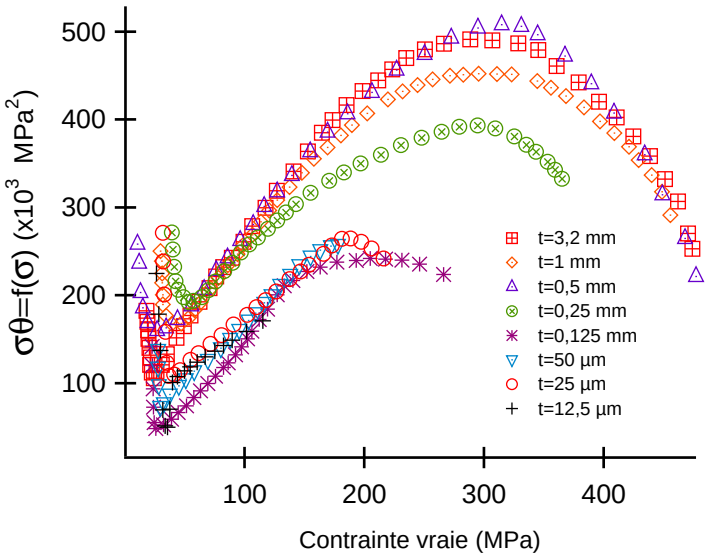


Figure 5.7 – Evolution du produit $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour différentes valeurs d'épaisseur.

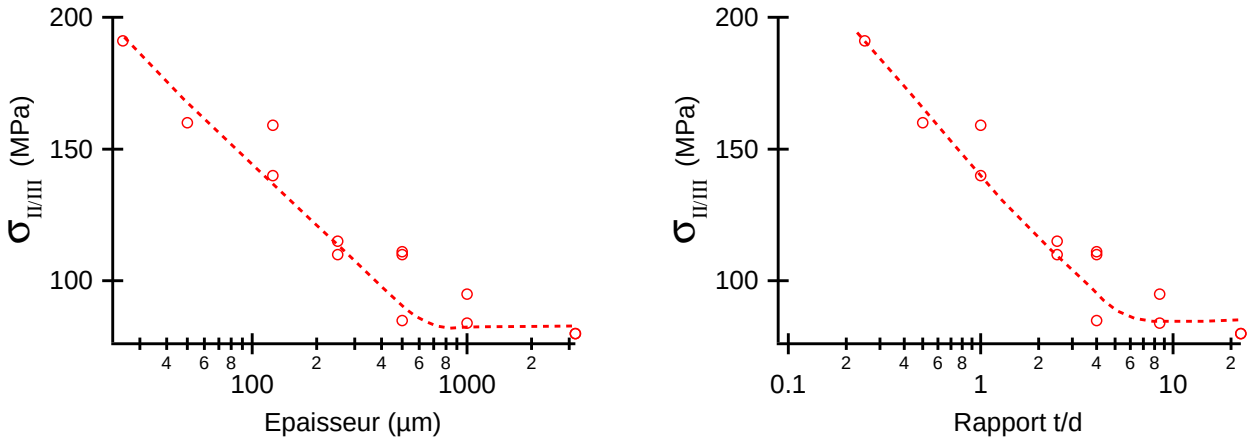
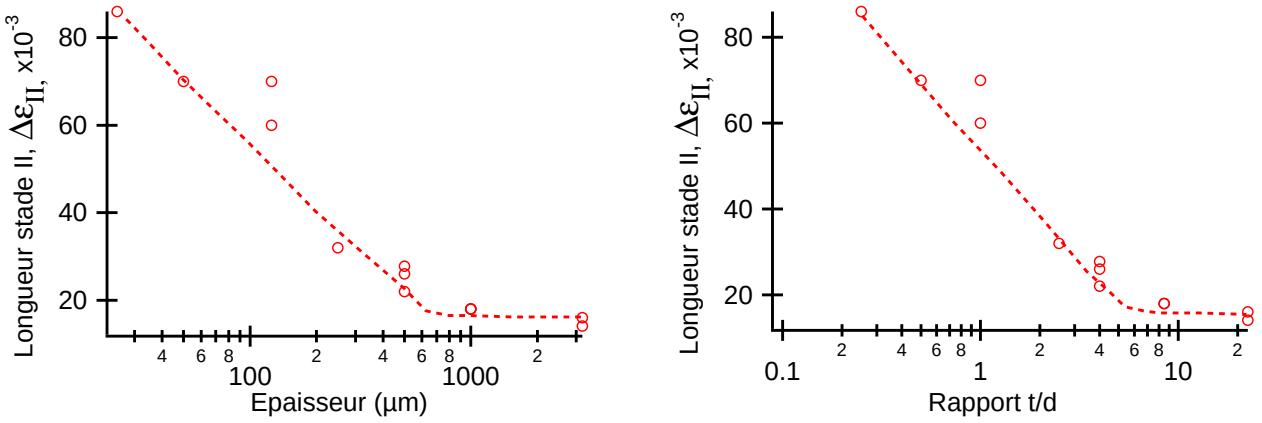


Figure 5.8 – Evolution de la contrainte seuil de passage au troisième stade d'écrouissage en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

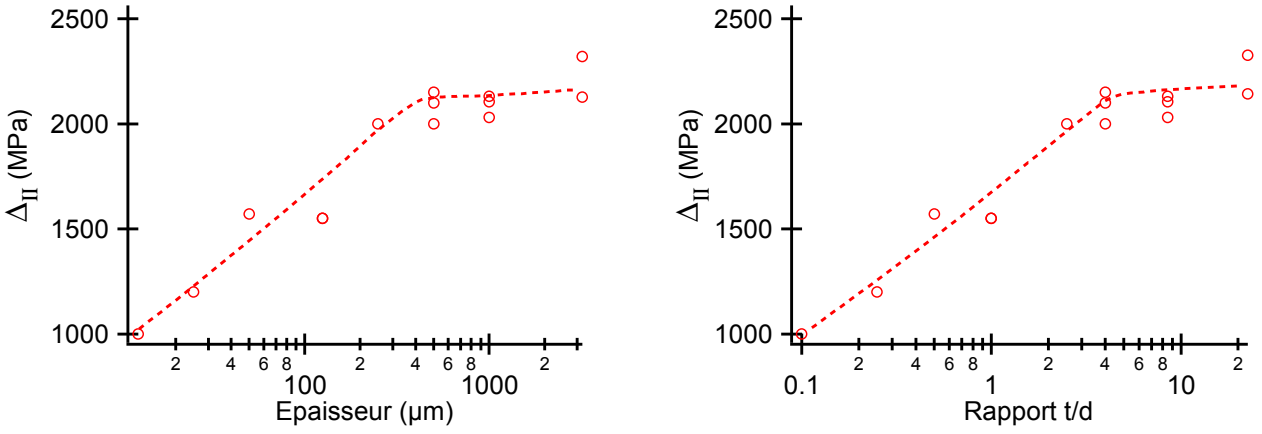
En rapportant $\sigma_{II/III}$ à la déformation correspondante, on peut obtenir la plage de déformation $\Delta\varepsilon_{II}$ pendant laquelle le stade II est activé. Les évolutions de ce paramètre avec l'épaisseur et le rapport t/d sont illustrées respectivement figure 5.9(a) et figure 5.9(b). Une diminution de l'épaisseur en dessous de 500 µm augmente la plage de déformation d'activation du stade II qui passe d'environ 0,018 en moyenne pour les échantillons épais à plus de 0,08 pour les échantillons les plus minces. Le stade II devient donc prépondérant avec une réduction de l'épaisseur.



(a) (b)

Figure 5.9 – Evolution de la longueur du stade II d'écrouissage en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

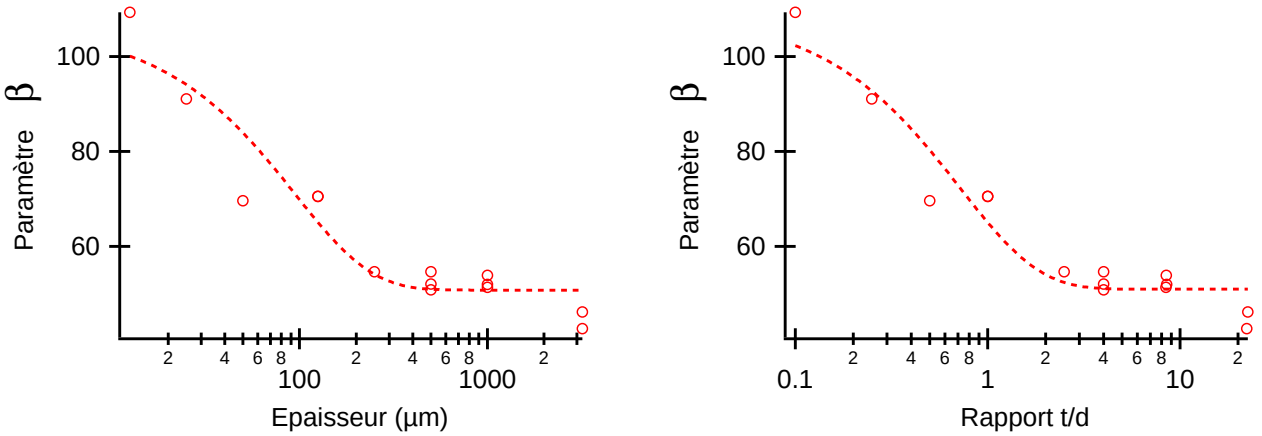
Comme démontré au cours du chapitre précédent, l'utilisation de l'équation 4.5 permet de décomposer le taux d'écrouissage macroscopique en stade II et d'étudier séparément l'écrouissage latent, Δ_{II}, et l'écrouissage dû à la contribution des joints de grains, $(\sigma\theta)_0$. Les figures 5.10(a) et 5.10(b) représentent respectivement l'évolution de Δ_{II} en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d. Avec une valeur moyenne d'environ 2300 MPa, Δ_{II} est peu dépendant de la valeur de l'épaisseur si celle-ci est supérieure à 500 µm, correspondant à 4 grains dans l'épaisseur. Si l'épaisseur est diminuée, le taux d'écrouissage latent décroît de manière monotone pour atteindre environ 1000 MPa pour les épaisseurs les plus faibles.



(a) (b)

Figure 5.10 – Evolution du taux d'écrouissage latent lors du stade II en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

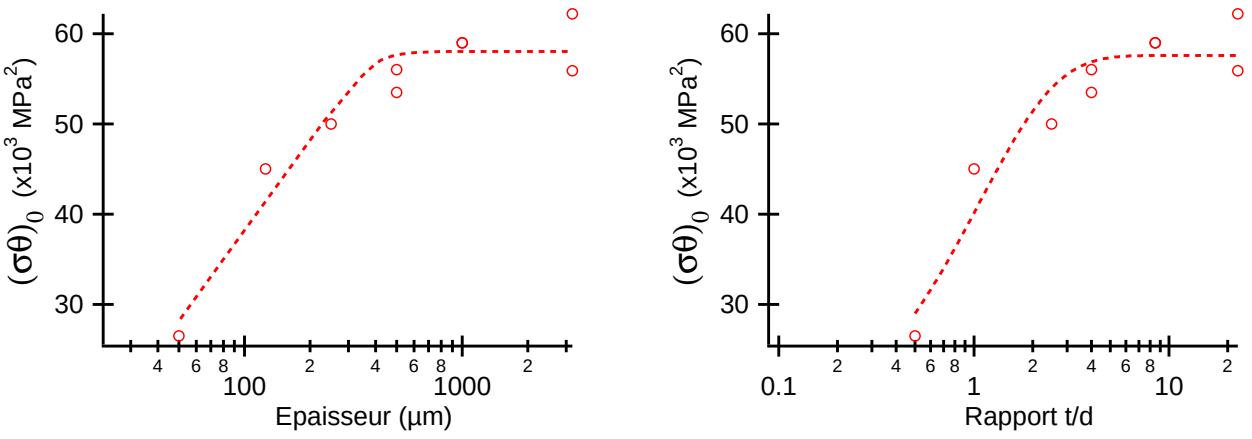
A partir de l'équation 4.6, des valeurs des coefficients α, μ et M utilisées dans le chapitre précédent ainsi que des valeurs trouvées pour Δ_{II}, on peut calculer la valeur du paramètre β en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d. Ces deux évolutions sont présentées respectivement figures 5.11(a) et 5.11(b). Une réduction des deux paramètres entraîne une augmentation notable du paramètre β. D'après la signification physique de ce dernier, cette évolution peut être due à une augmentation de Λ ou à une réduction de l ou les deux conjointement. La distance moyenne entre dislocations peut difficilement être diminuée avec une réduction du rapport t/d du fait de la réduction de la contrainte, cette dernière engendrant une réduction de la densité de dislocations. L'hypothèse d'une augmentation du libre parcours moyen est donc la plus probable. Une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur semble donc modifier les caractéristiques du glissement.



(a) (b)

Figure 5.11 – Evolution du paramètre β, rapport entre libre parcours moyen des dislocations et distance moyenne entre ces dernières, en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

Pour la deuxième contribution au taux d'écrouissage macroscopique, la figure 5.12 présente l'évolution de $(\sigma\theta)_0$ en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d. Les échantillons d'épaisseur 12,5 µm et 25 µm sont absents du fait de la difficulté de calcul de $(\sigma\theta)_0$ liée à la grande dispersion de la valeur de la contrainte. Cette dernière est similaire à celle observée pour Δ_{II}, avec une forte réduction si le rapport t/d devient inférieur à 4. En tenant compte des résultats obtenus figure 4.7 pour les échantillons de différentes tailles de grains, la valeur attendue pour des grains d'environ 100 µm est de 60000 MPa^2. Cette valeur est proche de celles obtenues expérimentalement pour les échantillons épais. Avec une réduction de l'épaisseur de 500 µm à 50 µm, la valeur de $(\sigma\theta)_0$ est diminuée de moitié malgré la taille de grains similaire. Des effets de surfaces semblent donc apparaître conformément aux travaux de Mecking [13].



(a) (b)

Figure 5.12 – Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ lors du stade II en fonction de l'épaisseur (a) et du rapport t/d (b).

Pour synthétiser les modifications des caractéristiques de l'écrouissage avec une réduction de l'épaisseur et du rapport t/d, le tableau 5.1 reporte les différentes valeurs des paramètres relatifs au stade II, $\sigma_{II/III}$, $\Delta\varepsilon_{II}$, Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ pour huit échantillons d'épaisseurs et rapports t/d différents.

épaisseur (µm)	t/d	$\sigma_{II/III}$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_{II}$	Δ_{II} (MPa)	$(\sigma\theta)_0$ (MPa^2)
12,5	0,14	-	-	1000	-
25	0,28	191	0,086	1200	-
50	0,56	160	0,07	1570	26500
125	1	140	0,06	1550	45000
250	3	110	0,032	2000	50000
500	4,5	110	0,027	2150	56000
1000	7,8	85	0,018	2100	59000
3200	26,9	80	0,0141	2300	59900

Tableau 5.1 – Caractéristiques du second stade d'écrouissage d'échantillons d'épaisseurs différentes, $\sigma_{II/III}$ représente le niveau de contrainte de fin de stade, $\Delta\varepsilon_{II}$ représente la plage de déformation d'activation du stade, Δ_{II} le taux d'écrouissage latent et $(\sigma\theta)_0$ représente l'ordonnée à l'origine des graphes $\sigma\theta = f(\sigma)$.

5.3 Synthèse

Avec une réduction de l'épaisseur des échantillons à taille de grains constante, plusieurs modifications du comportement mécaniques ont été obtenues :

- Le niveau de contrainte diminue par rapport aux échantillons les plus épais ;
- l'écrouissage est affecté avec une augmentation de la contrainte d'activation des mécanismes d'écrouissage relatifs au stade III ; de la longueur du stade II ainsi qu'une baisse de la contribution des joints de grains sur l'écrouissage ;
- les mécanismes de glissement microstructuraux semblent être modifiés.

Les modifications apparaissent si le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique proche de 4 indépendamment de la déformation. Par ailleurs, si le nombre de grains dans l'épaisseur devient inférieur à 1, le niveau de contrainte ne dépend plus du nombre de grains dans l'épaisseur.

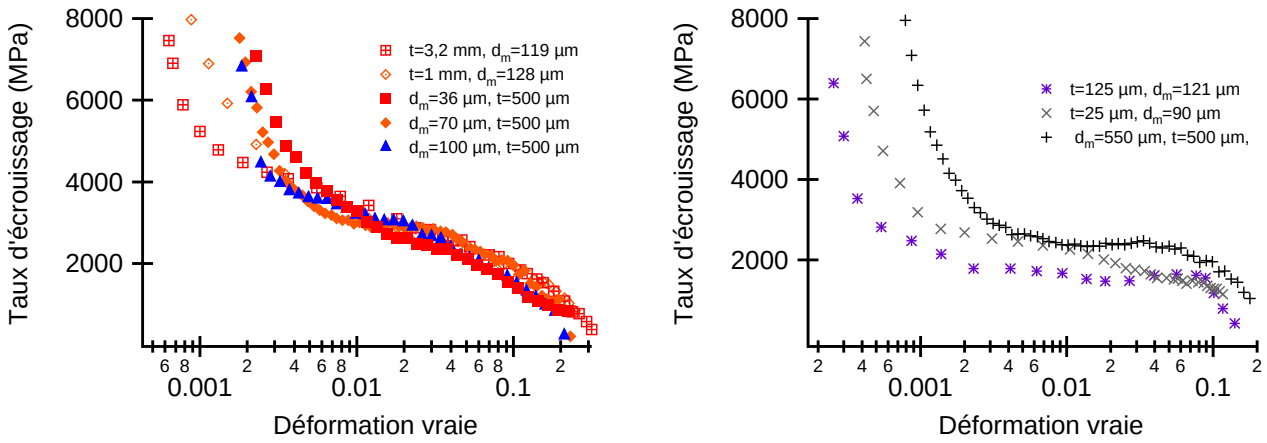
5.4 Synthèse de la première partie

5.4.1 Comparaison entre les deux types d'échantillons

L'étude du comportement mécanique du nickel en fonction de la taille de grains, de l'épaisseur et du rapport t/d pour les deux types d'échantillons montre de nombreuses similitudes.

La première concerne l'unicité du paramètre modifiant le comportement mécanique. Dans les deux cas, le rapport t/d est responsable de la modification du comportement et les effets portent sur la contrainte et sur les caractéristiques de l'écrouissage si le rapport t/d devient inférieur à une valeur critique située autour de 4. Pour une réduction du rapport t/d par augmentation de la taille de grains, cette valeur critique dépend de la déformation (figure 4.13) en accord avec les résultats de Tabata *et al.* [95]. Dans le cas inverse, la déformation ne semble pas modifier cette valeur dès lors que la limite d'élasticité a été atteinte.

La seconde similitude concerne l'écrouissage. Les figures 5.13(a) et 5.13(b) présentent la comparaison du taux d'écrouissage macroscopique en fonction de la déformation. Pour les échantillons de rapports t/d supérieurs à 5, figure 5.13(a), les valeurs prises par θ sont similaires indépendamment de la taille de grains et de l'épaisseur. Pour les échantillons de rapports t/d inférieurs à 1, figure 5.13(b), les échantillons de faibles épaisseurs et de tailles de grains 100 µm possèdent un taux d'écrouissage plus faible que l'échantillon d'épaisseur 500 µm et de taille de grains 500 µm a cause des différences de tailles de grains et d'épaisseurs utilisées.

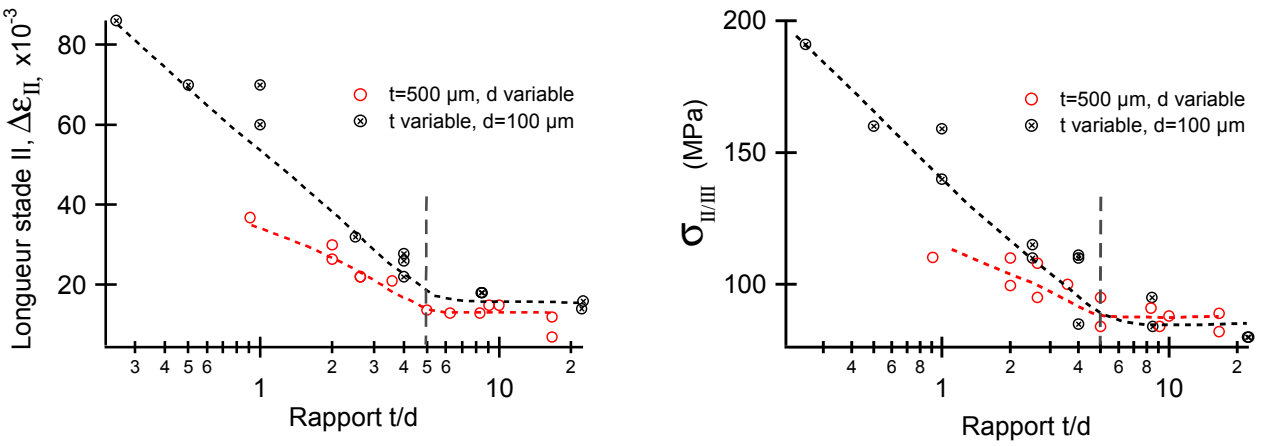


(a) rapports t/d supérieurs à 5

(b) rapports t/d inférieurs à 5

Figure 5.13 – Comparaison du taux d'écrouissage entre les deux types d'échantillons.

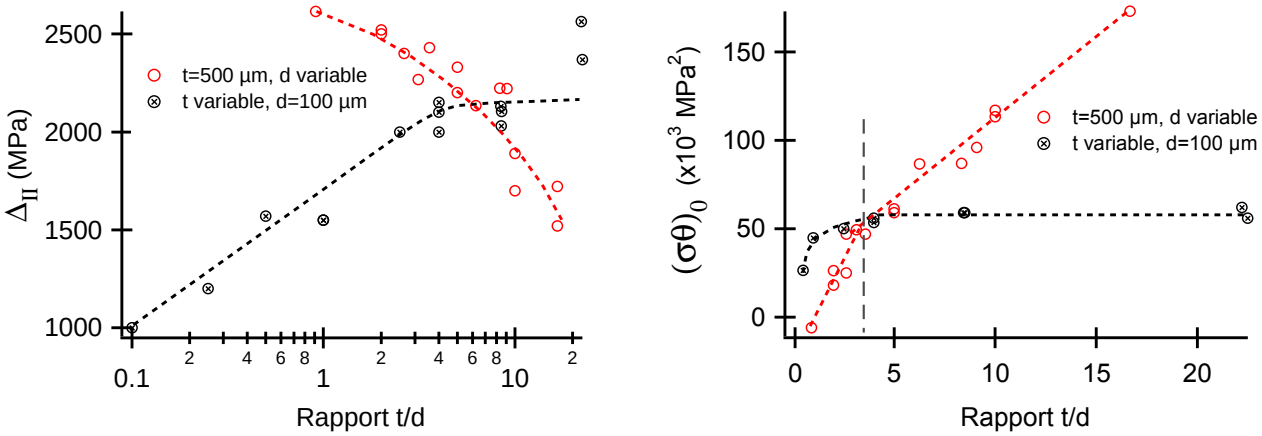
L'examen des deux figures précédentes montre par ailleurs que la longueur du stade II augmente dans les deux cas avec une réduction du rapport t/d. Cette évolution ainsi que celle de la contrainte seuil de passage en stade III sont présentées en fonction du rapport t/d figures 5.14(a) et 5.14(b) pour les deux types d'échantillons. Ces deux paramètres évoluent de manière similaire avec une réduction de t/d. Néanmoins, il semble que l'augmentation soit plus importante dans le cas d'une réduction de l'épaisseur. Pour t/d=1, les échantillons les plus minces présentent une valeur de $\Delta\varepsilon_{II}$ et $\sigma_{II/III}$ plus importante. En considérant que ces paramètres sont peu dépendants de la taille de grains [10], l'épaisseur semble donc aussi jouer un rôle sur le comportement mécanique.



(a) (b)

Figure 5.14 – Comparaison du paramètre $\Delta\varepsilon_{II}$ (a) et $\sigma_{II/III}$ (b) suivant la stratégie d'obtention du rapport t/d.

L'évolution du taux d'écrouissage latent Δ_{II} est différente suivant les échantillons utilisés. Pour les échantillons d'épaisseur 500 µm et de tailles de grains variables, une réduction du rapport t/d engendre une augmentation de Δ_{II} alors que dans le second cas, une réduction du rapport t/d engendre une décroissance de Δ_{II} (figure 5.15(a)). Comme précédemment reporté, la valeur de Δ_{II} dépend de la taille de grains. La différence entre les deux évolutions pourrait s'expliquer par une compétition entre la réduction de Δ_{II} avec une réduction de t/d et une augmentation avec la croissance de la taille de grains dans le cas des échantillons d'épaisseur 500 µm.



(a) (b)

Figure 5.15 – Comparaison du paramètre Δ_{II} (a) et $(\sigma\theta)_0$ (b) suivant la stratégie d'obtention du rapport t/d.

La contribution des joints de grains à l'écrouissage est affectée de la même manière par le rapport t/d, dès lors que ce dernier est inférieur à 4 indépendamment de l'épaisseur et de la taille de grains. Pour les deux types d'échantillons, la valeur de $(\sigma\theta)_0$ est réduite par rapport à la valeur attendue pour une taille de grains donnée si t/d < 4. Néanmoins, dans le cas des échantillons d'épaisseur 500 µm et de rapport t/d égal à 1, la valeur de $(\sigma\theta)_0$ est négative contrairement aux autres types d'échantillons de même rapport t/d. Cette différence peut s'expliquer par l'écart de taille de grains moyenne entre les deux échantillons, le premier ayant une taille de grains de 500 µm et le deuxième de 100 µm. La contribution des joints de grains à la valeur de $(\sigma\theta)_0$ étant assez faible dans le cas du premier échantillon, les effets de surface peuvent donc devenir prépondérants et rendre négative la valeur de $(\sigma\theta)_0$. Pour les autres échantillons, l'adoucissement dû aux surfaces libres reste inférieur au durcissement dû à la taille de grains plus faible, $(\sigma\theta)_0$ reste ainsi positif.

5.4.2 Suite des travaux

Les résultats expérimentaux décrits dans les deux chapitres relatifs au comportement mécanique sont essentiellement macroscopiques, ces derniers provenant d'essais de traction. Néanmoins, l'utilisation de différentes lois de comportement ainsi que de la partition des contraintes pour les échantillons d'épaisseur 500 µm ont permis de préciser certaines hypothèses de modifications microstructurales avec une réduction du rapport t/d :

- une modification du rôle joué par les joints de grains et par les structures denses de dislocations à travers la modification de la contrainte interne à longue distance ;
- l'apparition d'effets de surface diminuant la valeur du paramètre $(\sigma\theta)_0$ pour les deux types d'échantillons ;
- l'augmentation du libre parcours moyen des dislocations dans le cas d'échantillons de faible épaisseur ;
- une évolution des mécanismes de glissement à travers la modification des stades d'écrouissage.

Une analyse en microscopie électronique en transmission des structures de dislocations pour les différents matériaux s'avère donc nécessaire pour valider ces différentes hypothèses et expliquer en détails les mécanismes de modification du comportement mécanique avec une réduction du rapport t/d.

Troisième partie

Microscopie électronique et analyse des résultats

Chapitre 6

Etude des structures de dislocations en microscopie électronique en transmission

Dans ce chapitre, la structure de dislocations présente au sein des grains est étudiée séparément pour les deux types d'échantillons en fonction du rapport t/d et de la déformation. L'objectif est de mettre en lumière certains mécanismes microstructuraux capables de rendre compte des modifications des propriétés mécaniques observées au cours des deux chapitres précédents avec une réduction du rapport t/d.

6.1 Echantillons d'épaisseur 500 µm

Pour ce premier type d'échantillons, l'étude des structures de dislocations a été entreprise pour trois rapports t/d distincts : un premier correspondant au caractère polycristallin et deux autres correspondant à des rapports t/d inférieurs à la première valeur critique de 4.

6.1.1 Méthodologie

Echantillons analysés

Les lames minces pour l'observation par Microscopie Electronique en Transmission (MET) ont été prélevées à partir d'échantillons de rapports t/d=14 ; 2,5 et 1. Ces rapports t/d correspondent respectivement à des valeurs de tailles de grains de l'ordre de 40 µm, 200 µm et 500 µm. Préalablement au prélèvement, les échantillons ont été déformés en traction simple à différents niveaux de déformation : 0,025 ; 0,05 (seulement pour t/d=1) ; 0,1 et rupture afin de comparer les structures de dislocations entre elles. Ces niveaux de déformation ont été choisis à partir des caractéristiques de l'écrouissage obtenues au chapitre 4. La première déformation correspond à la fin du stade II pour les échantillons de faibles rapports t/d, la seconde au stade III et le dernier à la rupture.

Dans le but de pouvoir vérifier l'hypothèse de l'apparition d'effets de surface, les lames minces ont été prélevées à partir de deux zones différentes appartenant aux échantillons. La première zone étudiée se situe au cœur des échantillons, c'est à dire à environ 200 µm des surfaces libres. Pour cela, les lames minces ont été préparées selon la technique détaillée en annexe (paragraphe A.1.2) en effectuant un amincissement mécanique perpendiculairement aux deux surfaces libres. La deuxième zone observée se situe environ à 50 µm sous la surface libre et a été obtenue en n'amincissant mécaniquement les échantillons que d'un coté. Les zones de prélèvement des lames minces ainsi que les microstructures des échantillons analysés sont illustrées figure 6.1.

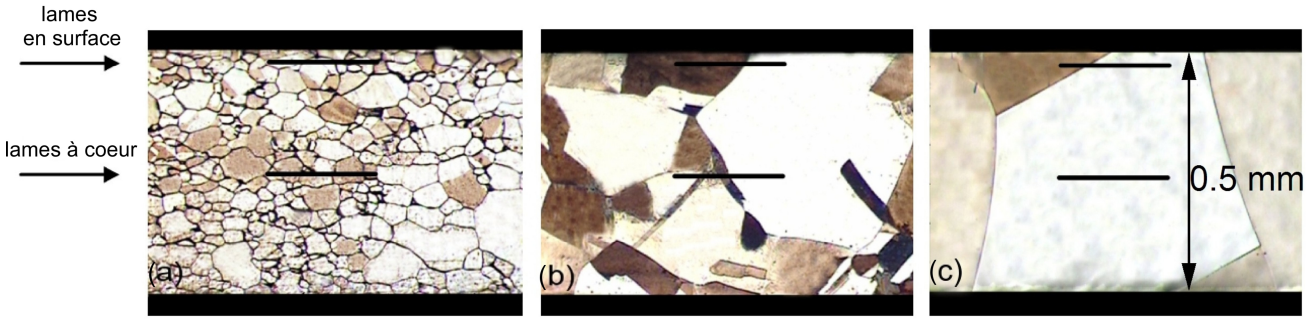


Figure 6.1 – Illustration de la localisation des zones observées en microscopie électronique en transmission ; (a) échantillon t/d=14 ; (b) échantillon t/d=2,5 et (c) échantillon t/d=1.

Le choix de la distance par rapport à la surface libre des lames « surfaciques » a été fait en prenant en compte trois facteurs : la zone observée doit appartenir aux grains surfaciques, doit être comparable aux observations de Fourie effectuées sur des monocristaux de cuivre sous la surface libre [44] et être facile à obtenir.

Quantification des structures de dislocations

Pour les matériaux c.f.c. possédant une haute énergie de faute d'empilement, les structures de dislocations évoluent classiquement avec la déformation depuis la formation d'amas et de murs pour les faibles niveaux de cette dernière, jusqu'à la formation de cellules lorsque la déformation augmente suffisamment (supérieures à quelques pourcents). Les hétérogénéités de contraintes et de déformation entre grains au sein du polycristal, inhérentes au comportement mécanique de ces derniers, obligent à multiplier les observations afin de pouvoir quantifier de manière représentative les caractéristiques des structures de dislocations (épaisseur de murs, diamètre de cellules...). Parmi les auteurs s'étant intéressés aux différences de structures de dislocations entre les grains à cœur et en surface, les conclusions sont généralement tirées à partir d'observations effectuées sur une population de grains très restreinte sans aucune information concernant l'orientation cristallographique des grains observés [34, 57]. Les conclusions données par ces auteurs sont donc critiquables étant donné l'aspect dispersif des mesures microstructurales. Pour essayer d'obtenir des mesures microstructurales représentatives du matériau, une population d'au moins 13 grains possédant entre 50 et 216 cellules de dislocations a été étudiée pour chaque état (couple déformation + localisation). Le détail du nombre de grains et du nombre de cellules analysés pour chaque échantillon est donné au niveau du tableau 6.1.

		nombre de grains analysés		nombre de cellules analysées	
rapport t/d	déformation	cœur	surface	cœur	surface
t/d=1	0,025	20	20	107	149
	0,05	17	15	207	136
	0,1	17	13	167	98
	0,21	15	14	151	94
t/d=2,5	0,025	14	15	100	126
	0,1	16	15	213	173
	0,24	13	15	116	160
t/d=14	0,03	15	17	109	111
	0,1	14	14	57	50
	0,26	15	17	103	113

Tableau 6.1 – Détails des populations de grains et cellules observées pour chaque état.

La structure de dislocations, notamment les cellules, est fortement influencée par l'orientation des grains par rapport à la direction de sollicitation comme l'ont montré plusieurs auteurs [96–98]. Pour les matériaux possédant une forte énergie de faute d'empilement, trois types de cellules ont été reportés selon l'orientation cristallographique des grains. Les figures 6.2(a) et 6.2(b) montrent schématiquement les trois types de cellules ainsi que leur dépendance à l'orientation cristallographique des grains par rapport à la direction de sollicitation.

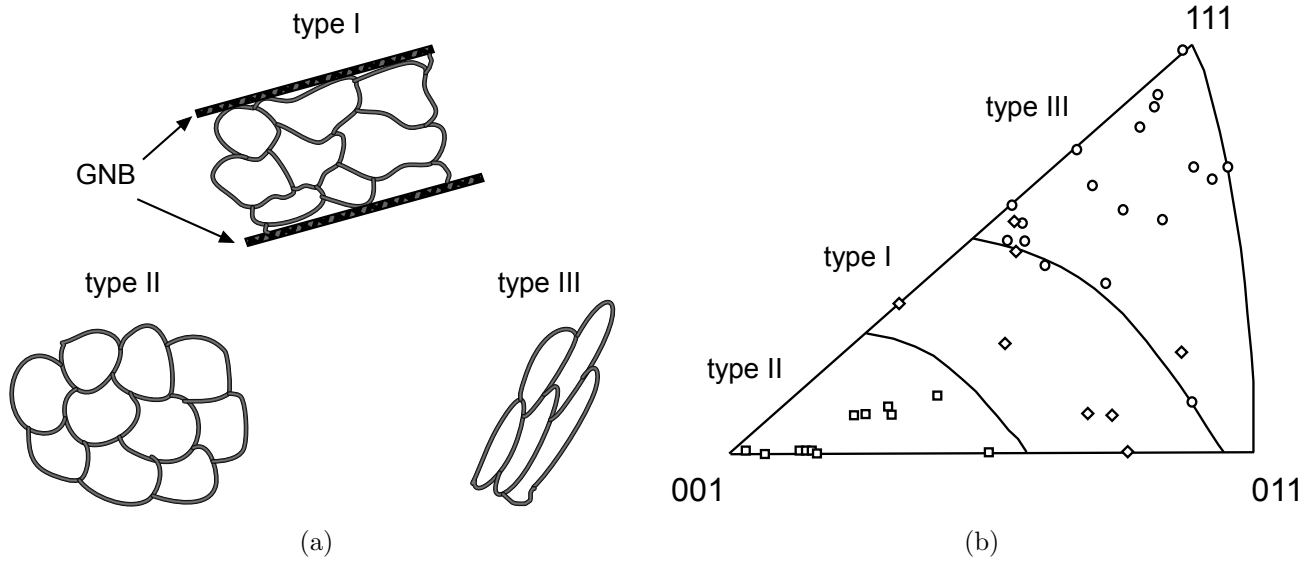


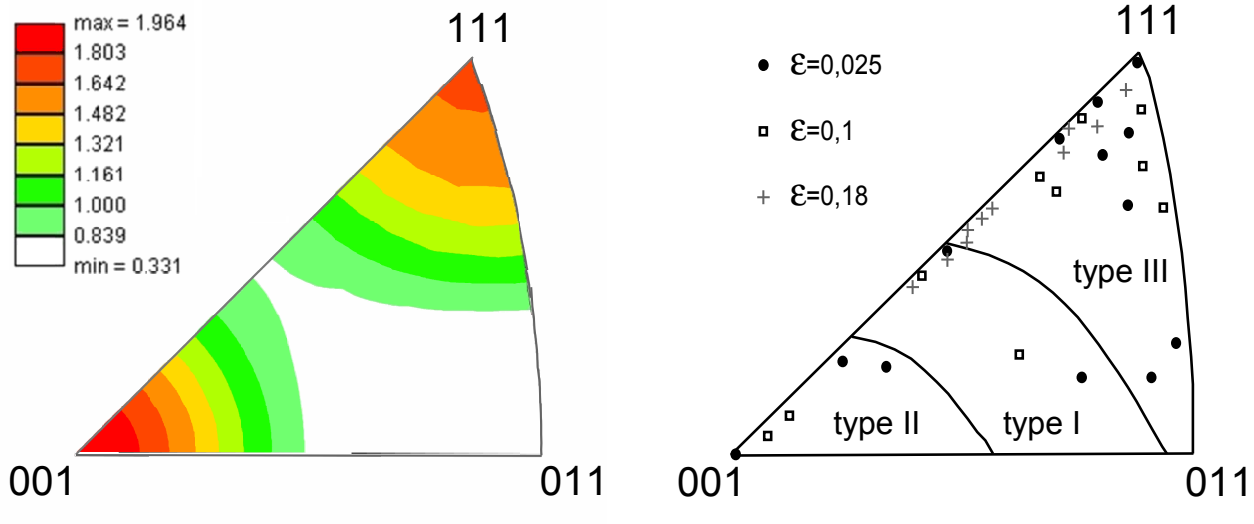
Figure 6.2 – Illustration des types de cellules selon l'orientation des grains : (a) types de cellules et (b) dépendance à l'orientation des grains [96].

Les cellules de type I sont généralement allongées et divisées en blocs séparés par des sous-joints d'accommodation géométrique (Geometrically Necessary Boundaries). Ces sous-joints sont dus à la présence de différentes orientations cristallines au sein d'un même grain de part et d'autre du sous-joint. Les cellules de type II sont équiaxes et se développent au sein de grains dont l'orientation est proche de $< 001 >$. Les joints pour ce type de cellules sont qualifiés d'ordinaires et présentent une désorientation inférieure à 5° de part et d'autre de son plan. La formation de ce type de cellules est corrélée au nombre important de systèmes de glissement activés pour ce type d'orientation. Les cellules de type III, observées pour des grains dont l'orientation est proche de $< 111 >$ sont proches des cellules de type I sans toutefois présenter systématiquement des sous-joints d'accommodation géométrique.

La présence de ce type de cellules semble dépendre par ailleurs de la taille de grains. Pour des échantillons de nickel, il a été reporté qu'une taille de grains de 18 µm favorise l'apparition de cellules de type II indépendamment de l'orientation des grains alors que pour une taille de grains de 168 µm, les trois types de cellules apparaissent selon les orientations cristallographiques présentées ci-dessus. Le niveau de contrainte interne intragranulaire engendré par la présence des cellules de dislocations varie en fonction du type de ces dernières avec une valeur maximale pour les cellules de type III et minimal pour les cellules de type I [96].

Afin de quantifier correctement les différentes structures de dislocations et notamment les cellules et de les comparer entre échantillons, il est important d'étudier l'orientation des grains par rapport à la direction de la sollicitation mécanique ainsi que le type de cellules développé. La figure 6.3(a) présente l'orientation moyenne des grains obtenue par EBSD pour un échantillon de taille de grains 500 µm non déformé par rapport à la direction de sollicitation. On observe la présence de deux pôles prédominants autour des directions $< 111 >$ et $< 001 >$. La figure 6.3(b) présente les

orientations par rapport à la direction de traction des grains observés en microscopie électronique à transmission pour le même échantillon déformé. Les orientations des grains analysés en MET sont bien représentatives de l'orientation moyenne des grains, où l'on retrouve les deux orientations préférentielles précédentes. Par ailleurs le type de cellules développé suivant les orientations des grains est conforme aux travaux de Feaugas *et al.* [96] avec une prédominance de cellules de type II et III correspondant aux deux pôles $< 111 >$ et $< 001 >$.



(a) (b)

Figure 6.3 – (a) Orientation moyenne des grains par rapport à la direction de traction des échantillons d'épaisseur 500 µm et de taille de grains 500 µm et (b) orientation des grains analysés par MET pour le même échantillon déformé à plusieurs niveaux.

Suivant la position de l'observation dans le grain analysé, la structure de dislocations peut être modifiée du fait des incompatibilités de déformation au niveau des joints de grains [99]. Afin de pouvoir s'affranchir de l'influence de ces derniers sur les cellules de dislocations, ces dernières ont été observées au niveau du cœur du grain.

6.1.2 Structures de dislocations à cœur

Les différents échantillons analysés présentent à cœur des dislocations arrangées en cellules indépendamment du rapport t/d et du niveau de déformation. Cette structure de dislocations est illustrée pour l'échantillon possédant 14 grains dans l'épaisseur figures 6.4(a), 6.4(b) et 6.4(c). On observe une réduction de diamètre de ces dernières avec une augmentation de la déformation conformément aux nombreuses études portées sur le sujet [99–103]. Cette réduction se retrouve pour les deux autres échantillons figures 6.4(d à h). Le type de cellules pour chaque cliché est indiqué au niveau de la légende.

Pour chaque échantillon et chaque niveau de déformation, la taille de cellules moyenne a été calculée par un procédé d'analyse d'images prises lors des observations MET. Le nombre de cellules utilisées pour le calcul est indiqué au niveau du tableau 6.1. Pour chaque échantillon, une valeur moyenne de taille de cellule (ϕ_m) a été déterminée à partir des différents grains analysés. On peut ainsi définir $Pd\lambda$ la densité de probabilité de trouver une cellule dans l'échantillon dont la taille est comprise entre λ et $\lambda + d\lambda$. Dans le cas d'une distribution discrète de taille, la distribution de probabilité de trouver n_i cellules de taille comprise entre λ_i et $\lambda_i + d\lambda_i$, sur une population de N cellules pour un échantillon, est donnée par : $P_i/\Delta\lambda$ avec $P_i = n_i/N$ où $\Delta\lambda$ est le pas de la discrétisation des longueurs, fixée ici à $\phi_m/3$ avec ϕ_m la moyenne arithmétique [104].

Dès lors la valeur moyenne de la distribution, $\bar{\phi}$, s'écrit de la manière suivante :

$$\bar{\phi} = \Delta\lambda \sum_{i=1}^{n} (i + \frac{1}{2}) P_i \tag{6.1}$$

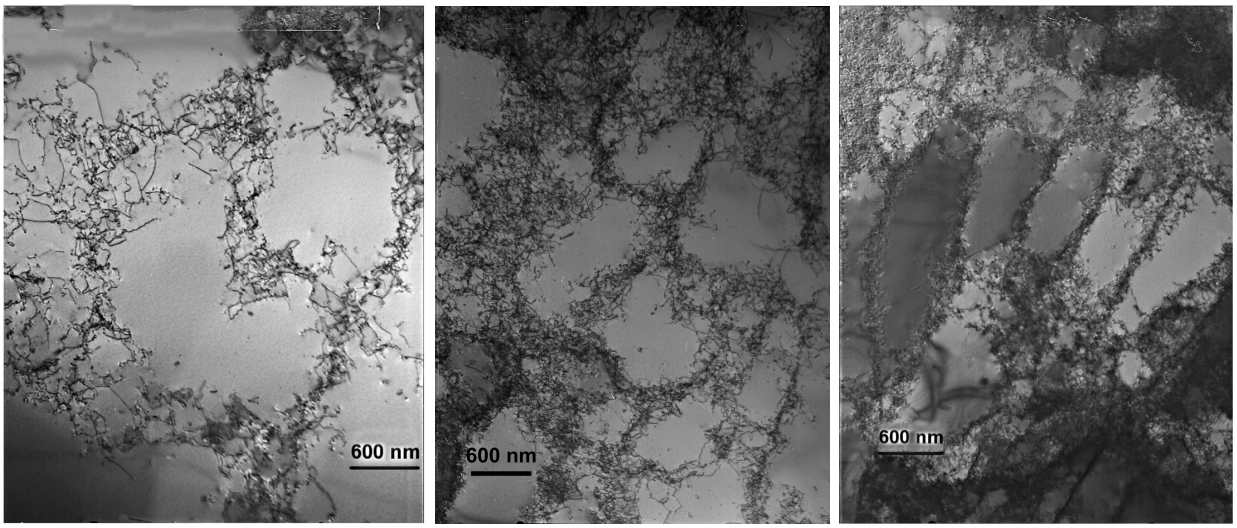
où n représente le nombre de classes $\lambda_i + d\lambda_i$ contenant au moins une cellule. Dans le cas des cellules de dislocations, la densité de probabilité discrète s'exprime comme suit : $f_i = \bar{\phi} P_i$. Ces dernières peuvent être correctement modélisées par une distribution continue de type Γ :

$$f(x) = \frac{1}{\Gamma(\alpha+1)\beta^{\alpha+1}} x^{\alpha} \exp \frac{-x}{\beta} \tag{6.2}$$

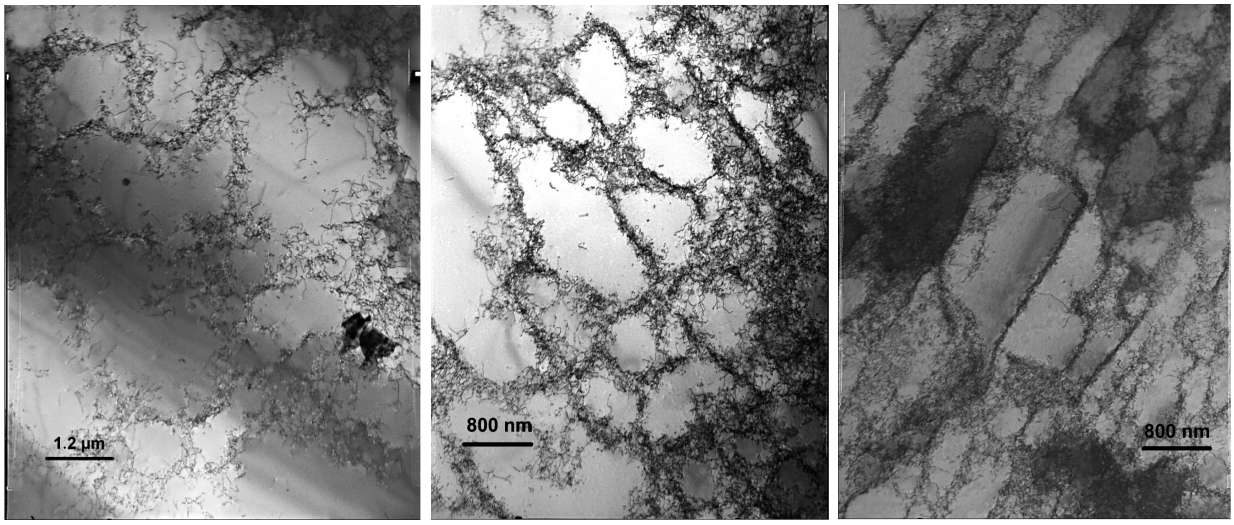
avec $x = \dfrac{\phi}{\bar{\phi}}$ et Γ défini par l'intégrale d'Euler :

$$\Gamma(x) = \int_0^{\infty} u^{x-1} e^{-x/\beta} du \tag{6.3}$$

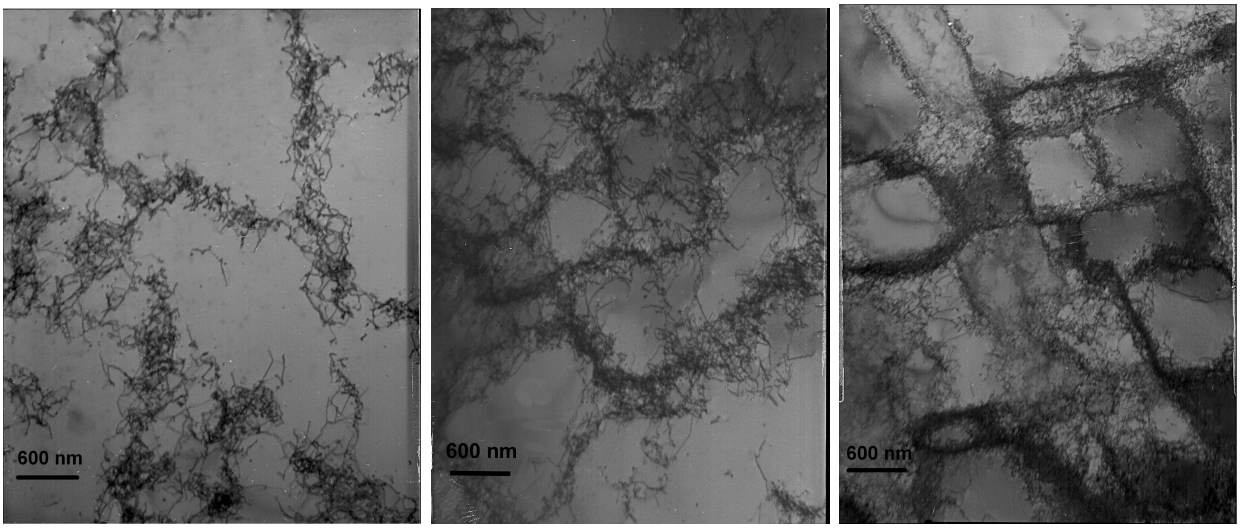
La valeur moyenne de x est donnée par $\bar{x} = \beta(\alpha + 1)$ et la variance σ^2 est donnée par $\sigma^2 = \beta^2(\alpha + 1)$. Dans le cas présent, $\bar{x}$ est égal à 1 par définition et par conséquent β devient égal à $\frac{1}{\alpha+1}$. La fonction de distribution est donc définie par la valeur moyenne de la taille de cellules $\bar{\phi}$ et sa variance σ^2 avec un paramètre ajustable α.



(a) t/d=14 ; $\varepsilon = 0,03$, type II (b) t/d=14 ; $\varepsilon = 0,1$, type II (c) t/d=14 ; $\varepsilon = 0,26$, type II



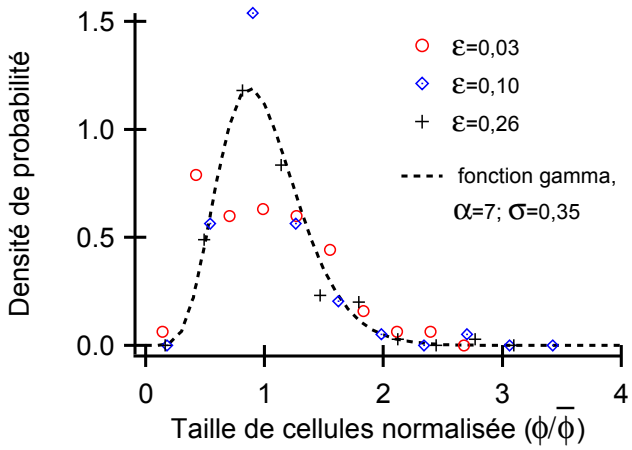
(d) t/d=2,5 ; $\varepsilon = 0,025$, type II (e) t/d=2,5 ; $\varepsilon = 0,1$, type II (f) t/d=2,5 ; $\varepsilon = 0,23$, type III



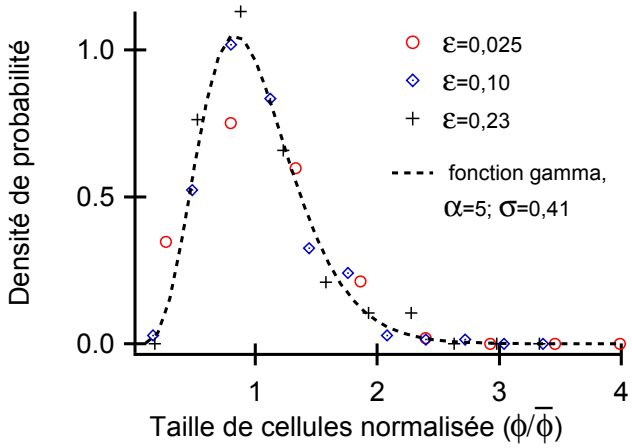
(g) t/d=1 ; $\varepsilon = 0,025$, type II (h) t/d=1 ; $\varepsilon = 0,1$, type II (i) t/d=1 ; $\varepsilon = 0,19$, type I

Figure 6.4 – Structures de dislocations à cœur pour différents échantillons d'épaisseur 500 µm et de rapports t/d différents.

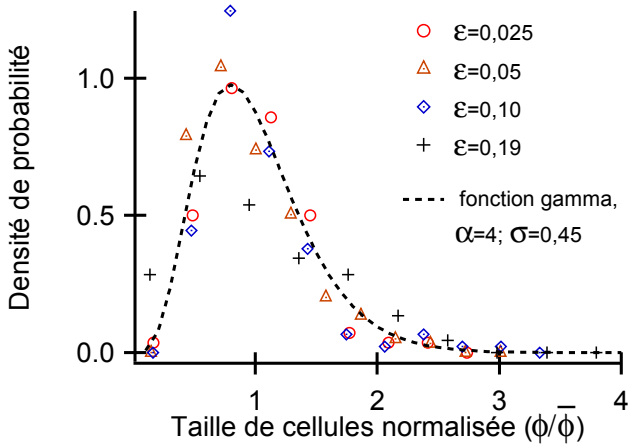
La figure 6.5 représente les densités de probabilités relatives aux tailles de cellules à cœur pour les trois niveaux de déformation et pour les trois rapports t/d différents : 14 ; 2,5 et 1.



(a) t/d=14



(b) t/d=2,5



(c) t/d=1

Figure 6.5 – Répartition statistique des diamètres de cellules pour différents niveaux de déformation et rapports t/d.

On observe que, pour chaque échantillon, la densité de probabilité des tailles de cellules est correctement modélisée par la loi Γ, indépendamment du niveau de déformation, en accord avec d'autres travaux [96]. Néanmoins, on observe dans le cas des échantillons possédant les tailles de grains les plus importantes une variance des distributions plus importante. Dans le cas des échantillons de tailles de grains 40 µm, la variance est en accord avec la valeur moyenne de cette dernière reportée par d'autres auteurs [96] pour des échantillons de nickel ($\sigma = 0,27$). L'augmentation de la variance avec la réduction du rapport t/d traduit une plus forte hétérogénéité des répartitions des contraintes et déformations pour les échantillons possédant peu de grains dans l'épaisseur. Ce résultat confirme le caractère de plus en plus dispersif du comportement mécanique de ce type d'échantillon, déjà mis en évidence par plusieurs auteurs [81, 82].

La taille moyenne de cellules est représentée figure 6.6 en fonction de la déformation pour les trois échantillons. L'échantillon de taille de grains 40 µm possède le diamètre moyen le plus faible alors que les deux autres échantillons possèdent un diamètre moyen similaire. L'ordre de grandeur des diamètres de cellules est en bon accord avec ceux reportés par d'autres auteurs pour du nickel [96, 100]. Par ailleurs, l'examen des tailles de cellules pour l'échantillon d_m=500 µm déformé à 0,05 et 0,1 montre que pour ces niveaux de déformation, l'augmentation de la contrainte d'écoulement s'effectue par une augmentation de la fraction numérique de grains présentant des structures cellulaires de dislocations. Ce résultat est conforme aux travaux de Feaugas [15] sur l'acier austénitique 316 L où il a été reporté une augmentation de 50 à 90% de la fraction numérique de grains déformés en cellules avec une augmentation de 0,05 à 0,1 de la déformation.

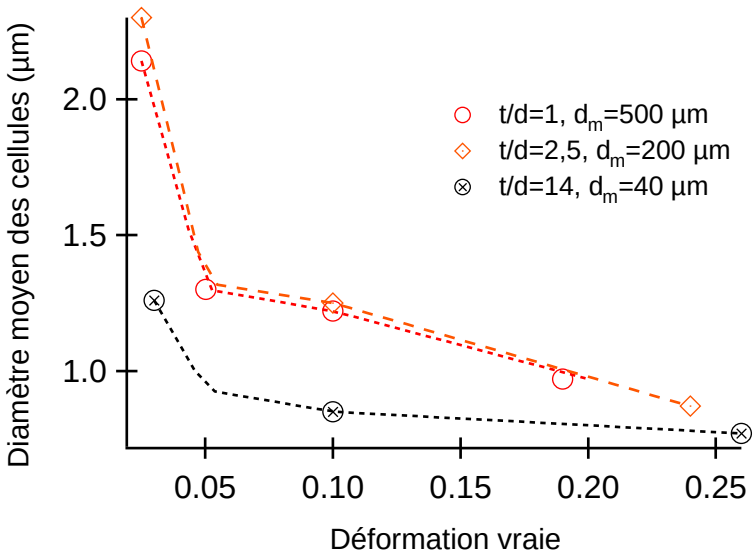


Figure 6.6 – Evolution de la taille moyenne des cellules de dislocations pour trois échantillons d'épaisseur 500 µm et de rapports t/d différents.

La taille de grains semble donc influencer la taille des cellules comme l'ont déjà reporté plusieurs auteurs [100–102] pour différents matériaux. Dans le cas de l'aluminium et du nickel [100, 101], pour des éprouvettes de géométrie cylindrique, la différence de taille de cellules est fortement dispersive et l'absence de barres d'erreur ne permet pas de dégager un effet clair de la taille de grains. Pour le cuivre [102], les résultats sont difficilement comparable, les tailles de cellules moyennes ayant été calculées à partir de cellules majoritairement de type III engendrées par l'activation d'un ou deux systèmes de glissement, contrairement aux échantillons étudiés ici. Par ailleurs, d'autres mesures effectuées sur du cuivre (géométrie cylindrique) à partir de cellules de type II et III [99], laissent apparaître une insensibilité de la taille de cellules à la taille de grains pour des valeurs de cette dernière comprises entre 8 et 60 µm. Les différences de texture entre nos échantillons et

ceux étudiés par ces précédents auteurs (due à la différence de géométrie) ainsi que les observations contradictoires de Rao et Hansen permettent d'effectuer l'hypothèse d'une modification de la taille moyenne de cellules entre échantillons liée à la réduction du rapport t/d plus qu'à une modification de la taille de grains.

Cependant, même en considérant cette hypothèse de modification de la structure de dislocations par une évolution du rapport t/d, la forte dispersion des tailles de cellules au sein d'un grain et entre grains entraîne un rapport écart-type sur taille de cellules d'environ 50% pour chaque point expérimental. Les différences de tailles de cellules observées entre échantillons sont ainsi généralement inférieures à l'erreur absolue pour chaque mesure. Il est donc difficile de tirer des conclusions en toute certitude sur un effet du rapport t/d sur la taille de cellules. Un outil statistique capable de statuer sur la signification physique de ces différences de tailles de cellules moyennes entre échantillons est donc nécessaire.

Pour résoudre ces problèmes liés à la comparaison des différentes valeurs de diamètres moyens de cellules il est possible d'utiliser différents tests statistiques. Ces tests ont pour but de vérifier l'hypothèse d'une différence de moyennes entre deux populations de diamètres de cellules, différenciées par la modification d'un paramètre caractéristique de la population (rapport t/d, déformation, localisation de l'observation...). Le résultat du test est donné avec un degré de signification physique compris entre 0 et 100%. Plus ce degré sera important, plus le résultat du test sera fiable et la différence de moyenne aura de chance de provenir d'un modification du comportement. La plupart des tests statistiques nécessitent la vérification de certaines hypothèses concernant la distribution des populations telles que la normalité, l'égalité des variances entre populations ou l'égalité du nombre de mesures à l'intérieur de chaque population. Pour cette étude, les caractéristiques des populations étudiées permettent d'utiliser deux tests : le test de Student encore appelé T-test et le test de Wilcoxon-Mann-Withney (MWW) [105, 106]. Ce type de technique statistique a été utilisé par d'autres auteurs pour conclure sur la différence de valeurs de dureté, fortement dispersives, obtenues en nano indentation pour différents échantillons [78]. Les tests statistiques ont été effectués à l'aide des procédures automatiques du logiciel Igor© et les détails mathématiques des deux tests sont donnés en annexe A.2.4.

Concernant la comparaison des diamètres moyens illustrés figure 6.6, les différences entre les deux échantillons de rapport t/d 1 et 2,5 sont données avec un indice de confiance de 80%, c'est à dire qu'il y a 20% de chance que les différences observées ne soient pas représentative d'une modification du comportement entre les deux échantillons. Cet indice de confiance ne permet pas d'avancer, en toute certitude, que les deux diamètres moyens sont différents. Entre ces échantillons et celui de rapport t/d égal à 14, les différences de diamètre moyen sont données avec un indice de confiance de 99,9%. On peut donc considérer dans ce dernier cas que la différence observée est imputable au rapport t/d, conclusion qu'il n'était pas possible d'énoncer sans l'usage des deux tests statistiques.

6.1.3 Structures de dislocations en surface

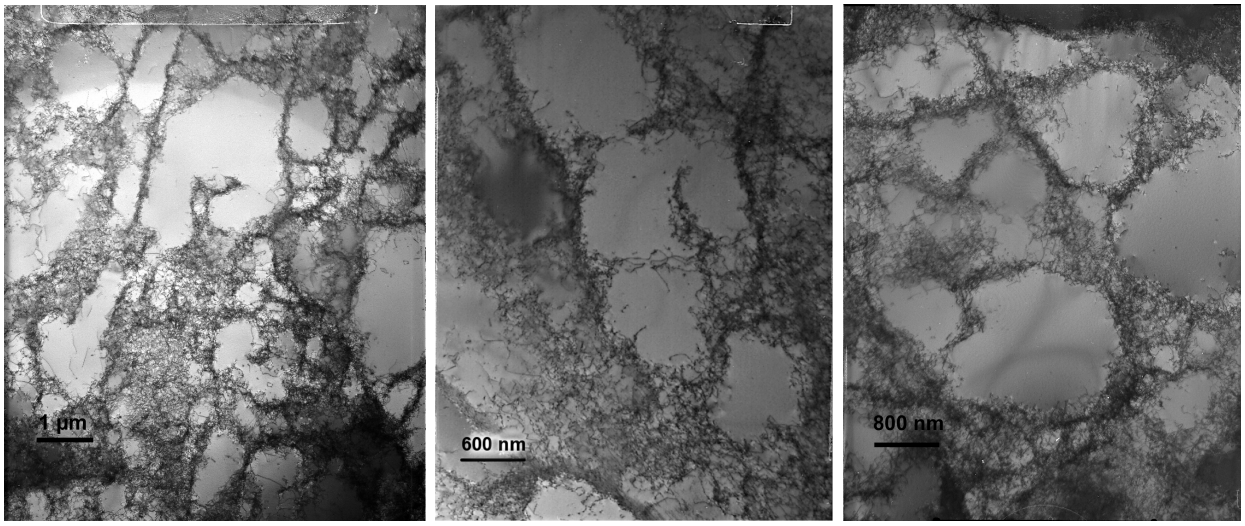
Afin d'étudier la présence d'effets de surface, hypothèse faite lors de l'étude du comportement mécanique, des lames minces prélevées 50 µm sous la surface libre ont été analysées dans le but de comparer les résultats avec les lames prises à cœur pour un échantillon donné. L'analyse a été effectuée sur des zones éloignées des joints de grains.

Les structures de dislocations à cœur et en surface pour les trois échantillons de rapports t/d différents déformés pour $\varepsilon = 0,1$ sont représentées figures 6.7. L'examen seul des structures des dislocations entre les deux régions pour un même échantillon ne permet pas de caractériser de différences notoires de comportement entre les deux zones contrairement au cas monocristallin où l'adoucissement surfacique est beaucoup plus marqué [44]. Pour les trois échantillons, indépendamment du niveau de déformation, les grains sont déformés avec la présence de cellules que ces derniers se situent proche de la surface libre ou non. La répartition statistique des tailles de cellules est toujours correctement modélisée par la loi de type Γ avec des valeurs de variances semblables à celles des zones à cœur comme en témoigne la figure 6.8.

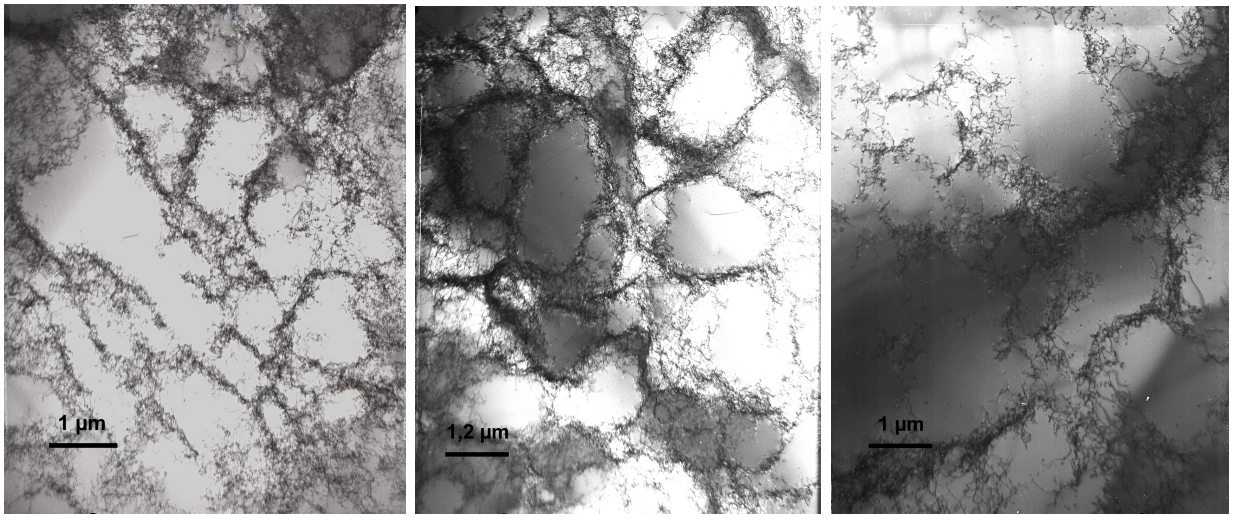
Néanmoins, si on calcule le diamètre moyen des cellules, comme dans le cas des grains à cœur et en utilisant les deux tests statistiques pour s'affranchir de la dispersion expérimentale, des différences apparaissent entre les deux régions analysées. Ces différences sont reportées tableau 6.2 avec les valeurs des diamètres de cellules à cœur et en surface accompagnées de leurs écart-types respectifs ainsi que le type de test statistique effectué (T pour le test de Student et MWW pour le test de Wilcoxon-Mann-Withney) et l'indice de confiance (IC) du test de différence des valeurs moyennes.

		diamètre moyen des cellules		écart-type		test statistiques	
rapport t/d	ε	cœur (µm)	surface (µm)	cœur (µm)	surface(µm)	test	IC
t/d=1	0,025	2,14	1,62	0,8	0,7	T	99,9%
	0,05	1,3	1,37	0,6	0,6	MWW	86%
	0,1	1,23	1,26	0,53	0,48	MWW	50%
	0,21	0,97	1,06	0,43	0,38	MWW	95%
t/d=2,5	0,025	2,3	6,5	0,74	2,7	MWW	99,9%
	0,1	1,25	1,58	0,25	0,45	MWW	99%
	0,24	0,86	0,97	0,32	0,34	MWW	95%
t/d=14	0,03	1,25	1,37	0,55	0,45	MWW	95%
	0,1	0,85	0,94	0,32	0,32	MWW	95 %
	0,26	0,77	0,8	0,3	0,24	MWW	80%

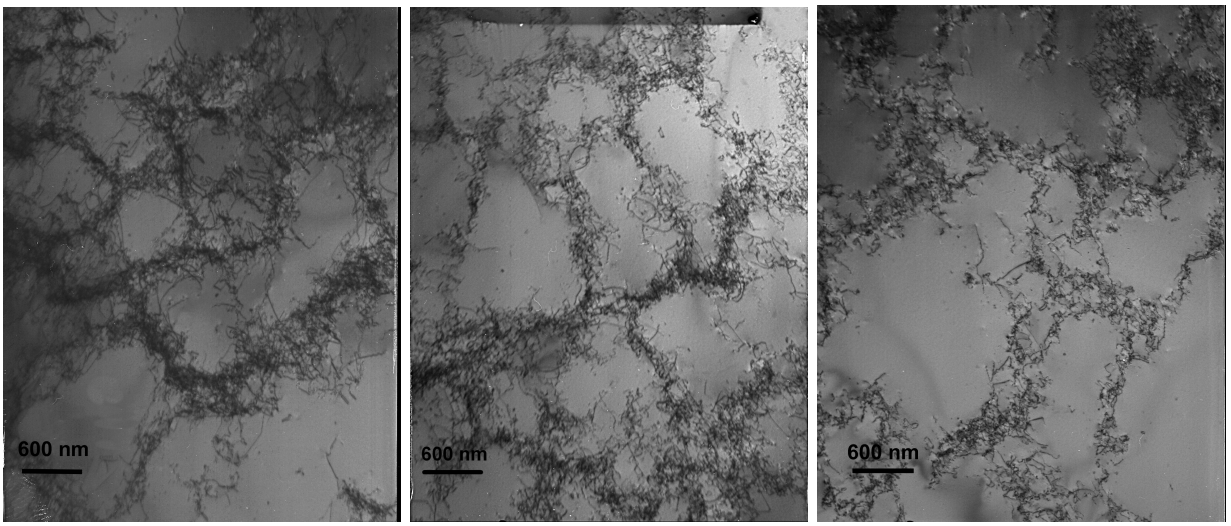
Tableau 6.2 – Comparaison des diamètres moyens de cellules de dislocations entre les grains à cœur et en surface ainsi que le résultat du test statistique pour trois échantillons de rapports t/d différents.



(a) t/d=14 ; cœur (b) t/d=14 ; surface (c) t/d=14 ; surface

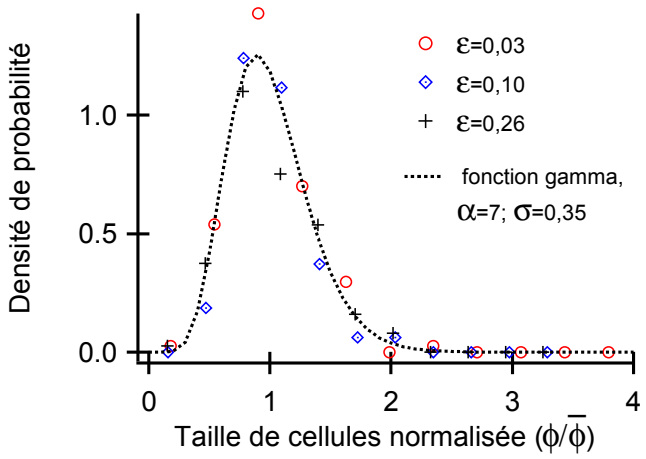


(d) t/d=2,5 ; cœur (e) t/d=2,5 ; surface (f) t/d=2,5 ; surface

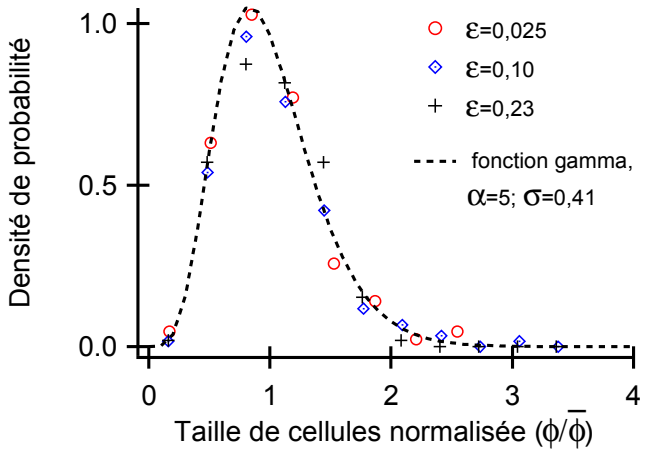


(g) t/d=1 ; cœur (h) t/d=1 ; surface (i) t/d=1 ; surface

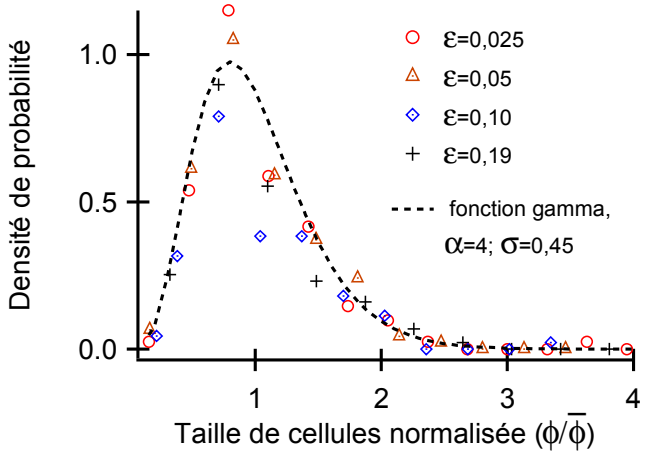
Figure 6.7 – Comparaison des structures de dislocations entre les zones surfaciques et les zones à cœur pour un niveau de déformation de 0,1 et trois rapports t/d différents.



(a) t/d=14



(b) t/d=2,5



(c) t/d=1

Figure 6.8 – Répartition statistique des tailles de cellules en surface pour trois rapports t/d différents.

Pour l'échantillon à caractère polycristallin (t/d=14), les grains surfaciques semblent posséder une taille de cellules légèrement plus grande, de l'ordre de 10% pour les deux premiers niveaux de déformation. Cette différence entre les deux types de grains est donnée avec un indice de confiance élevé, assurant une signification physique à la variation de diamètre. A rupture, le diamètre moyen des cellules de dislocations est similaire (0,77 µm à cœur contre 0,8 en surface) donné avec un indice de confiance de 80%. Pour ce dernier niveau de déformation, la différence entre les deux types de grains est peu significative.

Pour l'échantillon possédant un grain dans l'épaisseur, la différence entre la région surfacique et la région à cœur est différente. Pour une déformation de 0,025 ; les cellules en surface semblent 25% plus faibles qu'à cœur et ce donné avec un indice de confiance de 99% assurant une parfaite signification physique. Avec une augmentation de la déformation, les cellules à cœur redeviennent plus petites qu'en surface avec une différence d'environ 5% donné avec un indice de confiance de 86 et 50% pour respectivement $\varepsilon = 0,05$ et $\varepsilon = 0,1$. Pour ces deux niveaux de déformation, le diamètre moyen des cellules est donc presque homogène entre le cœur et une zone située à 50 µm en dessous de la surface libre. A rupture, la différence entre les deux zones augmente pour atteindre environ 10%, donnée avec un indice de confiance de 95%. Pour le dernier échantillon possédant en moyenne 2,5 grains dans l'épaisseur, la différence entre les grains surfaciques et à cœur est beaucoup plus importante que dans le cas des échantillons précédents. Pour le premier niveau de déformation, le diamètre moyen de la taille de cellules est trois fois supérieur à celui à cœur (6,5 µm contre 2,3 µm). Avec une augmentation de la déformation à 0,1, la différence est réduite à 20% puis à 10% à rupture. Pour les trois déformations, l'indice de confiance est supérieur à 95%.

La présence d'effets de surface semble donc vérifiée notamment pour les échantillons de rapport t/d=2,5 où la différence de taille de cellules entre les deux types de régions observées est importante. Pour les deux autres échantillons, cette différence est plus faible. Pour t/d=14, cette dernière est inférieure à 10% et, compte tenu de l'épaisseur des échantillons, ne sera guère influente au niveau mécanique. Pour les échantillons de rapport t/d=1, en excluant le premier niveau de déformation où la région surfacique présente des cellules plus faibles qu'à cœur, la différence n'est pas suffisamment importante pour avoir une influence au niveau macroscopique. Pour ce dernier type d'échantillon, l'absence de joints de grains parallèles aux surfaces libres permet l'émergence des dislocations en surface et compte tenu de la faible épaisseur, d'homogénéiser le comportement mécanique au sein de l'épaisseur, ce qui est partiellement démontré par l'analyse réalisée pour ces échantillons.

6.2 Echantillons d'épaisseurs différentes

Pour ce second type d'échantillons, les difficultés de mise en place des essais mécaniques rendent compliquée la réalisation d'essais interrompus visant à comparer les structures de dislocations entre échantillons pour un même niveau de déformation. La quantification des structures de dislocations a donc été effectuée pour les échantillons déformés à rupture et d'épaisseur 12,5 µm, 50 µm et 125 µm.

6.2.1 Structures de dislocations

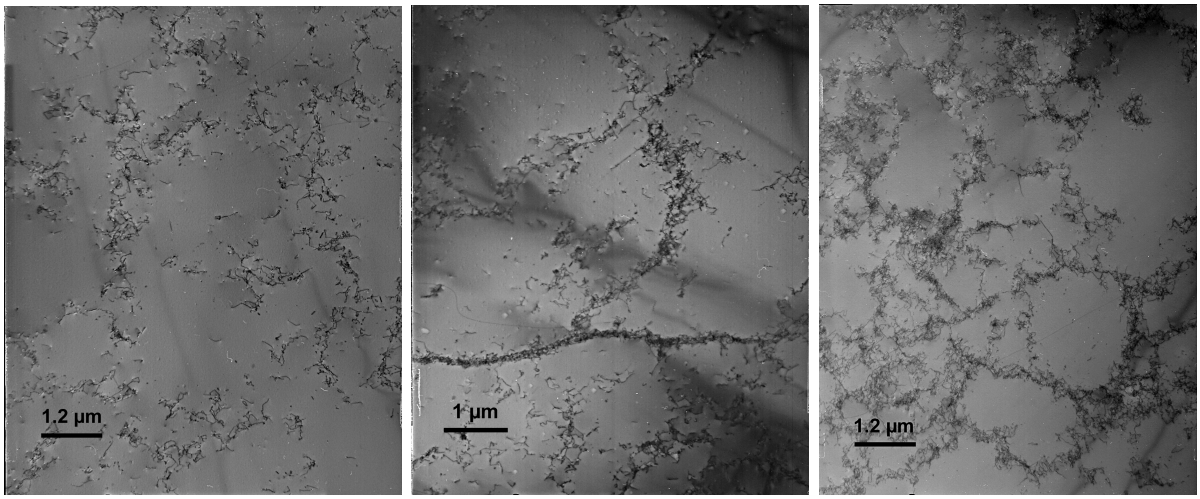
L'évolution des structures de dislocations pour les trois épaisseurs est semblable à celle présentée pour les échantillons d'épaisseur 500 µm. Tous les grains observés, indépendamment de l'épaisseur et de la déformation de l'échantillon, présentent une structure en cellules plus ou moins bien formée, comme illustré figure 6.9. Seul l'échantillon de 12,5 µm d'épaisseur déformé à 0,03 présente une répartition homogène des dislocations.

L'échantillon d'épaisseur 12,5 µm possédant une texture cubique fortement marquée (voir paragraphe 2.3.2), avec une orientation dominante des directions $< 001 >$ des grains le long de la direction de traction, présente uniquement des cellules équiaxes de type II. Les échantillons d'épaisseur 50 et 125 µm présentent les trois types de cellules. Cependant, contrairement aux échantillons d'épaisseur 500 µm, les cellules de type III sont majoritairement similaires à celles observées figure 6.9(g). Ce type de cellules semblent provenir de l'activation de quelques systèmes de glissement [102] comme dans le cas des cellules de type I [96]. Les figures 6.10(a) et 6.10(b) synthétisent les cellules rencontrées en fonction de l'orientation de la direction de sollicitation dans le triangle standard et du nombre de systèmes de glissement activés pour les grains des échantillons d'épaisseur 50 et 125 µm. Les résultats sont présentés indépendamment de l'épaisseur et du niveau de déformation. Un total de 24 grains a été analysé (8 par couple épaisseur/déformation). Les cellules provenant de l'activation de peu de systèmes de glissement sont présentes dans 50% des grains, pour des orientations couvrant l'ensemble du triangle standard. Cette proportion est beaucoup plus importante que dans le cas des échantillons plus épais, cette dernière étant autour de 20%. Il semble donc qu'une réduction de l'épaisseur défavorise le glissement multiple.

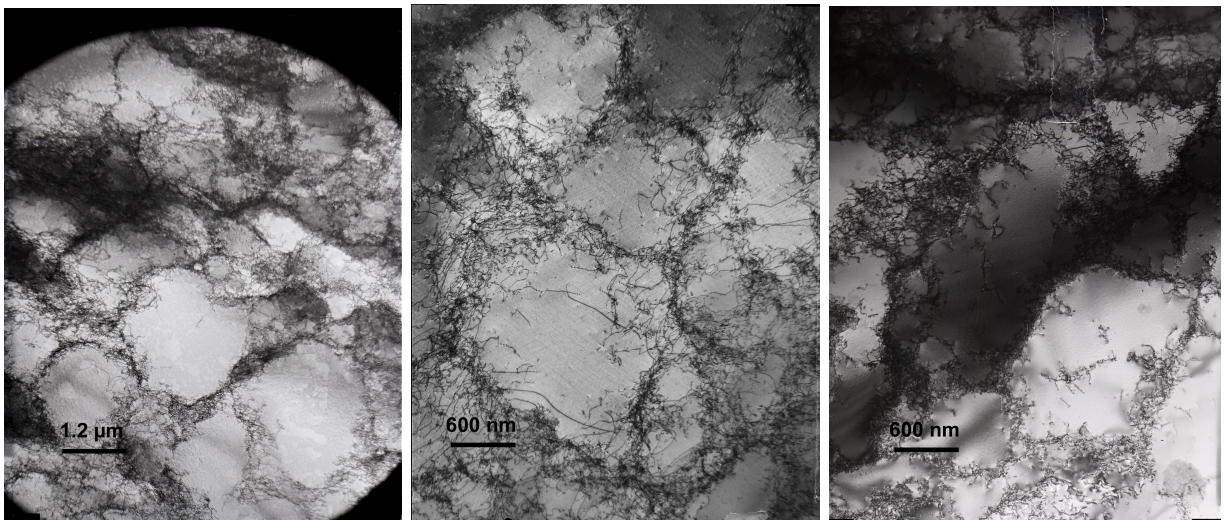
Les tailles de cellules moyennes pour les différents échantillons sont présentées au niveau du tableau 6.3. Les analyses ont été effectuées sur des populations de grains et de cellules plus restreintes que dans la section précédente par manque de temps et nécessitent donc d'être approfondie pour être tout à fait pertinentes.

épaisseur	ε	nbre de grains analysés	nbre de cellules analysées	ϕ_m (µm)	$\Delta\phi_m$(µm)
12,5 µm	0,03	7	-	-	-
	0,06	10	52	2,03	0,81
50 µm	0,09	8	125	1,37	0,62
	0,16	8	133	1,06	0,62
125 µm	0,18	7	85	0,93	0,3

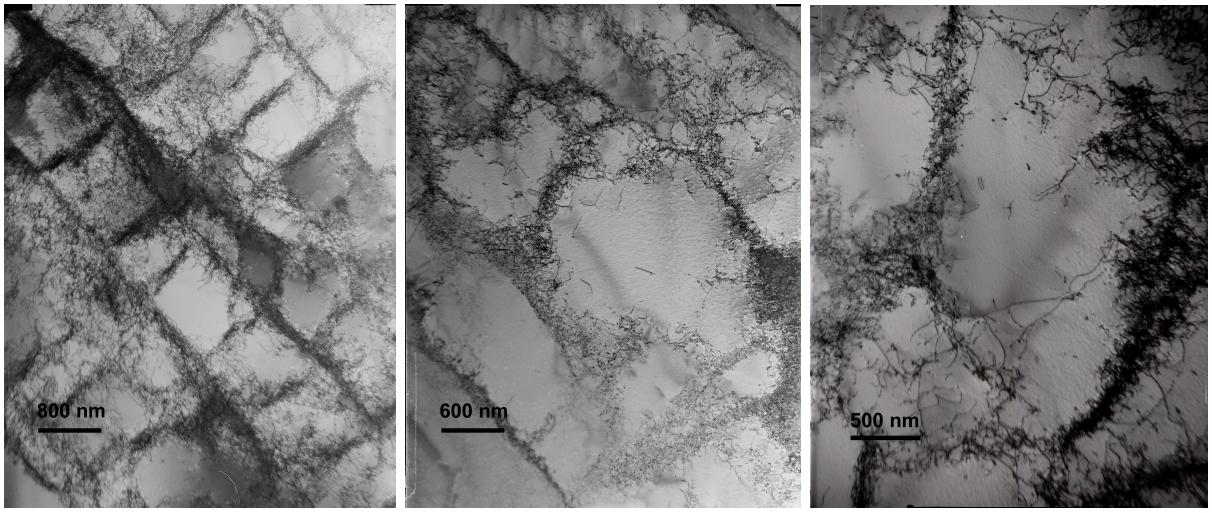
Tableau 6.3 – Détails des populations de grains et cellules observées pour les différentes épaisseurs.



(a) t=12,5 µm, $\varepsilon = 0,03$ (b) t=12,5 µm, $\varepsilon = 0,06$ (c) t=12,5 µm, $\varepsilon = 0,06$

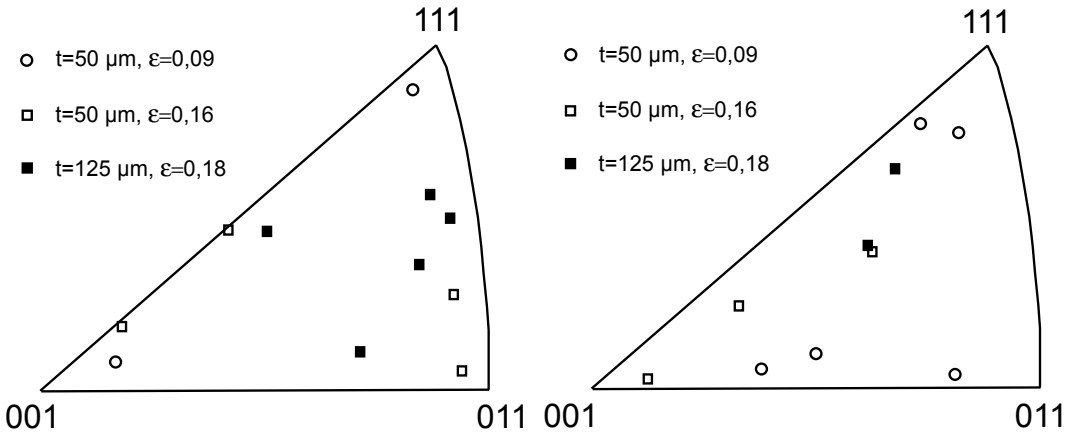


(d) t=50 µm, $\varepsilon = 0,09$ (e) t=50 µm, $\varepsilon = 0,16$ (f) t=50 µm, $\varepsilon = 0,16$



(g) t=125 µm, $\varepsilon = 0,18$ (h) t=125 µm, $\varepsilon = 0,18$ (i) t=125 µm, $\varepsilon = 0,18$

Figure 6.9 – Structures de dislocations à cœur pour différentes valeurs d'épaisseurs.



(a) cellules formées avec peu de systèmes de glissement activés

(b) type II et III standard

Figure 6.10 – Types de cellules rencontrées et orientations des grains par rapport à la sollicitation de traction correspondantes pour t=50 et 125 µm.

Comparativement à l'échantillon d'épaisseur 500 µm et possédant un grain dans l'épaisseur, les diamètres moyens des cellules de dislocations des échantillons présentés ici sont, à niveaux de déformation équivalents, plus importants si ε est inférieur à 0,1. Pour des déformations supérieures à ce niveau, la taille de cellules est similaire. L'utilisation du test de Wilcoxon-Mann-Withney permet de vérifier le degré de signification physique des différences de tailles moyennes de cellules. Les résultats varient selon le niveau de déformation comme le montre le tableau 6.4.

échantillon t=500 µm, t/d=1		échantillon à comparer			
ε	ϕ_m (µm)	t (µm)	ε	ϕ_m (µm)	IC test MWW
0,05	1,31	12,5	0,06	2,03	99,9%
0,1	1,26	50	0,09	1,33	93%
0,19	0,97	125	0,18	0,93	74%

Tableau 6.4 – Comparaison des tailles de cellules entre des échantillons d'épaisseur 500 µm, 125 µm, 50 µm et 12,5 µm.

Pour les deux premiers niveaux de déformation, l'indice de confiance est suffisamment important pour affirmer que la différence entre les deux échantillons a bien une origine physique. Pour $\varepsilon = 0,18$, l'indice de confiance plus faible incite à penser que la différence entre les deux échantillons n'est pas représentative d'une modification du comportement mécanique. Il semble donc que pour les faibles niveaux de déformation les cellules de dislocations présentent un retard de formation dans le cas des échantillons d'épaisseur faibles, en accord avec les observations de Sumino *et al.* [41]. Avec une augmentation de la déformation, ce retard s'amenuise. Pour les échantillons de rapports t/d inférieurs à 1, l'épaisseur semble jouer un rôle avec un retard dans la formation des structures denses de dislocations lorsque celle-ci diminue. Une fois atteint une déformation seuil (ici environ 0,1) l'épaisseur ne semble plus influencer la taille de cellules.

6.3 Analyse des densités de dislocations

Parallèlement aux études des structures de dislocations pour les différents échantillons, des analyses plus fines des densités de dislocations dans les zones « dures » (murs, amas) et dans les zones « molles » (cœur des cellules) ont été réalisées en collaboration avec Xavier Feaugas du laboratoire LEMMA de l'Université de la Rochelle. La méthodologie de calcul des densités de dislocations est précisée en annexe, paragraphe A.2.2. Les analyses ont été effectuées, dans un premier temps, sur quelques grains des échantillons d'épaisseur 500 µm possédant 1 et 14 grains dans l'épaisseur pour un niveau de déformation de 0,1. Dans le cas de l'échantillon de rapport t/d égal à 1, un total de 6 grains a été analysé contre 8 pour l'échantillon de rapport t/d=14.

Le tableau 6.5 reporte les caractéristiques des zones dures et molles en terme d'épaisseur moyenne (respectivement notées e et ϕ), de fraction volumique de zone dure ($f_w = e/(e+\phi)$) et de densités de dislocations (respectivement notées ρ_w et ρ_c).

		zones molles		zones dures	
rapport t/d	f_w	ϕ(µm)	ρ_c (cm^{-2})	e (nm)	ρ_w (cm^{-2})
14	0,32	0,850	3,5 10^9	370	5,84 10^{10}
1	0,32	1,25	3,8 10^9	560	4,8 10^{10}

Tableau 6.5 – Analyse des zones dures et molles pour deux échantillons d'épaisseur 500 µm de rapport t/d différents.

Malgré le peu de grains observés et les populations restreintes de murs et cellules analysées (de l'ordre de 30 pour chaque échantillon), on distingue cependant une modification des caractéristiques pour chaque zone avec une diminution du nombre de grains dans l'épaisseur : l'épaisseur des murs est réduite, la densité de dislocations au sein des zones molles est légèrement augmentée et celle au niveau des zones dures est significativement réduite. Pour les deux échantillons, la répartition statistique de l'épaisseur des murs suit une loi de type Γ comme dans le cas des cellules comme le montre la figure 6.11. La variance de la distribution est égale à 0,44, supérieure à celle reportée par de précédents auteurs [96] (σ=0,3) du fait du niveau de déformation plus important des échantillons de nickel étudiés dans le cas de ces auteurs.

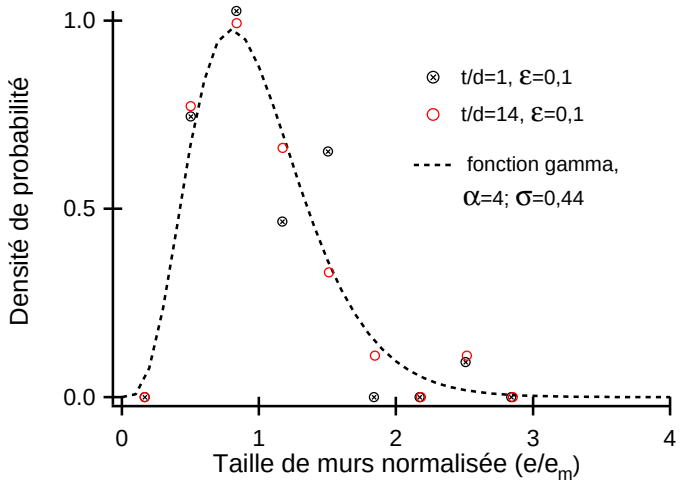


Figure 6.11 – Structures de dislocations à cœur pour différentes valeurs d'épaisseurs.

6.4 Synthèse

L'étude des structures de dislocations par Microscopie Electronique en Transmission a confirmé les modifications du comportement mécanique avec une réduction du rapport t/d. Une réduction de ce dernier semble engendrer plusieurs évolutions :

- une augmentation de la taille de cellules à cœur ;
- l'apparition d'effets de surface, prépondérant dans la zone de transition (t/d=2,5) ; avec une augmentation des tailles de cellules de l'ordre de 10 à 300% au niveau des grains surfaciques ;
- une augmentation de l'épaisseur des murs ainsi qu'une réduction de la densité de dislocations au niveau des zones dures.

Par ailleurs, l'épaisseur semble aussi jouer un rôle avec un retard lors de la formation des cellules et la prédominance de cellules de type I et III, liées à l'activation de quelques systèmes de glissement, pour les échantillons plus minces.

Chapitre 7

Analyse des résultats

Dans ce dernier chapitre, les modifications comportementales liées à la réduction du rapport t/d et de l'épaisseur sont confrontées dans le but de découpler les différents effets de tailles et de définir leur domaine d'interaction. L'objectif est ensuite d'établir une série de mécanismes capables d'expliquer la modification du comportement mécanique avec une transition volume/surface.

7.1 Synthèse des effets de tailles

L'étude du comportement mécanique des deux types d'échantillons a montré la pertinence du choix du paramètre t/d comme variable d'étude principale d'une transition volume/surface pour les polycristaux de nickel. La réduction de ce paramètre est la principale responsable des différentes modifications du comportement observées :

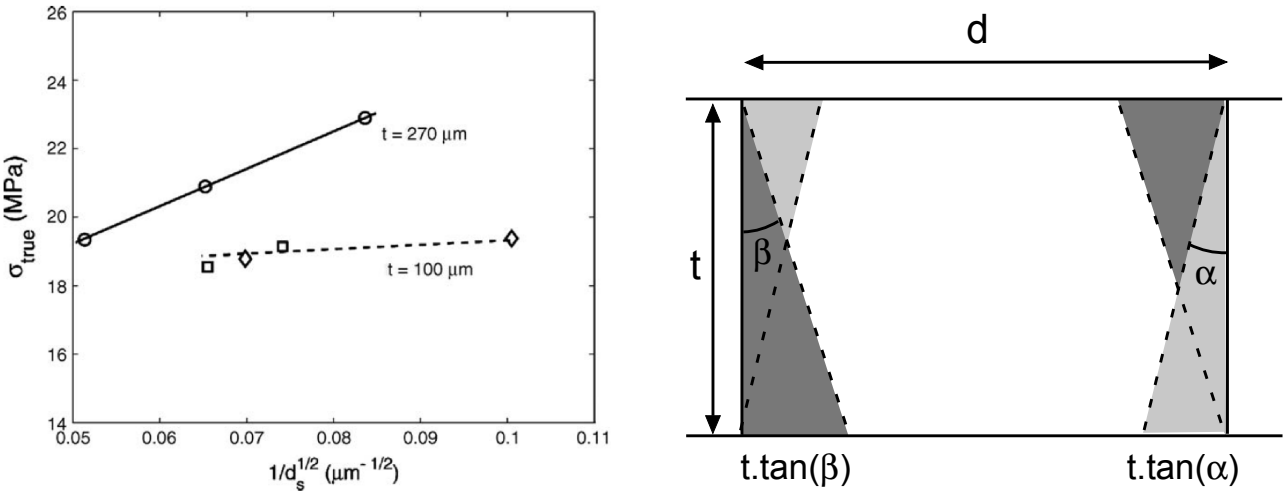
1. **baisse du niveau de contrainte** : une réduction du rapport t/d a toujours pour effet de réduire la contrainte d'écoulement macroscopique quelles que soient les caractéristiques des échantillons. Cette réduction se retrouve à l'échelle du grain en microscopie électronique à transmission avec un adoucissement des structures de dislocations.
2. **modification de l'écrouissage** : les différents échantillons analysés présentent tous une modification des caractéristiques de l'écrouissage avec une réduction du rapport t/d ou de l'épaisseur. Ces changements apparaissent pour trois paramètres, le taux d'écrouissage en stade II, la contrainte d'activation du stade III et la contribution des joints de grains.
3. **modifications des interactions à longue distance** : seule la contrainte interne à longue distance semble être modifiée parmi les deux composantes de la contrainte d'écoulement.

La comparaison des résultats issus de l'étude des deux types d'échantillons permet, par ailleurs, de décorréler les trois effets de tailles énoncés au cours du chapitre 1 : effet de taille de grains, effet des dimensions et effet du rapport t/d. Il est ainsi possible de définir les domaines d'interaction des effets de tailles selon les caractéristiques microstructurales des échantillons et ainsi prédire l'effet d'une réduction des dimensions sur le comportement mécanique du nickel.

7.1.1 Effet de la taille de grains

Le durcissement lié à une réduction de la taille de grains est toujours un mécanisme actif pour les différents échantillons étudiés. Pour ceux d'épaisseur 500 µm, la loi de Hall-Petch, est vérifiée quels que soient le niveau de déformation et les tailles de grains employées (figure 4.10). Elle est cependant modifiée par l'apparition d'un nouveau stade pour les tailles de grains supérieures à 150 µm lorsque le rapport t/d devient inférieur à la valeur critique en accord avec les résultats de Tabata *et al.* [95].

Pour les échantillons de faibles épaisseurs, le rôle joué par les joints de grains devient presque négligeable. Ces derniers devenant principalement perpendiculaires aux surfaces libres, la probabilité d'interaction avec les dislocations mobiles est de plus en plus faible. Cet effet est visible figure 5.2 où le niveau de contrainte des échantillons d'épaisseurs comprises entre 12,5 et 125 µm reste constant malgré une taille de grains comprise entre 80 et 130 µm. Ces résultats confirment ceux obtenus par Janssen *et al.* [35] sur la loi de Hall-Petch pour des échantillons d'aluminium d'épaisseur 100 µm dont la taille de grains varie entre 99 et 233 µm (rapports t/d inférieurs à 1). Ces auteurs reportent, pour une déformation de 0,1, une variation de contrainte inférieure à 2 MPa entre l'échantillon de taille de grains minimale et maximale (figure 7.1(a)), contrairement aux résultats obtenus pour une épaisseur plus importante. Par ailleurs, la figure 7.1(b) issue des travaux de ces mêmes auteurs montre que la zone d'influence des joints de grains se concentre sur une bande de matière verticale de largeur maximale $\mathrm{t.}\tan(\alpha)$ ou $\mathrm{t.}\tan(\beta)$, fonction des angles que forment les systèmes de glissement avec les joints de grains.



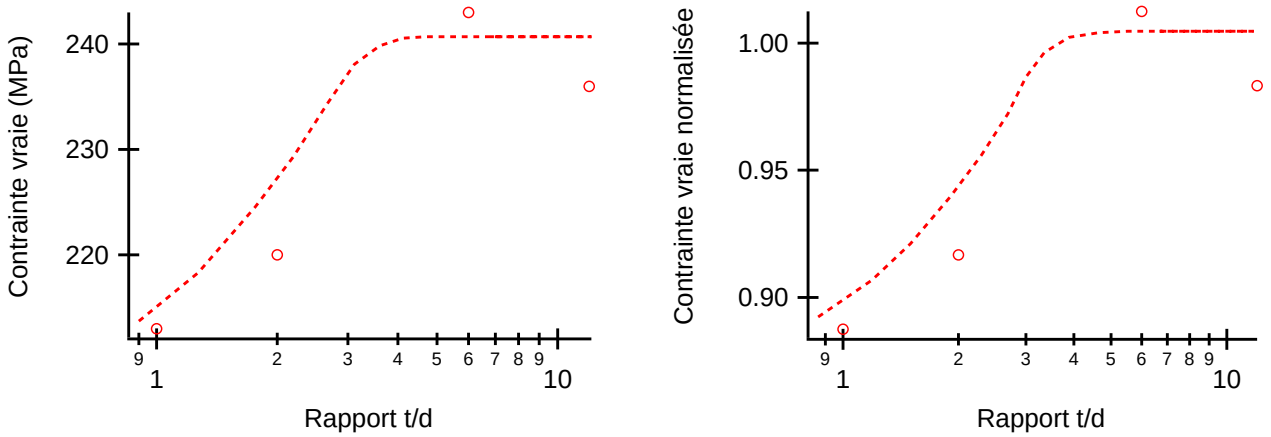
(a) loi de Hall-Petch

(b) zone d'interaction des joints de grains si t/d<1

Figure 7.1 – Effet de la taille de grains pour des polycristaux d'aluminium de faible épaisseur [35].

7.1.2 Effet de l'épaisseur

Un effet strict de l'épaisseur n'a pas été clairement mis en évidence au cours des chapitres précédents. Différents résultats laissent cependant entrevoir un rôle de cette dernière sur le comportement mécanique. Comme indiqué lors de la comparaison des caractéristiques de l'écrouissage entre les deux types d'échantillons au paragraphe 5.4, à nombre de grains dans l'épaisseur constant, l'échantillon de 125 µm d'épaisseur possède une longueur de stade II et une contrainte d'activation du stade III environ 50 % plus importante que l'échantillon d'épaisseur 500 µm. Par ailleurs, des essais mécaniques complémentaires pour plusieurs valeurs d'épaisseur (500 µm ; 1 mm ; 3,2 mm et 6,4 mm) pour une taille de grains de 500 µm ont été effectués pour essayer de mettre en évidence un effet d'épaisseur en les comparant avec les résultats obtenus pour les échantillons de taille de grains 100 µm. L'évolution de la contrainte en fonction du rapport t/d est présentée figure 7.2(a) et l'évolution de la contrainte vraie normalisée par la contrainte moyenne des échantillons les plus épais est tracée figure 7.2(b) pour un niveau de déformation de 0,1.



(a) contrainte vraie

(b) contrainte vraie normalisée $\sigma(\mathrm{t} = 3,2\mathrm{mm})$

Figure 7.2 – Evolution de la contrainte en fonction du rapport t/d pour différentes valeurs d'épaisseurs et pour une taille de grains de 500 µm.

Si l'on compare l'évolution de la contrainte normalisée pour les échantillons de taille de grains 500 µm et celle des échantillons de taille de grains 100 µm (figure 5.4), on observe que la décroissance de la contrainte est, à rapport t/d égal, moindre dans le cas des premiers échantillons, comme illustré figure 7.3.

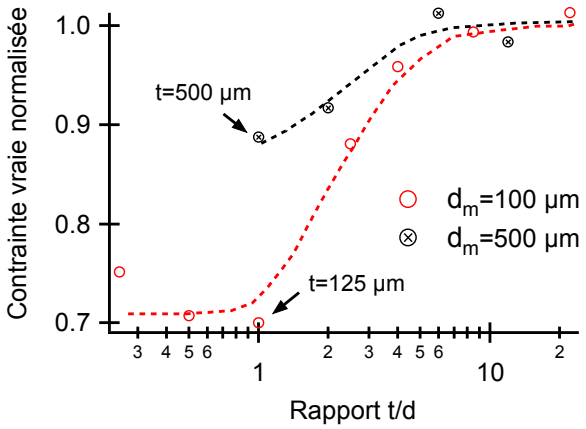


Figure 7.3 – Comparaison de la décroissance de la contrainte avec une réduction de l'épaisseur pour deux tailles de grains différentes.

La différence de taille de grains ne peut expliquer cette augmentation de l'adoucissement, les échantillons les plus minces ayant une taille de grains plus faible. Ces résultats mettent donc en évidence l'existence d'un effet de l'épaisseur provoquant un adoucissement supplémentaire à celui engendré par la réduction du rapport t/d. Ces résultats sont à en accord avec ceux obtenus par Fourie [44, 46, 47] et Mughrabi [49] sur le rôle de l'épaisseur sur le comportement mécanique des monocristaux. Néanmoins, les mécanismes responsables de cette modification du comportement par réduction de l'épaisseur sont différents pour ces deux types de matériaux.

7.1.3 Effet du rapport t/d

La réduction du nombre de grains dans l'épaisseur semble être le paramètre le plus influant au niveau des propriétés mécaniques dans les cas étudiés au cours des chapitres précédents comme l'ont reporté plusieurs auteurs [34–39, 107]. Ce paramètre influence les propriétés mécaniques lorsque ce dernier est compris entre les deux bornes inférieures et supérieures mises en évidence dans le cas des échantillons d'épaisseurs différentes. Malgré le peu de points expérimentaux, on observe par ailleurs que la transition du comportement pour t/d<4 est toujours présente malgré la variation de taille de grains et d'épaisseur. Cette limite supérieure du rapport t/d semble donc indépendante, dans le cas du nickel, de l'épaisseur et de la taille de grains (dans le domaine de tailles de grains étudié). L'indépendance du rapport t/d à cette dernière est toutefois à nuancer, Miyazaki *et al.* [34] ayant rapporté un effet important de ce paramètre sur la valeur critique pour des matériaux possédant une faible énergie de faute d'empilement (voir tableau 1.2).

7.1.4 Domaines d'interaction

La décorrélation des différents effets de taille de grains, rapport t/d et d'épaisseur, permet de définir plusieurs domaines d'effets de tailles comme représenté sur la figure 7.4 pour un niveau de déformation de 0,1. Cette figure a été construite à partir des points expérimentaux (en blancs) et en extrapolant les valeurs de contrainte pour les autres couples taille de grains-épaisseur à l'aide des résultats obtenus au cours des chapitres précédents et des résultats issus de la littérature.

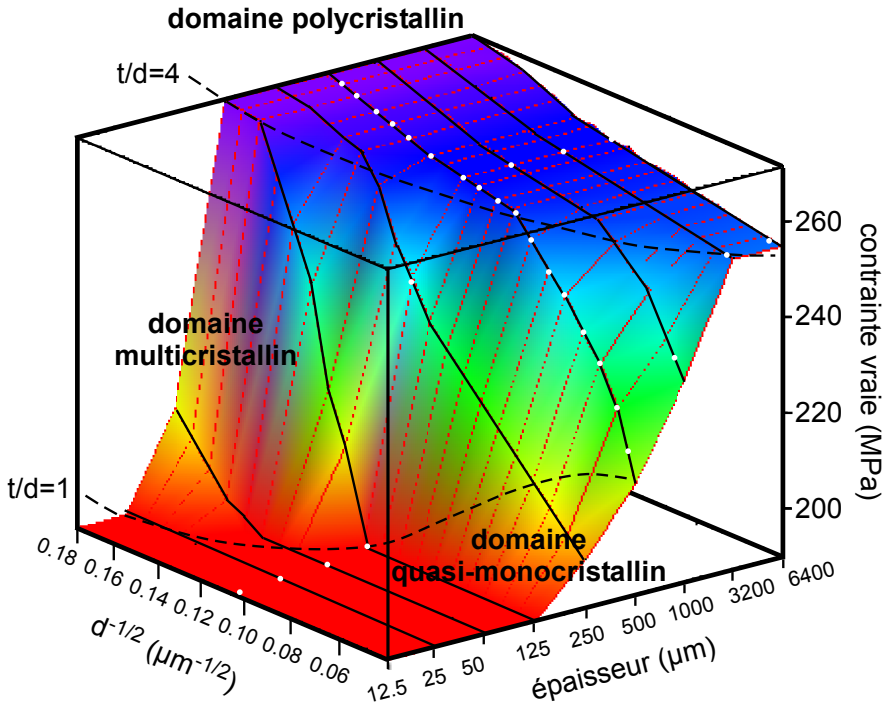


Figure 7.4 – Evolution de la contrainte pour $\varepsilon = 0,1$ en fonction de l'épaisseur et de la taille de grains.

Trois domaines d'effet de tailles apparaissent, noté polycristallin, multicristallin et quasi-monocristallin en accord avec les prédictions de plusieurs auteurs [33, 108] :

Le domaine polycristallin détermine le comportement polycristallin classique. Le seul effet de taille possible, en dehors de tout durcissement structural, est l'effet de taille de grains. La comparaison d'une courbe de traction d'un échantillon de taille de grains 100 µm et d'épaisseur 3,2 mm, corrigée en cission et cisaillement à l'aide du coefficient de Taylor (M=3,03), avec celle d'un monocristal de nickel sollicité le long de la direction [111] (d'après les travaux de Thompson [109] orientation proche de celle du polycristal) est présentée figure 7.5. Le bon accord entre ces deux courbes permet de valider le modèle de Taylor pour le comportement polycristallin et ainsi d'émettre l'hypothèse d'une activation au sein du matériau de cinq systèmes de glissement et d'une répartition homogène de la déformation.

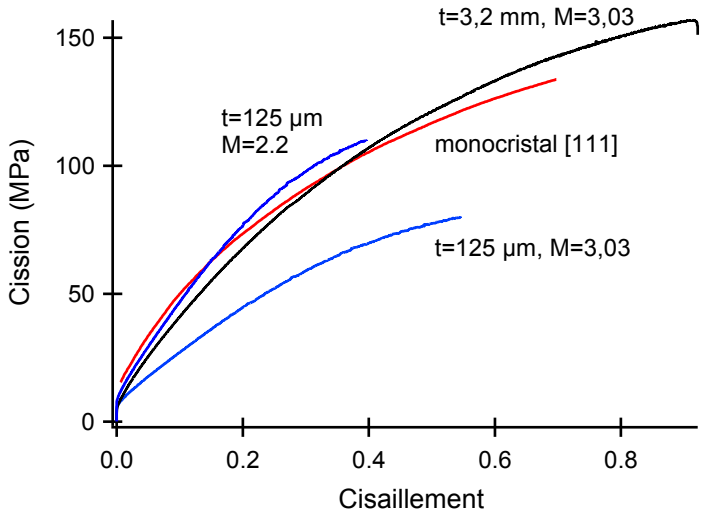


Figure 7.5 – Comparaison des courbes de traction pour t=125 µm et t=3,2 mm avec celle d'un monocristal orienté [111] (Thompson [110]).

Le domaine multicristallin délimite la zone d'influence du rapport t/d et la transition polycristal-multicristal pour des échantillons possédant plus d'une dizaine de grains dans la largeur. Ce domaine est borné par les valeurs critiques 4 et 1 estimées au cours des chapitres précédents et se caractérise par une chute importante de la contrainte. On observe par ailleurs que plus la taille de grains est importante, plus l'épaisseur nécessaire pour obtenir le comportement polycristallin est élevée. Le comportement multicristallin peut donc apparaître pour des dimensions caractéristiques relativement importantes. La décroissance du paramètre $(\sigma\theta)_0$ du stade II d'écrouissage avec une réduction du rapport t/d traduit la perte du caractère polycristallin, la valeur se rapprochant de 0, valeur théorique pour un monocristal idéal non soumis aux effets de surface. A l'intérieur de ce domaine, l'effet de taille de grains est plus important que dans le domaine polycristallin, comme le montre la modification de la loi de Hall-Petch et l'augmentation du coefficient k_{HP} (figure 4.10).

Le domaine quasi-monocristallin défini le domaine où l'épaisseur est le paramètre le plus influent sur les propriétés mécaniques pour des échantillons possédant plus d'une dizaine de grains dans la largeur. La comparaison de la courbe de traction d'un échantillon appartenant à ce domaine (t=125 µm, d_m=130 µm) corrigée en cission et cisaillement et celle d'un monocristal de nickel orienté selon la direction [111], montre que le facteur de Taylor se situe dans ce cas autour de 2,2 (figure 7.5). Cette nouvelle valeur, en accord avec les prédictions d'Armstrong et Vollertsen *et al.* [33, 108], est proche de la borne inférieure du facteur de Taylor, correspondant au modèle de Sachs M=2. Ce modèle suppose une répartition homogène des contraintes au sein du polycristal ayant pour conséquence une baisse du nombre de systèmes de glissement activés théoriques par rapport au modèle de Taylor. Cette baisse du nombre de systèmes de glissement activés théorique rejoint les résultats des travaux de Barbe *et al.* en simulation numérique avec la prise en compte des effets de surface [63](figure 1.28, chapitre 1). Dans ce domaine, l'effet de taille de grains est faiblement présent.

7.2 Mécanismes de la modification du comportement mécanique

Lors de l'entrée dans le domaine multicristallin, l'hypothèse de modification du comportement mécanique la plus partagée est celle d'un changement de comportement des grains surfaciques [28, 34–38, 107]. Cependant, les mécanismes de modification du comportement des échantillons dans ce domaine demeurent mal compris. Certains auteurs [35, 71] ont souligné l'importance d'une évolution de la microstructure telle que la texture cristallographique ou la présence d'une couche d'oxyde avec une réduction du rapport t/d. Le contrôle systématique de la microstructure des échantillons de nickel au cours de cette étude permet d'infirmer l'hypothèse d'une modification microstructurale, les paramètres de texture, type de joints de grains, densités de dislocations initiales demeurant inchangées. Les résultats obtenus permettent donc d'étudier l'effet intrinsèque du rapport t/d.

7.2.1 Résultats des essais mécaniques

En suivant les travaux de Feaugas *et al.* [10] pour les matériaux c.f.c., les évolutions des différentes partitions de la contrainte ainsi que celles des caractéristiques des stades d'écrouissage sont corrélées aux mécanismes de glissement microstructuraux.

- stade I : activation des systèmes de glissement primaires $\{111\}< 110 >$;
- stade II : généralisation du glissement multiple au sein des grains et activation de quelques glissements déviés. La multiplication du glissement entraîne la formation de structures denses de dislocations : amas, murs et cellules, augmentant la contrainte interne intragranulaire X_{intra} et permettant la relaxation des contraintes liées aux incompatibilités de déformation X_{inter}.
- stade III : généralisation du glissement dévié au sein de tous les grains et prédominance des cellules de dislocations au sein de ces derniers.

Au niveau de l'écrouissage, les résultats expérimentaux ont montré une augmentation importante de $\sigma_{\text{II/III}}$ avec une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur sous la première valeur critique (figures 4.3 et 5.8). Cette augmentation traduit un retard de l'activation du stade III. Au regard des liens entre les stades d'écrouissage et le glissement, ce retard peut s'expliquer par une baisse de la multiplicité du glissement ainsi qu'un retard de l'activation du glissement dévié.

Cette hypothèse est compatible avec l'évolution de X et σ_{eff} avec la réduction du rapport t/d. L'étude de la partition de la contrainte d'écoulement effectuée au chapitre 4 a permis de préciser la longueur d'onde d'influence du rapport t/d. Les interactions à courte distance ne sont pas modifiées par la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur, le volume d'activation et la contrainte effective demeurant insensibles à une réduction du rapport t/d. Au contraire, les interactions à longue distance provenant des structures denses de dislocations et des incompatibilités de déformations entre grains sont modifiées. Cet effet est retrouvé pour les échantillons d'épaisseur 500 µm avec la rupture de pente de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne. Les interactions à longue distance sont également modifiées pour les échantillons d'épaisseurs différentes comme le montre la figure 7.6 avec la réduction de la contrainte pour un niveau de déformation donné.

Ces résultats ont été obtenus en effectuant des essais de charge-décharge pour des échantillons de tailles de grains 500 µm et d'épaisseurs comprises entre 500 µm et 6,4 mm permettant ainsi d'obtenir des rapports t/d compris entre 1 et 12 avec variation d'épaisseur, tout en s'affranchissant des problèmes liés aux essais de charge-décharge pour les faibles valeurs d'épaisseurs.

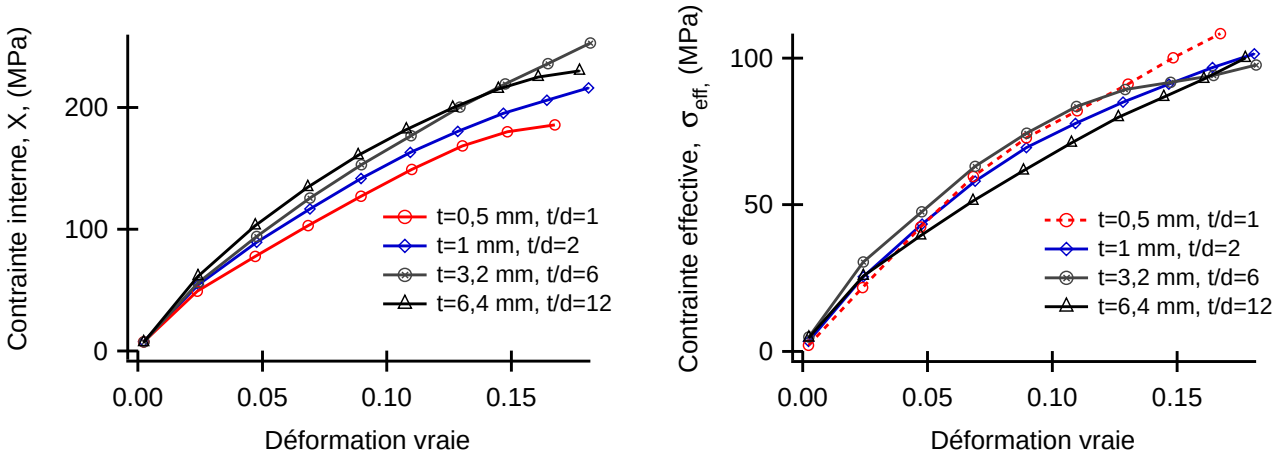


Figure 7.6 – Evolution des contraintes interne et effective avec une réduction de l'épaisseur.

Dans le cas de la contrainte interne, on observe une décroissance claire de la contrainte avec une réduction de l'épaisseur contrairement à la contrainte effective où, mis à part la courbe relative à l'épaisseur 6,4 mm, la valeur de σ_{eff} semble indépendante de l'épaisseur.

Comme décrit dans le chapitre 4, l'application de la loi de Hall-Petch à la contrainte interne permet d'obtenir une estimation des composantes intra et intergranulaire à l'aide des relations suivantes :

$$X = X_0 + \frac{k_X}{\sqrt{d}} \qquad X_{\text{intra}} = X_0 \qquad X_{\text{inter}} = \frac{k_X}{\sqrt{d}} \tag{7.1}$$

La figure 7.7 présente la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne pour $\varepsilon = 0,1$. Deux points expérimentaux appartenant à des échantillons de taille de grains 500 µm sont présents : un premier correspondant à un échantillon d'épaisseur 500 µm et le deuxième correspondant à une épaisseur de 3,2 mm. Le premier échantillon, dont le rapport t/d est inférieur à 4, appartient au second régime modifié de la loi de Hall-Petch, caractérisé par les coefficients X_0^l et k_{X}^l. Le second échantillon, de même taille de grains, possède un rapport t/d supérieur à la valeur critique et appartient donc au premier régime, extrapolé pour les valeurs de tailles de grains importantes. Ce régime est caractérisé par les coefficients X_0^h et k_{X}^h.

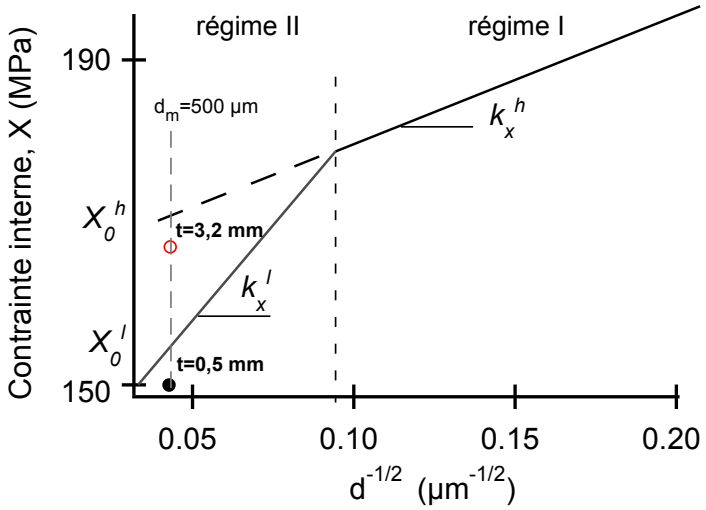


Figure 7.7 – Loi de Hall-Petch appliquée à X pour $\varepsilon = 0,1$.

A partir des graphes de la loi de Hall-Petch appliquée à X pour les différents niveaux de déformation (figure 4.15), il est possible de suivre l'évolution de X_{inter} et X_{intra} pour les deux échantillons de même taille de grains, l'un appartenant au domaine polycristallin de la figure 7.4 et l'autre appartenant au domaine multicristallin. Les évolutions de ces deux paramètres sont représentées respectivement figures 7.8(a) et 7.8(b).

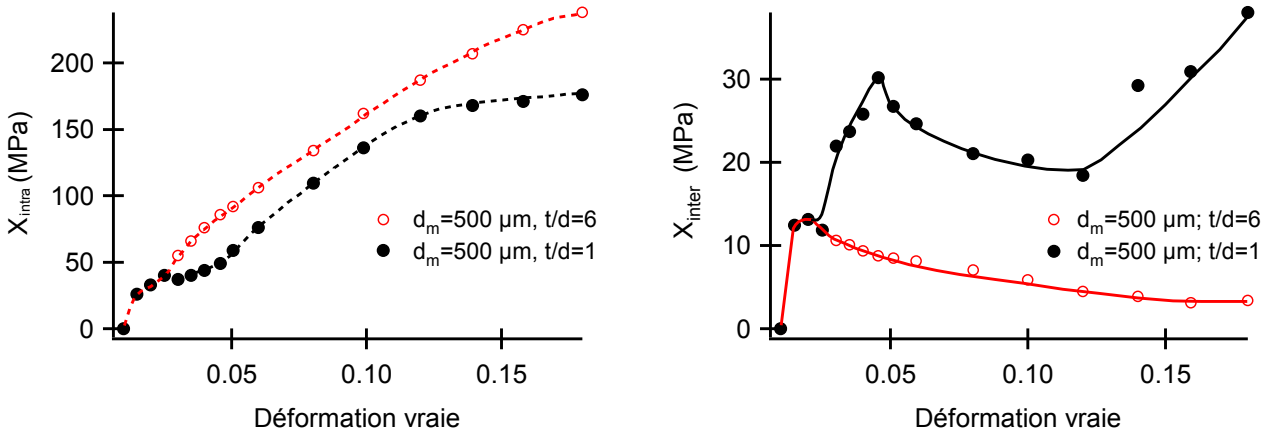


Figure 7.8 – Evolution des composantes intergranulaire et intragranulaire de la contrainte interne pour t/d=1 et t/d=6.

L'examen de ces deux figures montre que l'échantillon possédant un grain dans l'épaisseur possède une contrainte intragranulaire plus faible que celle d'un échantillon possédant 6 grains dans l'épaisseur. Pour la contrainte intergranulaire, l'effet est inversé, la contrainte intergranulaire étant plus importante dans le cas de l'échantillon de rapport t/d=1. Ces évolutions sont en accord avec l'hypothèse d'une réduction du glissement multiple et d'un retard de l'activation du glissement dévié. Ces modifications du glissement multiple et dévié engendrent un adoucissement des structures denses de dislocations, générant ainsi une baisse de X_{intra}. Elles réduisent de plus la relaxation de la contrainte interne intergranulaire, augmentant le niveau de cette dernière. Cette augmentation de X_{inter} avec une réduction du rapport t/d reste néanmoins inférieure à la baisse de X_{intra}. De la modification de ces deux composantes de la contrainte interne résulte donc une décroissance de la contrainte macroscopique avec la réduction du rapport t/d.

7.2.2 Résultats de l'étude MET

Les observations effectuées en microscopie électronique à transmission sont cohérentes avec l'hypothèse d'une modification des contraintes internes et des caractéristiques du glissement.

Les évolutions des tailles de cellules à cœur avec le rapport t/d, reportées au cours du chapitre 6, traduisent un adoucissement des structures denses de dislocations. Comparativement à un échantillon polycristallin de référence de rapport t/d=14, une baisse du rapport t/d augmente le diamètre moyen des cellules à cœur indépendamment de la taille de grains et de l'épaisseur. Ce diamètre moyen des cellules de dislocations peut être corrélé à la contrainte d'écoulement à travers la relation 7.2 [91] :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{\lambda \mu b M}{\phi} \tag{7.2}$$

où λ représente un paramètre matériau dépendant de l'énergie de faute d'empilement et M le facteur de Taylor. Cette relation peut être modifiée pour prendre en compte la fraction numérique des grains présentant des cellules de dislocations correctement formées (f_G) :

$$\sigma = \sigma_0 + f_G \frac{\lambda \mu b M}{\phi} \tag{7.3}$$

Le faible nombre de grains analysés dans le cadre de cette étude ne permet pas d'estimer cette fraction numérique f_G pour le nickel. Les valeurs utilisées sont celles reportées tableau 7.1 pour un acier inoxydable 316L [15] :

déformation	ε=0,025	ε=0,05	ε=0,1	ε >0,1
f_G	0,2	0,4	0,8	1

Tableau 7.1 – Fraction numérique de grains présentant des cellules de dislocations correctement formées [15].

L'utilisation de l'équation 7.3 couplée aux mesures de tailles de cellules au cœur des grains effectuées au chapitre précédent, permet d'estimer, en première approximation, le niveau de contrainte intragranulaire à l'aide du deuxième terme du membre de droite. Dans ce cas, le terme σ_0 de l'équation 7.3 correspond à la contrainte interne intergranulaire et la contrainte effective supposées constantes. L'écrouissage dû à la contrainte effective et à la contrainte interne intergranulaire n'est donc pas pris en compte. X_{intra} peut donc être directement exprimée en fonction de la taille de cellules à l'aide de l'équation 7.4 :

$$X_{\text{intra}}(\varepsilon) = f_G(\varepsilon) \frac{\lambda \mu b M}{\phi(\varepsilon)} \tag{7.4}$$

L'évolution de X_{intra} calculée à partir des essais de charge-décharge en fonction du rapport f_G/ϕ est tracée pour l'échantillon polycristallin t/d=14 figure 7.9.

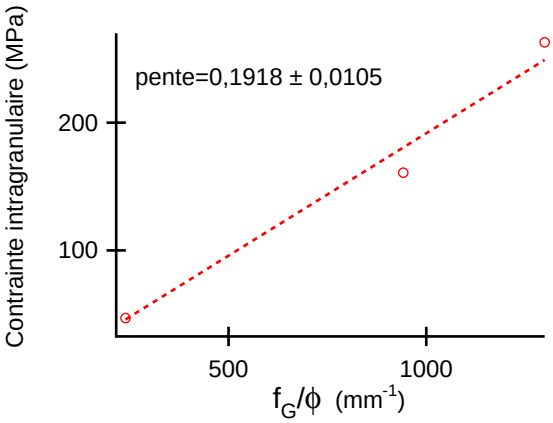


Figure 7.9 – Evolution de la contrainte interne intragranulaire en fonction du rapport f_G/ϕ pour t/d=14.

Cette évolution est linéaire, en accord avec l'équation 7.4, et permet de calculer la valeur de λ en prenant pour les autres coefficients : M=3, b=0,270 nm, μ=81000 MPa. λ est dans ce cas égal à 2,92 ; en bon accord avec la valeur de 3,5 reportée par Feaugas [15].

La modélisation de la contrainte interne intragranulaire par l'équation 7.4 permet donc d'estimer le niveau de X_{intra} pour les échantillons dont le comportement est modifié par le rapport t/d, comme illustré figure 7.10.

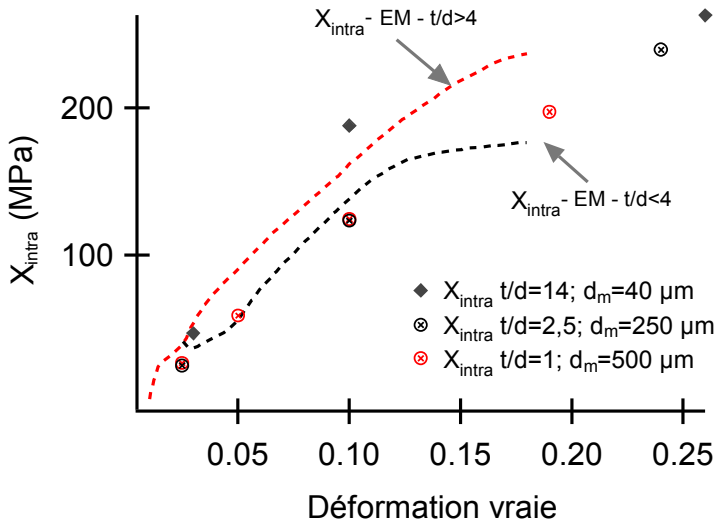


Figure 7.10 – Comparaison des valeurs de contrainte interne intragranulaire pour différents rapports t/d, calculées à partir des essais mécaniques (EM) et de l'équation 7.4.

Les valeurs de X_{intra} des échantillons de rapports t/d<4, calculées à partir de l'équation 7.4, sont en bon accord avec celles obtenues à partir des essais mécaniques (EM). Les valeurs reportées par l'équation 7.4 sont néanmoins légèrement plus faibles que celles obtenues par essai de charge-décharge. Afin de s'assurer de la validité de l'équation 7.4, le modèle composite de calcul de X_{intra} [90, 96] (équation 7.5) a été employé en utilisant les caractéristiques microscopiques des zones dures et molles effectuées au chapitre précédent pour t/d=14 et t/d=1.

$$X_{\text{intra}} = \alpha\mu b M f_w(\sqrt{\rho_w} - \sqrt{\rho_c}) \tag{7.5}$$

Ce modèle, dans le cas du nickel, a été employé avec succès pour calculer X_{intra} pour une déformation de $\varepsilon = 0,30$ [96]. Ces résultats ont permis de valider la décomposition de la contrainte interne à l'aide de la loi de Hall-Petch. En prenant $b = 0,270$ nm, M=3, $\mu = 81000$ MPa, $\alpha = 0,4$ ainsi que les valeurs du tableau 6.5, l'utilisation de l'équation 7.5 reporte une nouvelle valeur pour X_{intra}, en bon accord avec les valeurs obtenues par les deux autres méthodes (tableau 7.2).

	contrainte interne intragranulaire (MPa)		
rapport t/d	essai mécanique	équation 7.4	modèle composite
14	160	178	150
1	138	125	129

Tableau 7.2 – Comparaison des différents calculs de X_{intra} pour $\varepsilon = 0,1$.

Un écart de 20 MPa entre les valeurs des contraintes internes intragranulaires sépare les deux échantillons, validant ainsi les résultats obtenus par les deux autres méthodes. L'écart entre la valeur de X_{intra} reportée par le modèle composite et l'équation 7.4 pour t/d=14 est cependant important pour un niveau de déformation de 0,1. Une augmentation des statistiques de tailles de cellules et du nombre de grains analysés devrait être effectuée pour cet échantillon afin de vérifier ces résultats. Néanmoins, au regard du bon accord obtenu pour l'échantillon de rapport t/d inférieur, l'utilisation de l'équation 7.4 s'avère pertinente pour le calcul de X_{intra}. L'évolution de X_{inter} et X_{intra} avec la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur confirme le couplage de ces deux composantes de la contrainte interne via les caractéristiques du glissement.

L'augmentation de la fréquence des grains présentant des cellules de dislocations de type I et III, liée à l'activation de quelques systèmes de glissement pour les échantillons les plus minces, confirme la modification des caractéristiques du glissement et semble indiquer une baisse du nombre de systèmes de glissement activés, conformément aux résultats théoriques liés au calcul de M (paragraphe 7.1.4) et aux résultats de Barbe *et al.* [63]. Ce résultat est par ailleurs confirmé par l'examen des lignes de glissement en surface pour un échantillon d'épaisseur 12,5 µm déformé à 0,06 (figure 7.11). Les grains de cet échantillon sont déformés majoritairement par deux systèmes de glissement, symbolisés par les lignes noires sur le cliché MEB (le second système est visible à fort grossissement).

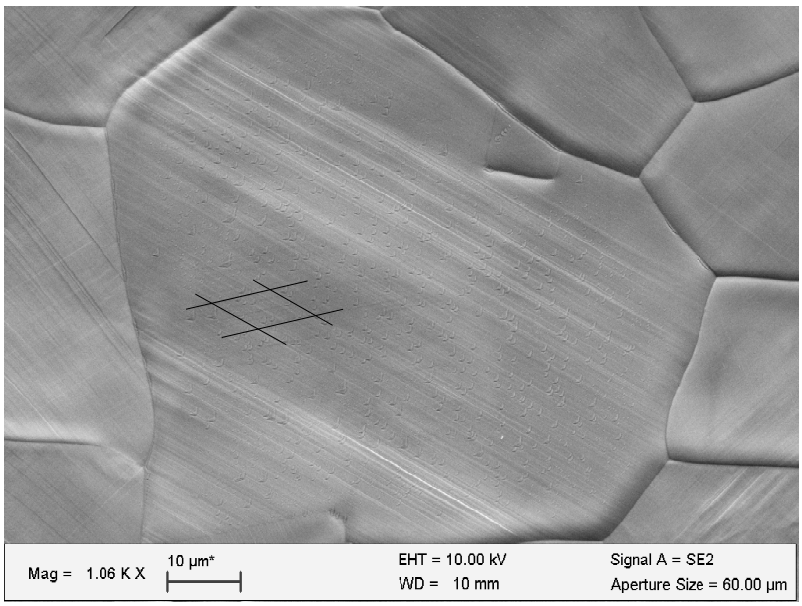


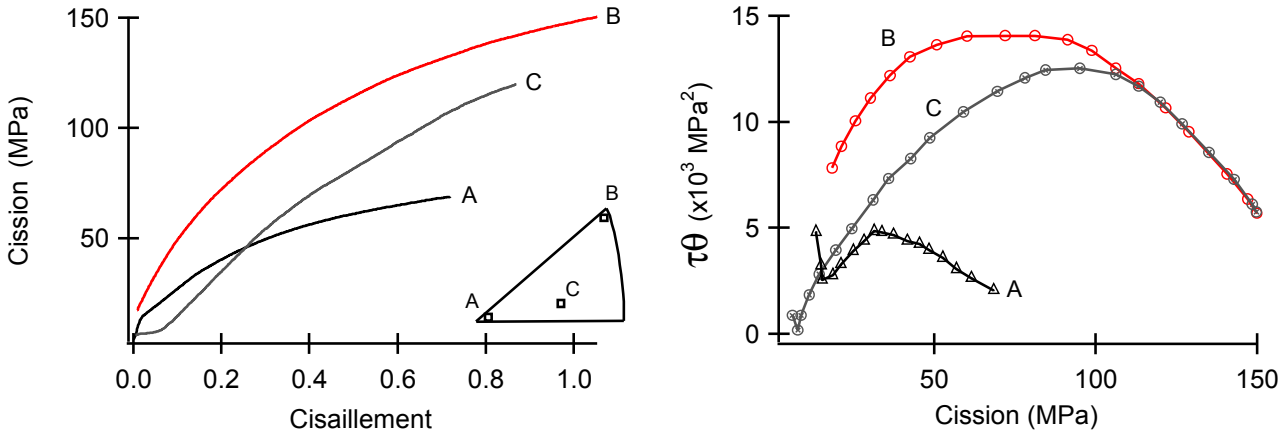
Figure 7.11 – Lignes de glissement émergeantes pour un échantillon d'épaisseur 12,5 µm déformé à 0,06.

7.3 Origine de la modification du comportement

La réduction du glissement multiple et le retard de l'activation du glissement dévié permet de rendre compte de la modification du comportement mécanique du nickel avec une réduction du rapport t/d. Néanmoins, l'origine de la modification du glissement entraînant la réduction de la contrainte interne à longue distance reste inconnue.

7.3.1 Comparaison polycristal-monocristal

La perte progressive du caractère polycristallin au profit du caractère monocristallin avec une réduction du rapport t/d pourrait expliquer la modification du glissement et des contraintes internes. Les figures 7.12(a) et 7.12(b) présentent respectivement trois courbes de traction de monocristaux de nickel issus de la littérature ainsi que les courbes $\tau\theta$=f(τ) associées, pour trois orientations différentes par rapport à la sollicitation de traction : [001] (orientation A, Feaugas [111]), [111] (orientation B, Thompson [109]) et une troisième orientation favorisant le glissement simple (orientation C, Haasen [112]). La pureté de ces trois monocristaux est supérieure à 99,98% et leurs dimensions sont indiquées tableau 7.3. Ces trois orientations correspondent respectivement à l'activation dès le début de la plasticité de 8 (Facteur de Schmid $F_S^i = 0,408$), 6 ($F_S^i = 0,272$) et 2 systèmes de glissements ($F_S^1 = 0,499$ et $F_S^2 = 0,469$).



(a) courbes de traction

(b) $\tau\theta$=f(τ)

Figure 7.12 – Courbes de traction de monocristaux de nickel issus de la littérature pour différentes orientations : A (glissement multiple Feaugas [111]), B (glissement multiple Thompson [109]) et C (glissement simple Haasen [112]).

Les caractéristiques du stade II d'écrouissage de ces trois monocristaux sont synthétisées au sein du tableau suivant :

orientation	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	géométrie	section (mm)	τ_{II-III} (MPa)	Δ_{II} (MPa)	$(\tau\theta)_0$ (MPa^2)
A	2.10^{-4}	plate	4 x 1,8	32	160	-60
B	8.10^{-4}	cyl.	ϕ=6	30	270	2400
C	10^{-4}	cyl.	ϕ=2	33	217	-330

Tableau 7.3 – Caractéristiques du stade II d'écrouissage pour différents monocristaux issus de la littérature.

La valeur de 2400 MPa^2, prise par $(\tau\theta)_0$ pour l'échantillon orienté [111] possédant la section la plus importante, est du même ordre de grandeur que celle d'un monocristal de cuivre de

même orientation non soumis aux effets de surface, $(\tau\theta)_0 = 2000$ MPa^2 [59]. Ce résultat permet d'utiliser le monocristal orienté selon la direction [111] comme référence pour les différentes caractéristiques de l'écrouissage. La forte réduction de $(\tau\theta)_0$ avec une réduction de la section des monocristaux semble donc démontrer la présence d'effets de surface pour les deux autres orientations [13]. L'évolution de $\tau_{\text{II-III}}$ et Δ_{II} sont en accord avec l'apparation d'effets de surface, Haasen ayant reporté l'indépendance de la valeur de ces derniers avec l'orientation des monocristaux [112]. Ces résultats suivent ceux obtenus par Fourie sur l'écrouissage des monocristaux de cuivre [44].

La comparaison des caractéristiques de l'écrouissage des trois monocristaux et celles de trois polycristaux de rapport t/d différents et de même taille de grains est reportée tableau 7.4. Les valeurs des paramètres d'écrouissage pour le polycristal t/d=27, tranformées à l'aide du modèle de Taylor avec M=3, ont été ajoutées au tableau sous la dénomination « poly t/d=27 Cor-Taylor ».

échantillon	$\tau_{\text{II-III}}$ (MPa)	Δ_{II} (MPa)	$(\tau\theta)_0$ (MPa^2)
mono B	30	250	2400
mono A	32	160	-60
mono C	33	217	-330
poly t/d=27 Cor-Taylor	27	255	2218
poly t/d=27	80	2300	59900
poly t/d=3	110	2000	50000
poly t/d=0,56	160	1570	26500

Tableau 7.4 – Comparaison des caractéristiques du stade II d'écrouissage des monocristaux et polycristaux.

Les valeur de $\tau_{\text{II-III}}$, de Δ_{II} et $(\tau\theta)_0$ pour le monocristal de référence sont légèrement supérieures à celles du polycristal de rapport t/d=27 corrigées avec le modèle de Taylor, démontrant ainsi la similarité du comportement mécanique microscopique. Une réduction du rapport t/d a pour conséquence d'augmenter la différence entre les valeurs du monocristal de référence et celles des polycristaux, dans le même sens qu'une réduction de la section des monocristaux. L'ensemble de ces résultats indique que la modification du rapport t/d semble être d'avantage provoquée par la présence d'effets de surface qu'à une transition du comportement polycristallin à celui monocristallin.

7.3.2 Effets de surface

Les analyses des structures de dislocations 50 µm en dessous de la surface libre appuient cette hypothèse. L'utilisation des tailles de cellules en surface, ainsi que l'équation 7.4, permet de comparer le niveau de contrainte interne intragranulaire 50 µm en dessous de la surface et à cœur pour les trois rapports t/d étudiés. Les valeurs de contraintes sont indiquées tableau 7.5.

		contrainte interne intragranulaire (MPa)	
rapport t/d	déformation	cœur	surface
t/d=1	0,025	27	36
	0,05	59	56
	0,1	125	122
	0,21	198	181
t/d=2,5	0,025	25	9
	0,1	124	97
	0,24	240	198
t/d=14	0,03	46	42
	0,1	180	163
	0,26	249	240

Tableau 7.5 – Comparaison de la contrainte interne intragranulaire calculé à l'aide de l'équation 7.4 entre 250 µm et 50 µm sous la surface libre.

La contrainte intragranulaire est plus importante à cœur qu'au niveau des zones situées à 50 µm sous la surface libre. Dans le cas de l'échantillon polycristallin t/d=14, les grains surfaciques sont environ 10% moins contraints que ceux à cœur en accord avec les résultats expérimentaux obtenus par Fourie [59] sur des polycritaux de cuivre. Cette réduction de la contrainte est aussi en bon accord avec les valeurs de 8% reportées numériquement par Barbe *et al.* [63] (modèle de plasticité cristalline avec écrouissage) et 20% par Sauzay [65, 113] (grains surfaciques sans écrouissage noyé dans un milieu élastoplastique). Avec une réduction du rapport t/d, l'effet de surface devient plus important. Les grains surfaciques de l'échantillon t/d=2,5 sont entre 20 et 300% moins contraints que leurs homologues à cœur. L'ecart de contrainte est maximal pour un niveau de déformation de 0,025 durant le stade II d'écrouissage. L'écart est ensuite diminué avec une augmentation de la déformation.

Le rôle de la déformation sur l'écart de contrainte entre les deux types de grains est sans doute à rapprocher de l'évolution du libre parcours moyen des dislocations avec la déformation comme souligné par Sauzay [65, 113]. Le libre parcours moyen étant plus important en début de déformation, la probabilité d'annihilation des dislocations au niveau de la surface libre est augmentée. Pour l'échantillon possédant un grain dans l'épaisseur, la différence de X_{intra} entre les localisations des observations est négligeable sauf pour les niveaux de déformation extrêmes : 0,025 et 0,18. Pour 0,025, l'augmentation de la contrainte en surface reste inexpliquée. A rupture, la différence est inférieure à 10%.

Comparativement aux résultats relatifs à l'étude des monocristaux issus des travaux de Fourie et Mughrabi, il apparaît que la profondeur du gradient de contrainte et l'ampleur de ce dernier est beaucoup plus important dans le cas des monocristaux orientés en glissement simple. Ce phénomène peut être expliqué par la différence de libre parcours moyen entre les deux types de matériaux, celui du monocristal étant de manière générale, dans le cas de matériaux purs, beaucoup plus important. L'orientation statistique des différents grains au sein du polycristal peut aussi influencer les résultats, en fonction de l'angle formé par les vecteurs de Burgers des systèmes

de glissement activés avec la normale à la surface libre. Dans le cas d'un grain orienté < 001 > par rapport à la direction de traction, l'angle entre les vecteurs de Burgers des huit systèmes de glissement activés et la normale à la surface libre est de 45 °. Dans le cas d'un grain orienté < 111 >, la valeur des angles varie entre 30 ° et 90 °. Les deux systèmes de glissement dont le vecteur de Burgers se situe dans le plan de la tôle ne pourront donc émerger à travers la surface libre, réduisant ainsi l'adoucissement surfacique par rapport à l'orientation < 001 >. Suivant la texture du matériau, cet adoucissement surfacique pourra donc être favorisé.

L'évolution du gradient de contrainte entre les zones surfaciques et à cœur avec le rapport t/d montre donc la présence d'un couplage entre effets de surface et transition polycristal-monocristal. La disparition progressive des joints de grains parallèles à la surface libre avec la réduction du rapport t/d augmente la zone d'influence des effets de surfaces jusqu'à ce que ces derniers soient présents sur l'ensemble de l'épaisseur. Ils réduisent ainsi le glissement multiple et retardent le glissement dévié, modifiant les contraintes intragranulaire et intergranulaire et les stades d'écrouissage. Dans le débat ouvert depuis le début des années 70 sur le rôle durcissant ou adoucissant des surfaces libres sur le comportement mécanique, les résultats obtenus sur les polycristaux de nickel vont dans le sens de ceux de Fourie, Mughrabi, Sauzay et Barbe *et al.* [44, 49, 63, 113] sur le rôle adoucissant des surfaces libres. La figure 7.13 schématise l'apparition des effets de surface et leur rôle sur la décroissance de la contrainte.

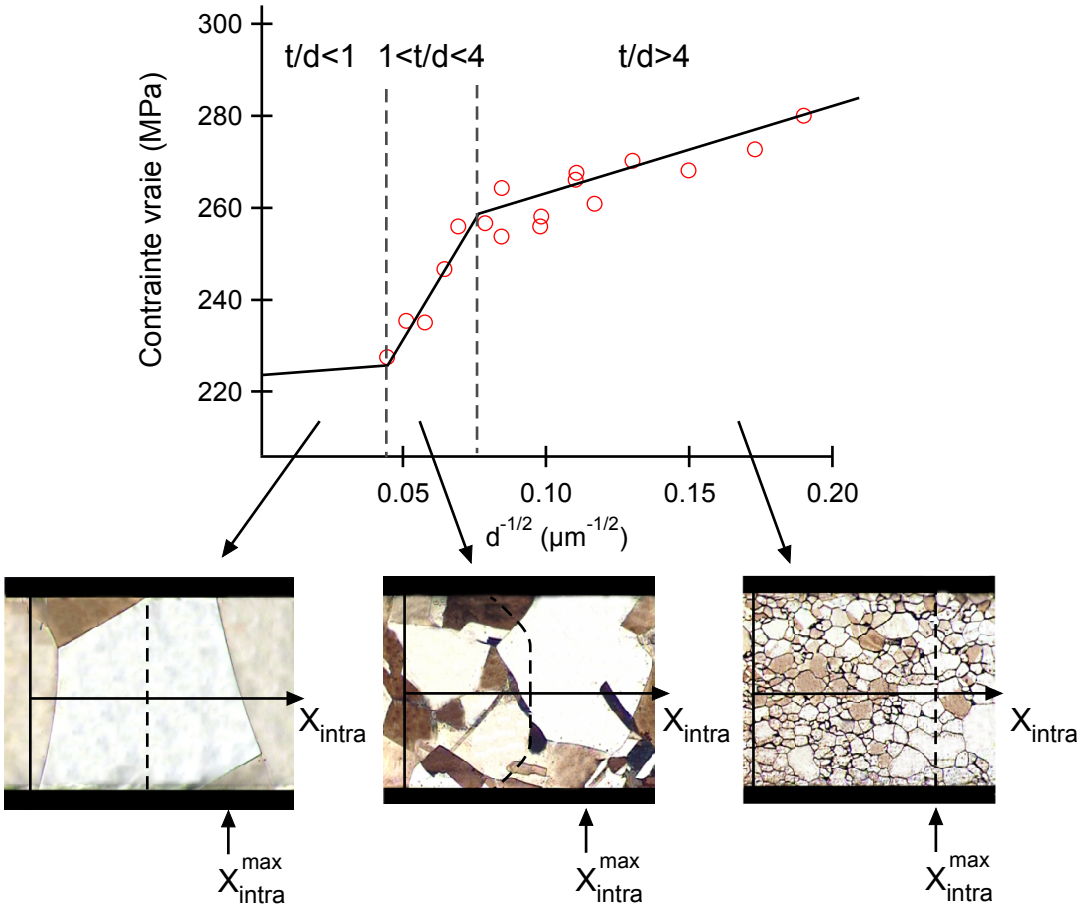


Figure 7.13 – Rôle des effets de surface sur le comportement mécanique.

7.3.3 Sources de dislocations en surface

La comparaison des courbes de traction du monocristal orienté [001] et celle du polycristal d'épaisseur 12,5 µm de texture cubique (chapitre 2) corrigée à l'aide du facteur de Taylor (M=2,48 ; mesure EBSD) est représentée figure 7.14.

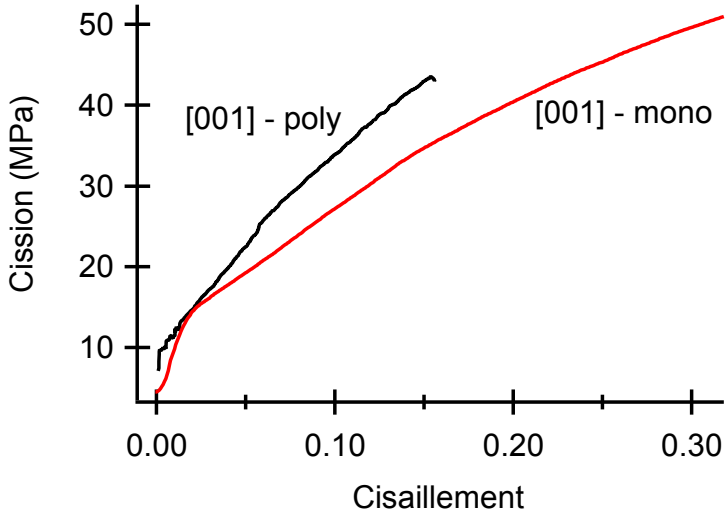


Figure 7.14 – Comparaison du comportement en traction simple d'un monocristal et d'un polycristal texturé orienté < 001 >.

Malgré la texture cubique fortement marquée de l'échantillon polycristallin (densité maximale de pôles supérieure à 20 et 90% des grains orientés selon la direction [001] avec une tolérance de ± 15 °), il demeure une différence de contrainte de cisaillement assez importante entre les deux échantillons. L'analyse des joints de grains de l'échantillon polycristallin non déformé a montré la prédominance à 60% de joints de grains de type Σ1. Ces joints de grains sont constitués de deux plans cristallographiques similaires, désorientés de quelques degrés seulement (désorientation inférieure à 15 °). Comparativement aux joints de type Σ3 très durcissant, les joints Σ1 ne devraient pas engendrer de durcissement important. L'absence de gradient de déformation, l'absence de couche d'oxyde, le faible effet de taille de grains et le fort effet de surface présents dans le cas de ce polycristal particulier laissent envisager l'existence d'un mécanisme supplémentaire responsable de la différence de contrainte entre les deux échantillons monocristallins et polycristallins.

Plusieurs auteurs ont montré l'existence d'une augmentation de la contrainte avec une réduction de l'épaisseur pour des monocristaux et des polycristaux cylindriques sollicités en traction simple et compression en l'absence de gradients de déformation [24, 114–116]. L'ordre de grandeur caractéristique des sections des échantillons étudiés par ces auteurs varie entre 500 et 100 nm [24] ; 50 et 12,5 µm [115] ; 8 et 0,3 µm [114] et 40 et 1 µm [116]. Ce durcissement apparaît généralement pour des valeurs de diamètres inférieurs à 20 µm et pourrait être expliqué par le rôle de plus en plus prépondérant pris par les sources de dislocations sur le comportement mécanique, notamment lorsque celles-ci sont tronquées par la présence de deux surfaces libres.

Dans ce cas, l'incrément de contrainte lié aux sources tronquées semble être correctement prédit par la formule 7.6 issue de la dynamique des dislocations discrètes (DDD) [117] :

$$\tau = 0,12\mu b\frac{\ln\left(L/b\right)}{L} \tag{7.6}$$

avec L la dimension minimale de la section. Dans le cas du polycristal de nickel, l'augmentation de contrainte reportée par l'équation 7.6 est de l'ordre de 2,5 MPa, bien inférieure à la différence de contrainte entre le monocristal et le polycristal de nickel, ne pouvant donc expliquer la différence de contrainte.

L'augmentation du rôle joué par la présence de sources surfaciques avec la réduction de l'épaisseur est également à considérer. Dans une étude récente, Han *et al.* [118] ont montré en DDD l'importance de la densité de sources de dislocations au niveau des surfaces libres, ces dernières pouvant engendrer un adoucissement ou un durcissement du comportement selon leur nombre sur une profondeur de l'ordre de 1 µm. Avec une réduction de l'épaisseur, la proportion de sources surfaciques sur le nombre total de sources augmente, pouvant provoquer la différence de comportement observée entre le monocristal et le polycristal orienté le long de la direction [001]. Des mesures statistiques du nombre de sources de dislocations doit donc être effectuées pour plusieurs valeurs d'épaisseurs pour pouvoir conclure sur cet effet. Si il s'avère pertinent, il pourrait représenter une piste pour l'explication de la différence de résultats obtenus sur les monocristaux d'aluminium par Kramer et Fourie [44, 54].

Conclusions et perspectives

L'étude expérimentale issue des essais mécaniques, traction et charge-décharge, ainsi que les observations en microscopie électronique en transmission ont montré une profonde modification des propriétés mécaniques du nickel polycristallin avec une transition volume/surface. Cette modification, non engendrée par un simple effet géométrique lié aux dimensions des éprouvettes, est le reflet de phénomènes complexes liés aux interactions entre la microstructure et les mécanismes de plasticité.

L'étude non exhaustive des travaux antérieurs à cette étude a permis de focaliser les recherches autour de trois effets de tailles contingents à une modification des dimensions : effets de taille de grains, effets d'épaisseur et effets du nombre de grains dans l'épaisseur (rapport t/d). Le choix de l'élaboration des deux types d'échantillons, effectué à partir de cette étude bibliographique, a permis de séparer les trois effets de tailles tout en gardant des caractéristiques microstructurales similaires indépendamment des épaisseurs, tailles de grains et rapports t/d employés. L'étude systématique de la microstructure en termes de texture cristallographique, de taille de grains, de répartition statistique et de type de joints de grains, entre autres, assure une étude intrinsèque des différents effets de tailles cités auparavant, contrairement à de nombreuses études antérieures.

L'analyse du comportement mécanique à l'aide d'essais de traction a tout d'abord permis de montrer, en dehors de tout gradient de déformation, une modification du comportement mécanique pilotée par deux paramètres : le rapport t/d et l'épaisseur. Le premier paramètre agit sur le comportement du matériau lorsque sa valeur devient inférieure à une valeur critique située entre 3 et 4, indépendamment du type d'échantillon employé. Cette valeur détermine la borne inférieure du comportement polycristallin classique. Sous cette valeur critique, le comportement devient multicristallin et se caractérise par un effet de taille de grains accru, une réduction de la multiplicité du glissement, un retard du glissement dévié et une réduction importante des contraintes internes à longue distance. En dessous d'un grain dans l'épaisseur, l'épaisseur des échantillons joue un rôle prépondérant sur le comportement mécanique. Cette deuxième valeur critique détermine le début du caractère quasi-monocristallin.

L'apport de la microscopie électronique à transmission a permis dans un deuxième temps de valider les conclusions obtenues à l'aide de la caractérisation mécanique à travers l'étude du diamètre moyen des cellules de dislocations. Cette analyse a montré une augmentation de ces derniers avec une réduction du rapport t/d. L'emploi de tests statistiques couplés à des populations de grains et cellules importantes, assure une différence de diamètres moyens représentative d'une modification du comportement liée à la réduction des deux paramètres rapport t/d et épaisseur, caractérisant ainsi un effet adoucissant. La comparaison des résultats issus de l'étude des grains situés à cœur et 50 µm sous la surface libre indique, de plus, la présence d'effets de surface avec l'apparition d'un gradient de contrainte entre la surface et le cœur. Les grains immédiatement situés sous la surface libre présentent un niveau de contrainte plus faible qui, avec la réduction du rapport t/d, s'étend sur les grains en profondeur pour finir par s'imposer à travers toute l'épaisseur.

Cette évolution du gradient de contrainte avec le rapport t/d entre les zones surfaciques et à cœur montre la présence d'un couplage entre effets de surface et transition polycristal-monocristal. La disparition progressive des joints de grains parallèles à la surface libre avec la réduction du rapport t/d augmente la zone d'influence des effets de surfaces jusqu'à ce que ces derniers soient présents sur l'ensemble de l'épaisseur. Ils réduisent ainsi le glissement multiple et retardent le glissement dévié, modifiant les contraintes intragranulaire et intergranulaire et les stades d'écrouissage. Dans le débat ouvert depuis le début des années 70 sur le rôle durcissant ou adoucissant des surfaces libres sur le comportement mécanique, les résultats obtenus sur les polycristaux de nickel confortent ceux de Fourie, Mughrabi, Sauzay et Barbe *et al.* [44, 49, 63, 113] sur le rôle adoucissant des surfaces libres.

Ces résultats sont néanmoins à compléter avec une analyse plus fine de certains paramètres. Une augmentation des populations de grains et cellules étudiées doit être effectuée afin de s'assurer une représentativité des cellules observées. De plus, l'analyse de densités de dislocations au sein des zones molles et dures doit être poursuivie pour différents niveaux de déformation à cœur et en surface, pour valider de manière définitive la présence d'un gradient de contrainte. Un calcul de la contrainte effective à partir des densités de dislocations dans les zones molles pour différentes valeurs de rapports t/d est par ailleurs nécessaire pour valider les résultats obtenus par essais de charge-décharge. Une amélioration du dispositif d'essai mécanique doit par ailleurs être effectuée afin de réaliser des essais de charge-décharge à des niveaux de déformation plus faibles et caractériser l'effet du rapport t/d durant les premiers instants de la plasticité, là où les contraintes d'incompatibilité de déformation sont les plus importantes.

D'autres expériences sont aussi nécessaires pour expliquer l'effet de certains paramètres microstructuraux tels que la texture cristallographique, la taille de grains moyenne et l'énergie de faute d'empilement sur l'effet du rapport t/d. Des tentatives d'explications de l'effet de ces deux derniers paramètres ont été avancées par Miyazaki *et al.* [34] à l'aide d'une modélisation basée sur la longueur d'onde des contraintes internes. Ils ont ainsi montré, à partir de leurs résultats expérimentaux, l'augmentation de la longueur d'onde des contraintes internes avec une réduction de la taille de grains ou de l'énergie de faute d'empilement, induisant des effets de surfaces plus important du fait de l'augmentation de la troncature du champ de contrainte par les surfaces libres. Les épaisseurs employées par ces auteurs n'ont cependant pas été suffisamment réduites pour faire apparaître le domaine quasi-monocristallin et ils ont extrapolé le niveau de contrainte pour les échantillons les plus minces à l'aide d'une valeur largement inférieure à celle réellement obtenue dans le cas du nickel. Les résultats obtenus à l'aide de leur modélisation sont donc critiquables du fait de cette extrapolation et une réécriture du modèle s'impose pour étudier l'effet du rapport t/d sur la longueur d'onde des contraintes internes. Cette étude pourrait ainsi permettre d'obtenir des valeurs de cette longueur interne de plasticité.

Pour l'effet de la texture sur le rapport t/d critique, une caractérisation expérimentale du rôle de l'orientation des grains sur l'adoucissement surfacique est une piste à explorer à travers une étude statistique des structures de dislocations présentes en surface suivant l'orientation des grains par rapport à celles obtenues à cœur pour une même orientation.

Ces différentes expériences pourraient être idéalement complétées par une étude numérique en éléments finis à l'aide d'un code de calcul basé sur la plasticité cristalline. Ce type d'outil numérique permettrait d'obtenir certaines informations microstructurales telles que le nombre de systèmes de glissement activés, la densité de dislocations ou la déformation plastique équivalente en fonction de la profondeur, dont la détermination expérimentale est fastidieuse. De plus, en modifiant certains paramètres tels que l'orientation préférentielle des grains, le libre parcours moyen, les densités de dislocations initiales ou la cission critique résolue, les mécanismes de modification du comportement avec la réduction des dimensions pourraient être affinés suivant le type de matériau employé.

Du point de vue de la mise en forme, l'apport de ces travaux montre une fois de plus l'importance du paramètre t/d au niveau industriel. Celui-ci permet d'assurer à un fournisseur un produit fini dont les propriétés mécaniques sont celles d'un matériau massique polycristallin. Dans ce cas, suivant l'épaisseur voulue pour le produit fini, la taille de grains représentera la variable d'ajustement. Le début de compréhension des mécanismes responsables de la modification du comportement laisse entrevoir des pistes supplémentaires pour ajuster le processus de mise en forme aux produits minces. Les modifications des caractéristiques du glissement entre échantillons de haut et bas rapports t/d pourraient être minimisées suivant la température ou la vitesse de sollicitation employée. Une augmentation de la température ou une baisse de la vitesse de sollicitation favorisant le glissement dévié, une mise en forme à chaud pourrait permettre de réduire le retard d'activation de ce dernier pour les matériaux minces, dès les premiers instants de la plasticité. A l'inverse, une réduction de la température ou une augmentation de la vitesse de sollicitation permettrai de favoriser le glissement multiple jusqu'à une certaine valeur limite de déformation, réduisant ainsi les différences de comportement entre échantillons massiques et surfaciques. Le choix de la température dépendra de la déformation plastique équivalente finale engendrée par le processus de mise en forme.

Ce dernier semble d'ailleurs avoir une influence sur la déformation plastique équivalente admissible par le matériau comme le montre la figure CLF pour différents trajets de chargement et deux rapports t/d différents.

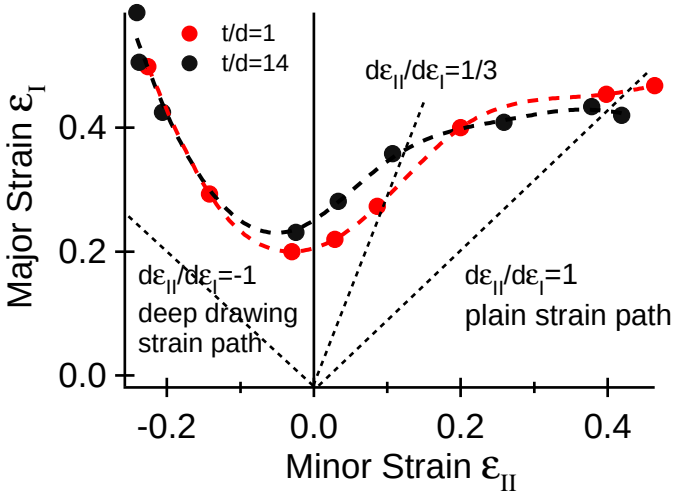


Figure CLF – Courbes limite de formage obtenues numériquement pour des échantillons de nickel de rapports t/d différents.

Cette figure provient de la réalisation d'essais de Nakazima [119] par simulation numérique en éléments finis, en collaboration avec Mohamed Rachik de l'Université de Technologie de Compiègne. Ces essais, basés sur l'emboutissage d'éprouvettes de différentes géométries, permet de calculer la déformation plastique équivalente admissible par le matériau pour différents trajets de chargement et ainsi de construire les courbes limites de formage. On observe sur la figure CLF que les trajets de chargement fortement biaxiaux ($\varepsilon_{\text{I}}/\varepsilon_{\text{II}} > \pm 1/2$) présentent des déformations plastiques admissibles indépendantes du rapport t/d. Cependant, pour les trajets de chargement dont le caractère biaxial est moins marqué ($\varepsilon_{\text{I}}/\varepsilon_{\text{II}} < \pm 1/2$), la déformation plastique équivalente admissible est réduite, notamment pour les valeurs de ε_{II} positives. Les procédés de mise en forme impliquant des trajets de chargement fortement biaxiaux semblent donc être plus appropriés pour la mise en forme des matériaux minces.

L'utilisation de la plasticité cristalline ou de codes de calculs en éléments finis micro-macro permettra de tester de manière plus fine l'influence de la sollicitation et des trajets de chargement sur le comportement des matériaux possédant peu de grains dans l'épaisseur et ainsi donner des solutions industrielles à mettre en œuvre pour améliorer le microformage.

Références bibliographiques

[1] E. Arzt. Size effects in materials du to microstructural and dimensional constraints : a comparative review. *Acta Materialia 46* (1998), 5611 – 5626.

[2] U. Engel, R. Eckstein. Microforming-from basic research to its realization. *Journal of Material Processing Technology 125-126* (2002), 35 – 44.

[3] M. Geiger, M. Kleiner, R. Eckstein, R. Tiesler, U. Engel. Microforming. *Annals of the CIRP 5 50* (2001), 445 – 462.

[4] A. Diehl, D. Staud, U. Engel. Mechanical characterisation of metal foils by hydraulic bulge test. *Steel Research International 79* (2008), 332 – 339.

[5] D. François, A. Pineau, A. Zaoui. Elasticité et plasticité. In *Comportement mécanique des matériaux*. Hermes, 1991.

[6] J. Gil Sevillano. Flow stress and work hardening. In *Material Science and Technology*, vol. 6. VCH Publishers Inc, 1993, pp. 18 – 88.

[7] M.F. Ashby. The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine 21* (1970), 399 – 424.

[8] A.W. Thompson. Polycrystal hardening. In *Work Hardening in Tension and Fatigue*. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1977, pp. 89 – 126.

[9] E. Aernoudt, P. Van Houtte, T. Leffers. Deformation and textures of metals at large strain. In *Material Science and Technology*, vol. 6. VCH Publishers Inc, 1993, pp. 90 – 133.

[10] X. Feaugas, H. Haddou. Grain-Size Effects On Tensile Behaviour Of Nickel and AISI 316L Stainless Steel. *Metallurgical Transactions 34A* (2003), 2329 – 2340.

[11] J.E. Flinn, D.P. Field, G.E. Korth, T.M. Lillo, J. Macheret. The flow stress behaviour of OFHC polycrystalline copper. *Acta Materialia 49* (2001), 2065 – 2074.

[12] T. Narutani, J. Takamura. Grain-size strengthening in terms of dislocation density measured by resistivity. *Acta Metallurgica and Materialia 39*, 8 (1991), 2037 – 2049.

[13] H. Mecking. Description of hardening curves of fcc single and polycrystals. In *Work Hardening in Tension and Fatigue*. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1977, pp. 66 – 88.

[14] D.V. Wilson. Relationships between microstructure and behaviour in the uniaxial tensile test. *J. Phys. D : Appl. Phys. 7* (1974), 954 – 968.

[15] X. Feaugas. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K : back stress and effective stress. *Acta Materialia 47*, 13 (1999), 3617 – 3632.

[16] H. Haddou. *Influence de la taille de grains et de l'énergie de défaut d'empilement sur l'état de contraintes internes développé au cours de la déformation plastique en traction simple et en fatigue oligocyclique (Alliages C.F.C).* Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 2003.

[17] E.O. Hall. The deformation and ageing of mild steel : III discussion of results. *Physical Society of London 64* (1951), 747 – 753.

[18] N.J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron Steel Institute 174* (1953), 25 – 28.

[19] Y.T. Zhu, T.G. Langdon. Influence of grain size on deformation mechanisms : An extension to nanocrystalline materials. *Material Science and Engineering A409* (2005), 234 – 242.

[20] H.H. Fu, D.J. Benson, M.A. Meyers. Analytical and computaional description of effect of grain size on yield stress of metals. *Acta Materialia 49* (2001), 2567 – 2582.

[21] R.Venkatraman, J.C. Bravman. Separation of film thickness and grain boundary strengthening effect in Al thin films on Si. *Journal of Materials Research 7* (1992), 2040 – 2048.

[22] Y. Xiang, J.J. Vlassak. Bauschinger effect in thin metal films. *Scripta Materialia 53* (2005), 177 – 182.

[23] W.D. Nix. Yielding and strain hardening of thin metal film on substrates. *Scripta Materialia 39* (1998), 545 – 554.

[24] M.A. Haque , M.T.A Saif. Strain gradient effect in nanoscale thin films. *Acta Materialia 51* (2003), 3053 – 3061.

[25] B. Von Blanckenhagen, E. Arzt, P. Gumbsch. Discrete dislocation simulation of plastic deformation in metal thin films. *Acta Materialia 52* (2004), 773 – 784.

[26] H.D. Espinosa, B.C. Prorok, B. Peng. Plasticity size effect in free-standing submicron polycristallin FCC films subjected to pure tension. *Journal of the Physics and Mechanics of solids 52* (2004), 667 – 689.

[27] J.F. Michel, P. Picart. Size effects on the constitutive behaviour for brass in sheet metal forming. *Journal of Material Processing Technology 141* (2003), 439 – 446.

[28] G. Simons, Ch. Weippert, J. Dual, J. Villain. Size effects in tensile testing of thin cold roller and annealed Cu foils. *Material Science and Engineering A416* (2006), 290 – 299.

[29] M. Klein, A. Hadrboletz, B. Weiss, G. Khatibi. The size effect on the stress-strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils. *Material Science and Engineering A319-321* (2001), 924 – 928.

[30] B. Weiss, V. Gröger, G. Khatibi, A. Kotas, P. Zimprich, R. Stickler, B. Zagar. Characterization of mechanical and thermal properties of thin cu foils and wires. *Sensors and Actuators A99* (2002), 172 – 182.

[31] J.S. Stölken, A.G. Evans. A microbend test method for measuring the plasticity lengh scale. *Acta Materialia 46* (1998), 5109 – 5115.

[32] A.W. Thompson. Use of non-polycrystal specimens in mechanical behaviour tests. *Scripta Metallurgica 8* (1973), 145 – 148.

[33] R.W. Armstrong. On size effects in polycristal plasticity. *Journal of the Physics and Mechanics of solids 9* (1961), 196 – 199.

[34] S. Miyazaki , K. Shibata, H. Fujita. Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycristalline aggregates with various grain size. *Acta Metallurgica 27* (1979), 855 – 862.

[35] P.J.M. Janssen, Th.H. de Keijser, M.G.D. Geers. An experimental assessment of grain size effect in the uniaxial straining of thin Al sheet with a few grains across the tickness. *Material Science and Engineering A419* (2006), 238 – 248.

[36] L.V. Raulea, A.M. Goijaerts, L.E. Govaert, F.P.T. Baaijens. Size effects in the processing of thin metal sheets. *Journal of Material Processing Technology 115* (2001), 44 – 48.

[37] J.T. Gau, C. Principe, J. Wang. An experimental study on size effects on flow stress and formability of aluminium and brass microforming. *Journal of Material Processing Technology 184* (2007), 42 – 46.

[38] T.A. Kals, R. Eckstein. Miniaturization in sheet metal working. *Journal of Material Processing Technology 103* (2000), 95 – 101.

[39] N. Hansen. The effect of grain size and strain on the tensile flow stress of Aluminium at room temperature. *Acta Metallurgica 25* (1977), 863 – 869.

[40] K. Sumino, M. Yamamoto. Plastic deformation of foil copper crystals-I study of work hardening behaviour. *Acta Metallurgica 11* (1963), 1223 – 1234.

[41] K. Sumino, Y. Kawasaki, M. Yamamoto, M.P. Sumino. Plastic deformation of foil copper crystals-II electron microscopical study . *Acta Metallurgica 11* (1963), 1235 – 1243.

[42] E. Nakamashi, K. Hiraiwa, H. Morimoto, M. Harimoto. Elastic/crystalline viscoplastic finite element analyses of single- and polyc-crystal sheet deformation and their experimental verification. *International Journal of Plasticity 16* (2000), 1419 – 1441.

[43] S. Quilici, S. Forest, G. Cailletaud. On size effects in torsion of multi- and polycrystalline specimens. *Journal of Physics IV 8* (1998), 325 – 332.

[44] J.T. Fourie. The flow stress gradient between the surface and centre of deformed copper single crystals. *Philosophical Magazine 17* (1967), 735 – 756.

[45] J.T. Fourie. Sub-surface dislocation structure of deformed copper. *Philosophical Magazine 21* (1970), 977 – 985.

[46] J.T. Fourie. The soft-surface effect in deformed α-phase Cu-5.8at.%Al. *Acta Metallurgica 20* (1972), 1291 – 1296.

[47] J.T. Fourie. The soft-surface effect in plastically deformed aluminium. *South African Journal of Physics 3* (1980), 67 – 72.

[48] H. Mughrabi. Investigation of plastically deformed copper single crystal in the stress applied state. *Physica Status Solidi 39* (1970), 317 – 327.

[49] H. Mughrabi. Some consequences of surface and size effects in plastically deformed copper single crystals. *Physica Status Solidi 44* (1971), 391 – 402.

[50] R.J. Murphy. The anisotropic hardness of plastically deformed copper crystals. *Scripta Metallurgica 3* (1969), 905 – 910.

[51] T. Tabata, H. Fujita. An electron study of dislocation arrangement in the surface layer of aluminium single crystals. *Journal of the Physical Society of Japan 32* (1972), 1536 – 1544.

[52] H. Suzuki, S. Ikeda, S. Takeushi. Deformation in thin copper crystals. *Journal of the Physical Society of Japan 11* (1956), 382 – 393.

[53] J.T. Fourie. Surface and size effets in unloading yield point. *Philosophical Magazine 22* (1970), 923 – 929.

[54] I.R. Kramer. The effect of surface removal on the plastic flow characteristics of metals. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME 227* (1963), 1003 – 1010.

[55] F.R.N. Nabarro. Surface effects in crystal plasticity - overview from the crystal plasticity standpoint. In *Surface effects in crystal plasticity* (1977), R.M. Latanision, J.T. Fourie, Ed., Nato Advanced Study Institutes Series, pp. 66 – 88.

[56] Z.S. Basinski. Surface effects in uniaxial plastic deformation. In *Surface effects in crystal plasticity* (1977), R.M. Latanision, J.T. Fourie, Ed., Nato Advanced Study Institutes Series, pp. 66 – 88.

[57] K. Kolb, E. Macherauch. The flow stress of surface layers of polycrystalline nickel and its influence on the residual stresses in deformed specimens. *Philosophical Magazine 7* (1961), 415 – 426.

[58] K. Kolb, E. Macherauch. Röntgenographische bestimmung der eigenspannungsverteilung über dem querschnitt zugverformter nickelvielkristalle mit hilfe einer rotationssymmetrischen abätzmethode. *Z. Metallkde 53* (1962), 580 – 586.

[59] J.T. Fourie. Soft surface effect in copper single crystals oriented for multiple glide and in polycrystalline copper. In *Strenght of Metals and Alloys proceedings of the* 7^{th} *international conference* (1986), Pergamon Press, pp. 99 – 104.

[60] R. Keller, W.K. Zielinski, W.W. Gerberich. On the onset of low-energy dislocation substructures in fatigue : grain size effects. *Material Science and Engineering A113* (1989), 267 – 280.

[61] P.R. Swann. The dislocation distribution near the surface of deformed copper. *Acta Metallurgica 14* (1966), 900 – 903.

[62] U. Essmann, M. Rapp, M. Wilkens. Die versetzungsanordnung in plastisch verformten kupfer-vielkristallen - The dislocation arrangement in coldworked polycristalline copper rods. *Acta Metallurgica 16* (1968), 1275 – 1286.

[63] F. Barbe, S. Forest, G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behaviour of polycristalline aggregates. *International Journal of Plasticity 17* (2001), 537 – 563.

[64] T.E. Buchheit, R.J. Bourcier, G.W. Wellman, M.K. Neilsen. Intergranular and intragranular behaviour of polycristalline aggregates. *Modelling and Simulation in Material Science and Engineering 5* (1997), 421 – 437.

[65] M. Sauzay, P. Gilormini. Inclusion élastoplastique en surface. *Compte Rendu de l'acadadémie des sciences Paris, Série II b 328* (2000), 117 – 122.

[66] S. Berbenni, V. Favier, M. Berveiller. Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity 23*, 1 (2007), 114 – 142.

[67] D. Chateigner. Combined analisys : structure, texture, microstructrure, phase, stresses-reflectivity determination by x-ray and neutrons scattering. http ://www.ecole.ensicaen.fr/ chateign/texture/combined.pdf, 2006.

[68] L. Lutterotti, S. Matthies, H.R. Wenk. Maud (material analysis using diffraction) : a user friendly java program for rietveld texture analysis and more. In *Proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials (ICOTOM-12)* (1999), vol. 1, National Research Council of Canada, pp. 1599 – 1604.

[69] D. Juul Jensen, A.W. Thompson, N. Hansen. The role of grain size and strain in work hardening and texture development. *Metallurgical Transactions 20* (1989), 2803 – 2810.

[70] Landolt, B. *Landolt-Börnstein tables*, vol. III. Springer-Verlag, 1966, p. 6.

[71] S. Nemat-Nasser, A. Maximenko, E. Olevsky. Modeling the plastic response of thin metal membranes. *Journal of the Physics and Mechanics of solids 54* (2006), 2474 – 2494.

[72] A.D. Rollet, S.I. Wright. Typical textures in metals. In *Texture and anisotropy.* Cambridge University Press, 2000, pp. 178 – 224.

[73] C.B. Thomson, V. Randle. Fine tuning at $\Sigma 3^n$ boundaries in nickel. *Acta Materialia 45*, 12 (1997), 4909 – 4916.

[74] L. Lu, M.L. Sui, K. Lu. Superplastic extensibility of nanocrystalline copper at room temperature. *Science 25*, 287 (2000), 1463 – 1466.

[75] P. Lin, G. Palumbo, U. Erb, K.T. Aust. Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600. *Scripta Metallurgica et Materialia 33*, 9 (1995), 1387 – 1392.

[76] E.M. Lehockey, G. Palumbo. On the creep behaviour of grain boundary engineered nickel. *Material Science and Engineering A237* (1997), 168 – 172.

[77] E.M. Lehockey, G. Palumbo, K.T. Aust, U. Erb, P. Lin. On the role of intercrystalline defects in polycrystal plasticity. *Scripta Materialia 39* (1998), 341 – 346.

[78] B. Alexandreanu, B.H. Sencer, V. Thaveeprungsriporn, G.S. Was. The effect of grain boundary character distribution on the high temperature deformation behavior of Ni-16Cr-9Fe alloys. *Acta Materialia 51* (2003), 3831 – 3848.

[79] H. Mughrabi. On the current understanding of strain gradient plasticity. *Material Science and Engineering A387-389* (2004), 209 – 213.

[80] P.J.M. Janssen, J.P.M. Hoefnagels, Th.H. de Keijser, M.G.D. Geers. Processing induced size effects in plastic yielding upon miniaturisation. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids 56*, 8 (2008), 2687 – 2706.

[81] M. Henning, H. Vehoff. Statistical size effects based on grain size and texture in thin sheets. *Material Science and Engineering A452-453* (2007), 602 – 613.

[82] T. Fülop, W.A.M. Brekelmans, M.G.D. Geers. Size effect from grain statistics in ultra-thin metal sheets. *Journal of Material Processing Technology 174* (2006), 233 – 238.

[83] E. Mazza, G. Danuser, J. Dual. Light optical deformation measurements in microbars with nanometer resolution. *Microsystem technologies 2* (1996), 83 – 91.

[84] J.I. Dickson, J. Boutin, L. Handfield. A comparaison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Material Science and Engineering 64* (1984), L7 – L11.

[85] A.H. Cottrel. Dislocations and plastic flow in crystals. *Oxford University Press, London* (1953).

[86] X. Feaugas. *Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental.* Habilitation à diriger des recherches, Université de Technologie de Compiègne, 1999.

[87] J.P. Poirier. *Creep of crystals.* Cambridge University Press, 1985.

[88] H. Mecking, U.F. Kocks. Kinetics flow and strain hardening. *Acta Metallurgica 29* (1981), 1865 – 1875.

[89] U.F. Kocks, H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening : the fcc case. *Progress in Materials Science 48* (2003), 171 – 273.

[90] H. Mughrabi. A two-parameter description of heterogeneous dislocation distribution in deformed metal crystals. *Material Science and Engineering A85* (1987), 15 – 31.

[91] D. Kuhlmann-Wilsdorf. Theory of plastic deformation : - properties of low energy dislocation structures. *Material Science and Engineering A113* (1989), 1 – 41.

[92] U. Essmann, H. Mughrabi. Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities. *Philosophical Magazine A40* (1979), 731 – 756.

[93] J.A. DelValle, A.C. Picasso, R. Romero. Work-hardening in inconel X-750 : study of stage II. *Acta Materialia 46* (1998), 1981 – 1988.

[94] M. Rudloff, M. Risbet, C. Keller, E. Hug. Influence of the size effect on work hardening behaviour in stage ii of Ni20wt.%Cr. *Materials Letters 62*, 20 (2008), 3591 – 3593.

[95] T. Tabata, K. Takagi, H. Fujita. The effect of grain size and deformation sub-structure on mechanical properties of polycristalline copper and Cu-Al alloys. *Material Transactions JIM 16* (1975), 569 – 579.

[96] X. Feaugas, H. Haddou. Effects of grain size on dislocation organization and internal stresses developed under tensile loading in fcc metals. *Philosophical Magazine 87* (2007), 989 – 1018.

[97] N. Hansen, X. Huang. Microstructure and flow stress of polycrystals and single crystals. *Acta Materialia 46* (1998), 1827 – 1836.

[98] X. Huang. Grain orientation effect on microstructure in tensile strained copper. *Scripta Metallurgica 38* (1998), 1697 – 1703.

[99] N. Hansen, B. Ralph. The strain and grain size dependence of the flow stress of copper. *Acta Metallurgica 30* (1982), 411 – 417.

[100] J.G. Rao, S.K. Varma. The effect of grain size and strain rate on the substructures and mechanical properties in nickel 200. *Metallurgical Transactions A24* (1993), 2559 – 2568.

[101] D. Sil, S.K. Varma. The combined effect of grain size and strain rate on the dislocation substructures and mechanical properties in pure aluminium. *Metallurgical Transactions A24* (1993), 1153 – 1161.

[102] J.J. Gracio, J.V. Fernandes, J.H. Schmitt. Effect of grains size on substructural evolution and plastic behaviour of copper. *Material Science and Engineering A118* (1989), 97 – 105.

[103] I. Barker, N. Hansen, B. Ralph. The development of deformation substructures in face-centred cubic metals. *Material Science and Engineering A113* (1989), 449 – 454.

[104] M. Risbet, X. Feaugas. Some comments about fatigue crack initiation in relation to cyclic slip irreversibility. *Engineering Fracture Mechanics 75*, 11 (2008), 3511 – 3519.

[105] R. Rakotomalala. Comparaison de populations-tests paramétriques. http ://eric.univ-lyon2.fr/ricco/cours/ cours/Comp_Pop_Tests_Parametriques.pdf, 2008.

[106] R. Rakotomalala. Comparaison de populations-tests non paramétriques. http ://eric.univ-lyon2.fr/ricco/cours/ cours/Comp_Pop_Tests_NonParametriques.pdf, 2008.

[107] G.Y. Kim Jun Ni, M. Koç. Modeling of the size effects on the behaviour of metals in microscale deformation processes. *Transaction of the ASME 129* (2007), 470 – 476.

[108] F. Vollertsen, H. Schulze Niehoff, Z. Hu. State of the art in micro formings. *International Journal of Machine Tools & Manufacture 46* (2006), 1172 – 1179.

[109] A.W. Thompson. Effect of grain size on work hardening in nickel. *Acta Metallurgica 25* (1977), 83 – 86.

[110] A.W. Thompson. Yielding in nickel as a function of grain size or cell size. *Acta Metallurgica 23* (1975), 1337 – 1342.

[111] X. Feaugas. Communication personnelle.

[112] Haasen, P. Plastic deformation of nickel single crystals at low temperatures. *Philosophical Magazine 8* (1958), 384 – 418.

[113] M. Sauzay. Large plastic strains in surface grains. *Journal of Physic IV 11* (2001), 309 – 315.

[114] D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm, R. Pippan. A further step towards an understanding of size-dependant crystal plasticity : In sity tension experiments of miniaturized sigle-crystal copper samples. *Acta Materialia 56* (2008), 580 – 592.

[115] D. Kiener, M. Rester, S. Scheriau, B. Yang, R. Pippan, G. Dehm. Influence of external and internal lenght scale on the flow stress of copper. *International Journal of Material Research 98*, 11 (2007), 1047 – 1053.

[116] D.M. Dimiduk, M.D. Uchic, T.A. Parthasarathy. Size-affected single slip behaviour of pure nickel microcrystals. *Acta Materialia 53* (2005), 4065 – 4077.

[117] Dehm, G. Miniaturized single-crystalline fcc metals deformed in tension : New insights in size-dependent plasticity. *Progress in Materials Science doi :10.1016/j.pmatsci.2009.03.005* (2009), 225 – 233.

[118] C.S. Han, A. Hartmaier, H. Gao, Y. Huang. Discrete dislocation dynamics simulations of surface induced size effects in plasticity. *Material Science and Engineering A415* (2006), 225 – 233.

[119] K. Nakazima, T. Kikuma, T. Hasuka. Study on the formability of steel sheets. *Yawata Technical Report 284* (1968), 140 – 141.

[120] K.C. Thompson-Russel, J.W. Edington. Electron microscope specimen preparation techniques in materials science. In *Practical electron microscopy in materials science*, vol. 5. Macmillan, Philips technical library, 1977.

[121] P.B. Hirth , A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M.J.Whelan. *Electon microscopy of thin crystals*, vol. 2ème édidtion. ButterwKrieger Publishing Companyorths, London, 1967.

[122] S. Matthies, M. Humbert. On the principle of a geometric mean of even-rank symmetric tensors for textured polycrystals. *Journal of Applied Crystallography 28* (1995), 254 – 266.

[123] N.R. Drapper, H. Smith. Applied regression analysis. In *Wiley series in probability and statistics*. John Wiley & Sons, 1998.

Liste des symboles et accronymes

A	coefficient d'anistropie élastique
α	paramètre d'écrouissage
b	vecteur de Burgers
β	rapport entre libre parcours moyen et distance inter-dislocations
γ_{efe}	énergie de faute d'empilement
γ	cisaillement
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement
d	taille de grains
$\mathrm{d_m}$	taille de grains moyenne
Δ_{II}	taux d'écrouissage latent en stade II
E	module d'Young
$\varepsilon_{\text{I/II}}$	déformation d'activation du stade II
$\varepsilon_{\text{II/III}}$	déformation d'activation du stade III
$\Delta\varepsilon_{\text{II}}$	longueur du stade II
ε_{ij}	composantes du tenseur des déformations
$\dot{\varepsilon}_{ij}$	composantes du tenseur des vitesses de déformation
ε	déformation
ε_p	déformation plastique
$\dot{\varepsilon}$	vitesse de déformation
e	épaisseur des murs de dislocations
F_s	facteur de Schmid
f_w	fraction volumique de zones dures
f_G	fraction numérique de grains présentant des cellules de dislocations
$f(g)$	fonction de distribution d'orientations des grains
θ	taux d'écrouissage
θ_{II}	taux d'écrouissage en stade II
k_{HP}	constante de la loi de Hall-Petch
k_{X}	constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne
k_{eff}	constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective
k_g	constante
$\vec{m}_s$	normale au plan de glissement s
μ	module de cisaillement
M	facteur de Taylor
$\vec{n}_s$	direction de glissement du plan s
ν	coefficient de Poisson

ρ	densité de dislocations totale
ρ_{GNB}	densité de dislocations géométriquement nécessaires
ρ_c	densité de dislocations dans les zones molles
ρ_w	densité de dislocations dans les zones dures
P	puissance plastique dissipée probabilité d'annihilation de deux dislocations
σ	contrainte d'écoulement écart type d'une distribution
σ_{ij}	composantes du tenseur des contraintes
σ_0	constante de la loi de Hall-Petch
σ_{eff}	contrainte effective
σ_{e}	limite d'élasticité conventionelle
$\sigma_{\text{I/II}}$	contrainte d'activation du stade II
$\sigma_{\text{II/III}}$	contrainte d'activation du stade III
$(\sigma\theta)_0$	contribution des joints de grains à l'écrouissage
τ	cission
τ_c	cission critique résolue
ϕ	diamètre d'une cellule de dislocations
ϕ_m	diamètre moyen des cellules de dislocations
ω_{ij}	composantes du tenseur des rotations
t	epaisseur
t/d	nombre de grains dans l'épaisseur
V_a	volume d'activation apparent
X	contrainte interne
X_{inter}	contrainte interne intergranulaire
X_{intra}	contrainte interne intragranulaire
X_0	constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne
σ^0_{eff}	constante de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective
y	distance critique d'annihilation de deux dislocations

E.B.S.D.	Electron BackScattered Diffraction
M.E.B.	Microscope électronique à Balayage
M.E.T.	Microscope électronique en Transmission
R.X.	Rayons X
D.L.	Direction de laminage
D.T.	Direction transverse
D.N.	Direction normale
c.f.c.	cubique faces centrées
c.c.	cubique centré

Annexes

Techniques expérimentales

A.1 Préparation des échantillons

Les différentes techniques d'analyse microstructurale, microscopie optique, microscopie électronique et analyse de texture nécessitent une préparation d'échantillon adéquate.

A.1.1 Echantillons pour analyses optique, MEB et RX

Découpe

Suivant l'application utilisée, les échantillons ont été découpés par trois outils différents :

- cisaille ;
- mini tronçonneuse du type Dremel ;
- tronçonneuse Accutom Struers.

Ces trois techniques ont permis de minimiser les modifications de microstructure près des bords de découpe afin de ne pas fausser les analyses.

Polissage et attaque

Après l'étape de découpe, les échantillons ont été polis dans un premier temps mécaniquement à l'aide de papier de verre de grains 800, 1200, 2400 et 4000. Ces phases de polissage ne sont cependant pas suffisantes pour une analyse correcte de la microstructure. Une dernière étape d'électropolissage est nécessaire pour obtenir un poli miroir parfait. L'électropolissage consiste à placer l'échantillon métallique en contact d'une solution d'acide, puis d'appliquer une différence de potentiel entre l'échantillon et une électrode. Cette technique permet de dissoudre localement, sur la surface du matériau, les aspérités et d'enlever la couche de matière préalablement écrouie par le polissage mécanique.

Les caractéristiques de l'électropolissage sont les suivantes :

- materiel : électropolisseuse Struers Lectropol ;
- électrolyte : marque Struers $A2$, solution d'acide perchlorique et d'éthanol ;
- tension : 24V ;
- intensité du courant : 1,5A.

Une étape d'attaque chimique est ensuite nécessaire pour révéler les joints de grains et ainsi procéder à l'étude de la répartition de la taille de grains en microscopie optique. L'attaque est effectuée en utilisant une solution d'acide chlorhydrique (20 ml), d'éthanol (20 ml) et de sulfate de cuivre anhydre (4g), encore appelé réactif de Marble. Suivant la taille de grains, le temps d'immersion de la surface des échantillons varie entre quelques dizaines de secondes (tailles de grains importantes) et quelques minutes (faibles tailles de grains). Les joints de grains sont alors révélés et l'analyse microstructurale devient possible.

Enrobage

Pour les analyses en microscopie optique et électronique à balayage, les échantillons sont enrobés avec différentes résines afin de faciliter leur manipulation. Pour les observations optiques, la résine employée est une résine à froid à durcissement rapide ne conduisant pas les électrons. Pour les analyses en mode imagerie en MEB, une résine conductrice à chaud a été employée, réduisant ainsi les phénomènes de charge de la résine sous le faisceau d'électrons.

A.1.2 Echantillons pour analyses MET

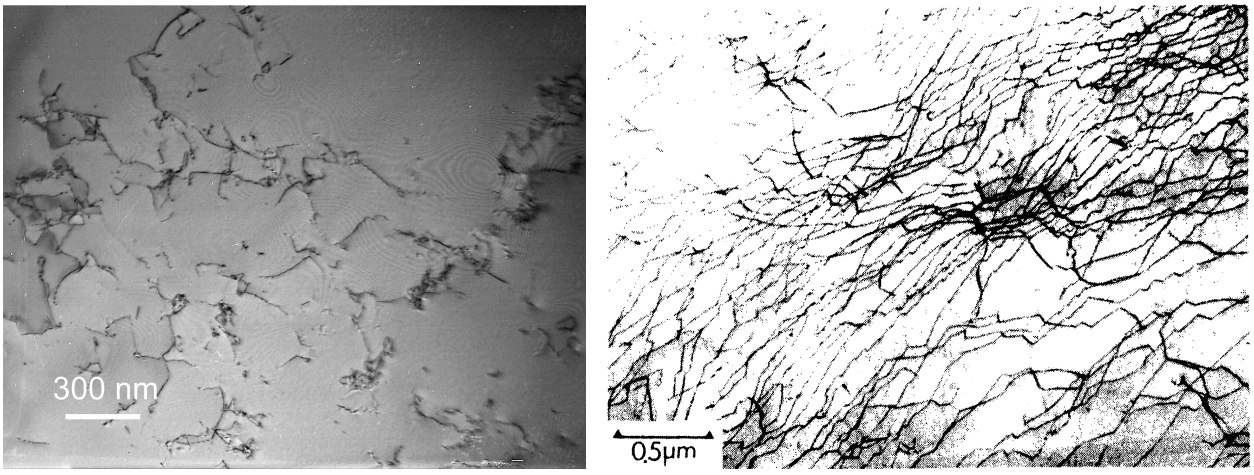
La préparation des lames minces pour la microscopie électronique en transmission doit faire l'objet de nombreux soins, notamment pour l'observation de dislocations, ces dernières pouvant apparaître durant les phases de préparation si l'échantillon est déformé. Les différentes lames minces ont été prélevées à partir d'éprouvettes de traction préalablement déformées. Des bandes d'une largeur d'environ 4 mm ont été découpées perpendiculairement à l'axe de traction en utilisant une mini tronçonneuse. Une fois ces bandes découpées, trois carrés de 4 mm de coté sont a leur tour découpés à l'intérieur de ces bandes.

Pour les échantillons d'épaisseur 500 µm, ces carrés ont ensuite été arrondis à l'aide de papier de verre de grains 1200 dans le but d'obtenir des disques d'un diamètre de 3 mm. Ces disques ont ensuite été amincis mécaniquement à l'aide de papiers 1200 et 2400 pour réduire leur épaisseur à environ 100-120 µm. Dans le cas des lames minces obtenues à cœur, l'amincissement mécanique a été effectué des deux cotés du disque en enlevant 200 µm de matériau de chaque coté. Pour les lames minces prélevées en surface, l'amincissement mécanique a été effectué d'un seul coté en enlevant 400 µm de matière et en préservant une surface libre. Pour les échantillons d'épaisseur inférieure à 500 µm, seuls les échantillons d'épaisseur 250 µm ont été arrondis sous la forme de disque puis amincis mécaniquement. Pour les épaisseurs plus faibles, la fragilité de l'échantillon empêche toute manipulation de ce type. Les carrés ont été conservés tels quels.

Pour être observables, les lames minces doivent posséder une épaisseur locale d'environ quelques centaines de nanomètres. Les lames minces ont donc été amincies à l'aide d'une électropolisseuse double jet (TenuPol) de marque Struers. Cet appareil permet d'effectuer un polissage électrolytique de part et d'autre de la lame mince jusqu'au perçage de cette dernière. Au bord du trou, la zone de matière est généralement observable par MET. L'électrolyte utilisé pour l'électropolissage des lames minces de nickel est une solution constituée à 25% d'acide nitrique et à 75% de méthanol.

La différence de potentiel employée est comprise entre 7,5 et 10 V pour une intensité de 120 mA.

L'ensemble du processus de préparation des lames minces n'introduit pas de dislocations au niveau de la matière comme le montre la figure A.1(a) pour un échantillon de nickel non déformé de taille de grains 250 µm. La figure A.1(b) représente un exemple de dislocations introduites lors de la préparation des lames minces [120]. Ces dislocations sont des segments allongés clairement différentiables des autres dislocations initialement présentes au sein du matériau.



(a) (b)

Figure A.1 – (a) Dislocations résiduelles après recristallisation pour un échantillon de taille de grains 250 µm non déformé et (b) exemple de dislocations introduites lors du polissage ou de la manipulation de la lame mince [120].

A.2 Analyses microstructurales

Quatre principales techniques d'analyses ont été utilisées pour analyser la microstructure : microscopie optique, à balayage, à transmission et diffraction des rayons X ou neutrons.

A.2.1 Analyse de la taille de grains

La taille de grains a été calculée par microscopie optique et microscopie à balayage à l'aide de l'EBSD sur un MEB de marque Zeiss.

En microscopie optique, l'échantillon préalablement enrobé, poli et attaqué est ensuite observé au grossissement adéquat. Un diaporama de la surface composé de plusieurs clichés est ensuite effectué afin d'obtenir une image de la microstructure. Le nombre de grains appartenant au diaporama est de l'ordre de quelques centaines. L'image est ensuite imprimée puis les grains sont dessinés sur un papier transparent. Le dessin est ensuite numérisé puis traité à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image. Une aire moyenne est alors reportée pour chaque grain par le logiciel et, en effectuant l'hypothèse d'un grain sphérique, le diamètre moyen d_m peut être calculé pour chaque échantillon.

En microscopie à balayage, l'échantillon électropoli est analysé à l'aide de l'EBSD. Cette technique d'analyse est basée sur la rétrodiffusion de certains électrons. Le MEB permet d'obtenir une image d'un échantillon à l'aide d'interactions entre celui-ci est le faisceau d'électron. L'interaction entre l'échantillon et les électrons donne lieu à plusieurs types de signaux comme le montre la figure suivante :

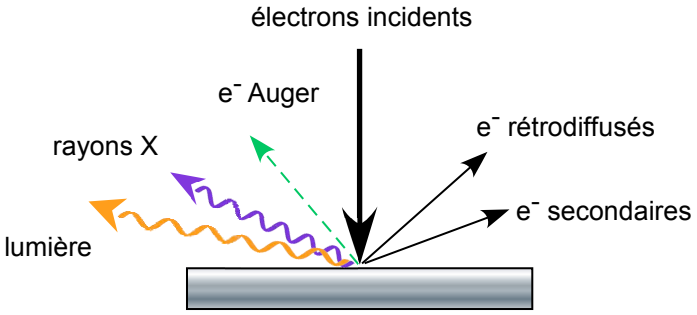


Figure A.2 – Illustration des différentes interactions possibles entre un échantillon et le faisceau d'électrons issus du MEB.

Les électrons rétrodiffusés sont diffractés par le réseau cristallin du matériau et permettent d'accéder localement à l'orientation cristallographique de la matière. Pour pouvoir obtenir cette information, l'échantillon doit être orienté à 70 ° par rapport à l'axe horizontal et un capteur spécifique doit être utilisé comme le montre la figure A.3 :

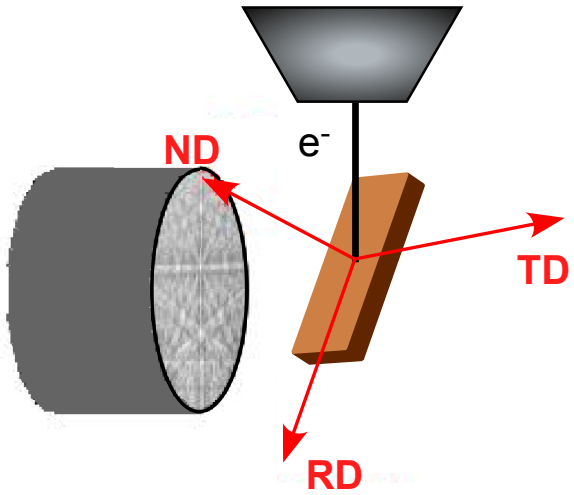


Figure A.3 – Disposition de l'échantillon pour l'EBSD.

En balayant toute la surface du matériau, on obtient pour chaque point l'orientation locale de celui-ci et il est alors possible de reconstruire les grains des polycristaux dans lesquels l'orientation de la matière est similaire (désorientation inférieure à 5 °). Dès lors, on peut obtenir facilement l'aire moyenne des grains analysés et ainsi obtenir leur diamètre moyen d_m comme dans le cas de

la microscopie optique. Les deux méthodes donnent des résultats similaires en prenant en compte les joints de mâcles (joints Σ3) comme joints de grains. Les caractéristiques de l'analyse sont les suivantes :

- tension : 28 kV ;
- distance de travail : 10-12 mm ;
- pas : environ 1/10 de la taille de grains.

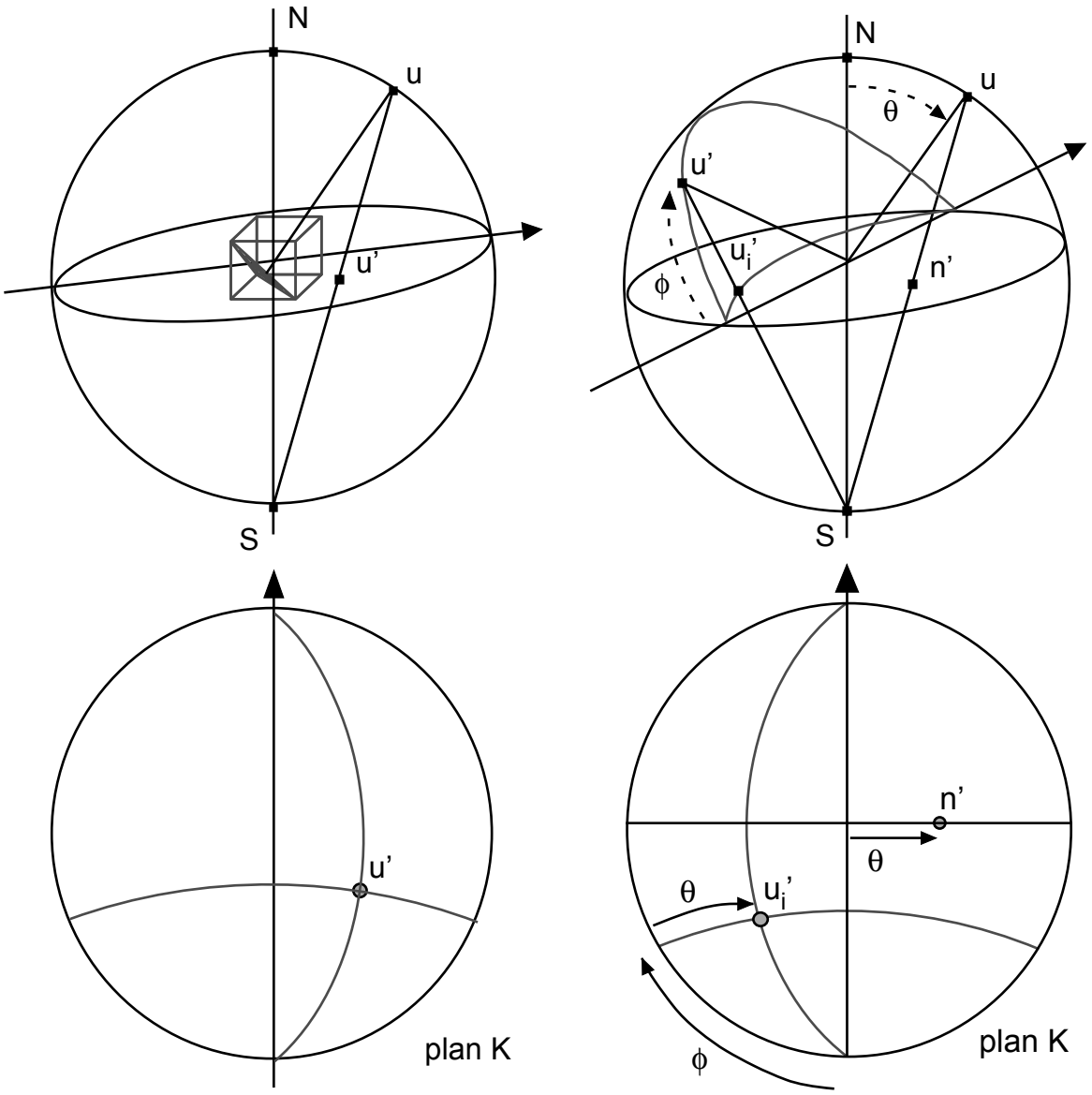
A.2.2 Orientation du cristal et calcul des densités de dislocations en MET

Projection stéréographique

Certaines études en microscopie électronique à transmission nécessitent de connaître l'orientation du cristal par rapport à une direction donnée. C'est le cas de l'étude de la dépendance du type de cellules de dislocations à l'orientation du cristal par rapport à la direction de traction (voir chapitre 6).

La détermination de l'orientation se fait par projection stéréographique. Cette dernière est une représentation plane de l'espace cristallin tridimensionnel. Cette représentation est basée sur le principe de l'inversion qui transforme une sphère en un plan. Ce plan est, par définition, le plan moyen de la lame mince. Le cristal, supposé infiniment petit est situé au centre d'une sphère appelée sphère de projection. La projection ne concernera que la partie supérieure de la sphère. Chaque plan {hkl} du cristal est représenté par son pôle (u) résultant de l'intersection de la normale $\vec{n_{hkl}}$ au plan (hkl) et de la sphère de projection (Fig.A.4(a)).

La projection de ce pôle sur le plan équatorial K est le point u' ($u' \in K$), intersection de la droite (uS) avec le plan K. Par ailleurs le plan (hkl) coupe la sphère selon un demi-cercle, appelé trace de (hkl) qui se projette également sur le plan K (Fig.A.4(b)). Un plan (hkl) peut donc être défini dans la projection stéréographique par la projection u' et la projection de sa trace. L'angle séparant les traces des plans de la projection est égal à l'angle séparant ces plans au sein du cristal et il en va de même pour les directions.



(a) (b)

Figure A.4 – Principe de la projection stéréographique.

Calcul des densités de dislocations

La mesure de la densité de dislocations au sein d'un grain est déterminée à partir de la méthode des intersections proposée initialement par Smith et Guthman [121]. Cette méthode est applicable au sens strict pour une distribution statistiquement isotrope. La densité de dislocations est par définition la longueur cumulée de défauts par unité de volume :

$$\rho = \frac{l_t}{V} \tag{A.1}$$

Elle s'exprime généralement en m^{-2} ou cm^{-2}. Le volume V est donné comme le produit entre l'épaisseur t de la lame mince et une aire $A^{'}$ à l'intérieur de laquelle est effectuée la mesure.

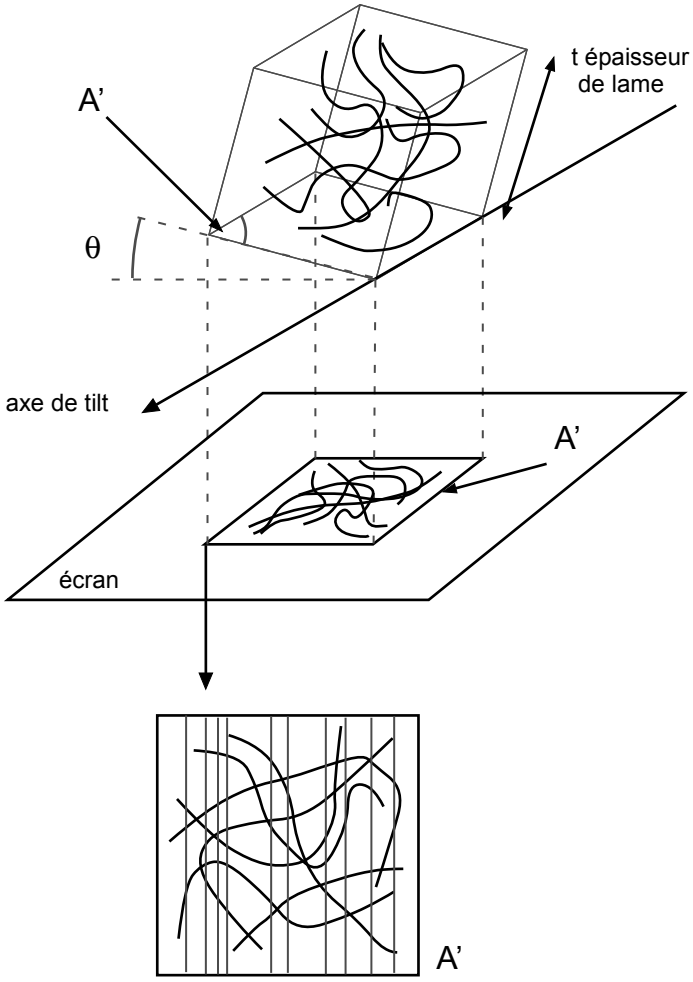


Figure A.5 – Méthode de calcul des densités de dislocations.

Le calcul s'effectue par le biais de deux étapes :

1. **Calcul de la longueur totale** l_t : un réseau de droites parallèles d'espacement aléatoire et de longueur totale L_t est superposé au cliché photographique de la microstructure de la zone observée. On calcul ensuite le nombre total de dislocations N intersectant les droites parallèles, comme illustré figure A.5. La longueur totale des dislocations projetées sur l'aire A de la surface observée l_{tp} est alors obtenue à l'aide de l'expression suivante [16] :

$$l_{tp} = \left(\frac{\pi N}{2L_t}\right) A \tag{A.2}$$

Dans le cas d'une distribution isotrope, la longueur totale de dislocations par unité de volume s'exprime en fonction de la longueur totale de dislocations projetée l_{tp} :

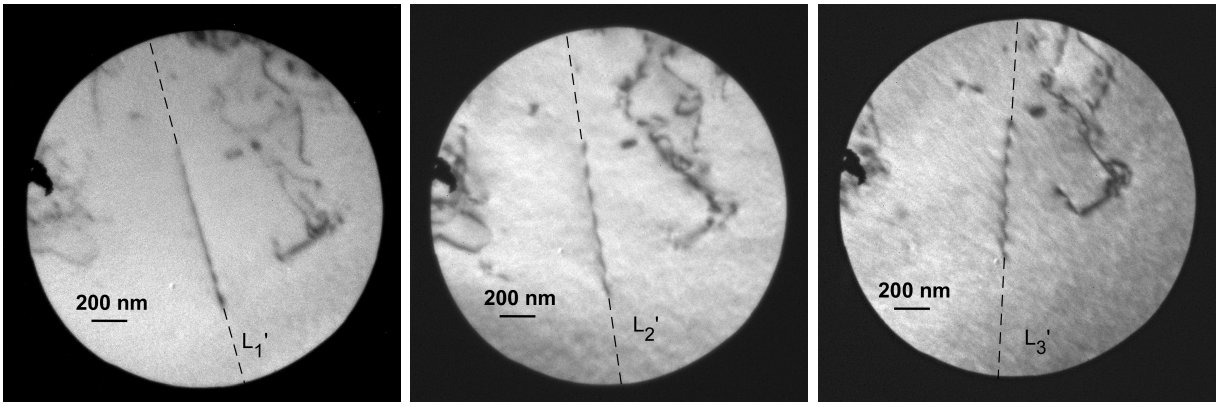
$$l_t = \frac{4}{\pi} l_{tp} \tag{A.3}$$

Pour finir, la densité de dislocations est déduite de la combinaison des équations A.2 et A.3 :

$$\rho = \frac{l_t}{V} = \frac{4}{\pi A t}\left(\frac{\pi N}{2L_t}\right) A^{'} = \frac{2N\cos\theta}{tL_t} \tag{A.4}$$

2. **Calcul de l'épaisseur de lame** t : l'épaisseur de la lame est le dernier paramètre inconnu intervenant dans la formulation du calcul de la densité de dislocations ρ. Plusieurs méthodes peuvent être employées pour la calculer : utilisation des franges d'épaisseur en bord de lame, utilisation du faisceau convergent en mode diffraction (CBED) ou utilisation d'un segment de dislocation rectiligne émergeant sur les deux surfaces de la lame. Si la seconde méthode est la plus simple et la plus rapide, elle nécessite des épaisseurs de lames inférieures à 100 nm pour donner des résultats satisfaisants. Etant données les épaisseurs de lames obtenues après perçage ($\approx$ 200 nm), c'est la dernière méthode qui a été employée ici.

La démarche consiste à imager une dislocation rectiligne dans plusieurs conditions de diffraction (en deux ondes) c'est à dire pour différents angles de « tilt » comme illustré figure A.6.



(a) θ=21,7 $^\circ$, $\vec{g} = (220)$ (b) θ=-8,6 $^\circ$, $\vec{g} = (200)$ (c) θ=-15,3 $^\circ$, $\vec{g} = (111)$

Figure A.6 – Exemple de segments de dislocations pour le calcul de l'épaisseur de la lame en MET.

Dans chaque situation ou inclinaison de l'échantillon, la ligne de dislocation L est contenue dans un plan P_i défini par le vecteur projeté de la ligne $L_i^{'}$ et l'axe optique B_i (ou plus généralement le faisceau transmis), comme illustré figure A.7. La ligne L est alors l'intersection entre deux plans P_i. Théoriquement deux plans P_i suffisent mais il est néanmoins conseillé d'en choisir trois afin de réduire l'erreur possible sur la valeur de t.

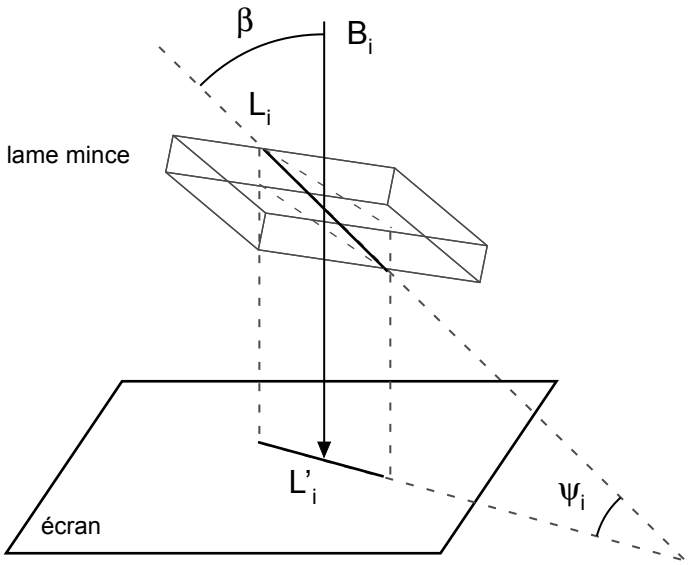


Figure A.7 – Orientation du cristal et de la ligne de dislocation à l'intérieur du microscope.

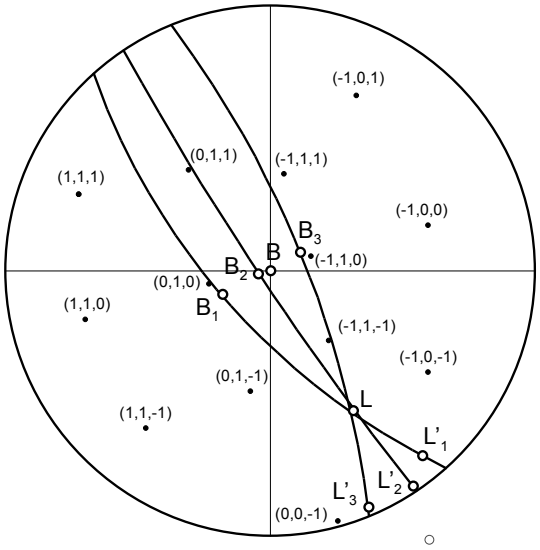


Figure A.8 – Projection stéréographique incluants les segments de dislocations pour le calcul de l'épaisseur de la lame.

Une fois cette étape terminée, il faut calculer la longueur réelle du segment de dislocation à l'aide de la formule suivante :

$$L = \frac{L_i}{\cos \psi_i} \tag{A.5}$$

avec ψ_i l'angle formé entre $L_i^{'}$ et L. Pour les trois segments présentés figure A.6, le calcul nous donne trois valeurs pour L, dans le cas du segment $L_1^{'}$=352 nm, l'angle ψ_1 est égal à 21,77 $^\circ$, donnant une longueur L de 379 nm.

L'épaisseur de la lame se déduit aisément de la connaissance de L et de l'angle entre la normale à la lame mince et la direction de la ligne considérée (calculés à partir de la figure A.8) :

$$t = L \cos \beta = L_i^{'} \frac{\cos \beta}{\cos \psi_i} \tag{A.6}$$

Pour le segment 1, le calcul nous donne $t = 169$ nm.

A.2.3 Analyse quantitative de texture

La technique d'analyse quantitative de texture a été utilisée au chapitre 2 pour calculer le tenseur élastique macroscopique de plusieurs échantillons possédant différents nombres de grains dans l'épaisseur. Le concept de base de cette technique est la fonction de distribution des orientations (Orientation Distribution Function, ODF) du polycristal. Cette fonction, appelée $f(g)$ est définie de la manière suivante :

$$\frac{dV(g)}{V} = \frac{1}{8\pi^2} f(g) dg \tag{A.7}$$

Cette equation exprime le volume $dV(g)$ de grains possédant une orientation comprise entre g et $g + dg$, en fonction de $f(g)$, V le volume total de grains irradiés (rayons X ou neutrons) et dg avec $dg = \sin\beta d\beta d\alpha d\gamma$. dg représente l'élément de volume des orientations définies par les trois angles $\{\alpha, \beta, \gamma\}$ que forment les axes [100], [010] et [001] des grains avec le repère associé à l'échantillon Ka, Kb, Kc (figure A.9).

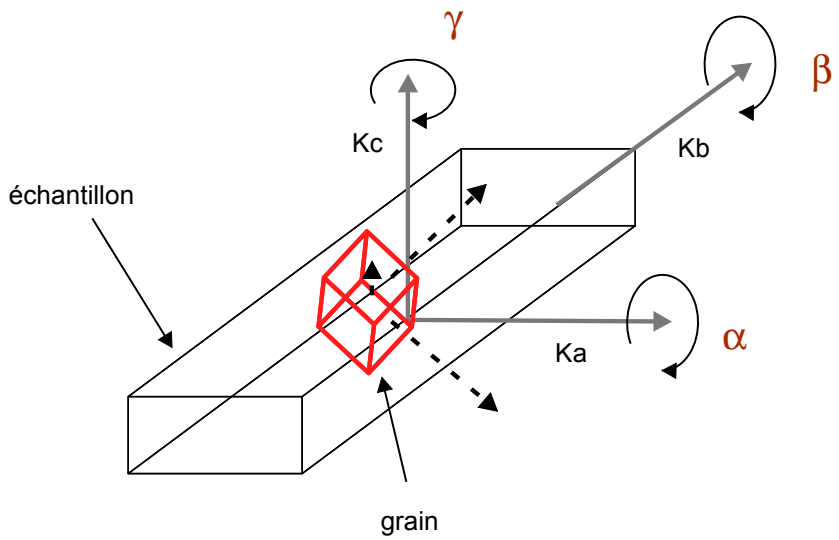


Figure A.9 – Définition des angles $\{\alpha, \beta, \gamma\}$ entre le repère du grain et celui de l'échantillon.

$f(g)$ défini alors, à un facteur $8\pi^2$ près, la fraction volumique de grains orientés selon dg et s'exprime en M.R.D. (Mutiple Random Density). Une valeur de 1 correspond à un échantillon sans aucune orientation préférentielle, une valeur de 0 signifie qu'aucun grain ne possède l'orientation dg et enfin une valeur élevée de $f(g)$ exprime une forte densité de grains orientés selon dg. C'est cette fonction $f(g)$ qui est représentée au niveau des figures de pôles présentées figures 2.7.

A partir de la connaissance de cette fonction, il est possible de calculer le tenseur des raideurs $\bar{\bar{C}}$ ou celui des compliances $\bar{\bar{S}}$, comme au chapitre 2, définis respectivement par les relations suivantes :

$$\bar{\bar{\sigma}} = \bar{\bar{C}} : \bar{\bar{\varepsilon}} \qquad \bar{\bar{\varepsilon}} = \bar{\bar{s}} : \bar{\bar{\sigma}} \tag{A.8}$$

Le calcul s'effectue à l'aide de modélisations, parmi les plus employées on peut citer le modèle de Voigt, Reuss ou encore la moyenne géométrique. Les deux premiers modèles, qui n'ont pas été utilisés, sont présentés à titre pédagogique.

Modèle de Voigt

Le modèle de Voigt fait l'hypothèse d'une distribution homogène des déformations au sein du polycristal, chacun étant déformé selon le même tenseur ε_{ij} de l'échantillon lui-même. Pour respecter cette condition, le tenseur des contraintes doit être différent pour chaque grain. Cette assertion va à l'encontre du principe d'équilibre en mécanique, le niveau de contrainte n'étant pas le même de part et d'autre d'un joint de grains. La condition d'égalité des déformations s'écrit :

$$\varepsilon_{ij}^{M} = \varepsilon_{ij} =< \varepsilon_{ij} > \tag{A.9}$$

La moyenne au sein du polycristal d'un paramètre tensoriel $\bar{\bar{L}}$ constant au niveau du grain s'écrit de la manière suivante :

$$< \bar{\bar{L}} >= \frac{1}{V} \sum_{i}^{n} \bar{\bar{L}}_i V_i \tag{A.10}$$

Si cette grandeur dépend de l'orientation des grains, tel que $\bar{\bar{C}}$, il faut prendre en considération la fonction de distribution d'orientations à l'aide de la formule suivante :

$$< \bar{\bar{L}} >= \int_{g} \bar{\bar{L}}(g) f(g) dg \tag{A.11}$$

où g parcours l'ensemble de l'espace des orientations définies figure A.9.

L'équation A.9 implique que la contrainte macroscopique σ_{ij}^{M} appliquée à l'échantillon soit égale à la moyenne des contraintes vu par chaque grain $< \sigma_{ij} >$. En calculant cette dernière à l'aide de l'équation A.11 et de l'équation A.8 on obtient l'égalité suivante :

$$< C_{ijkl} : \varepsilon_{ij} >= C_{ijkl}^{M} : \varepsilon_{ij}^{M} \tag{A.12}$$

Cette équation n'est vérifiée pour tout ε_{ij} que lorsque $C_{ijkl}^{M} =< C_{ijkl} >$. Le tenseur des raideurs de l'échantillon est donc égal à la moyenne des tenseurs de chaque grain.

Modèle de Reuss

Le modèle de Reuss fait l'hypothèse inverse, à savoir que la contrainte est homogène au sein du polycristal et que, par conséquent, la déformation varie de grain en grain ne respectant pas le principe d'équilibre. La condition d'égalité des contraintes s'écrit :

$$\sigma_{kl}^{M} = \sigma_{kl} =< \sigma_{kl} > \tag{A.13}$$

L'équation précédente implique que la déformation macroscopique de l'échantillon ε_{ij}^M est égale à la moyenne des déformations vue par chaque grain, $< \varepsilon_{ij} >$. En calculant cette dernière à l'aide des équations A.11 et A.8, l'égalité A.13 devient :

$$< C_{ijkl}^{-1} : \sigma_{kl} >= (C_{ijkl}^M)^{-1} : \sigma_{kl}^M \tag{A.14}$$

Cette équation n'est vérifiée pour tout σ_{kl} que lorsque $C_{ijkl}^M =< C_{ijkl}^{-1} >^{-1}$. Le tenseur des raideurs de l'échantillon est donc égal à l'inverse de la moyenne des inverses des tenseurs de chaque grain.

Le modèle de Voigt et Reuss représentent respectivement les bornes inférieures et supérieures des valeurs de $\bar{\bar{C}}$. Il peut donc exister dans certains cas un écart assez important entre les valeurs données par ces modèles et la valeur expérimentale. De plus, dans les deux cas, l'égalité fondamentale suivante en élasticité n'est pas vérifiée :

$$\bar{\bar{C}}^M = \bar{\bar{S}}^{M^{-1}} \tag{A.15}$$

Un autre modèle, celui de la moyenne géométrique permet de vérifier l'équation précédente et d'affiner la valeur de $\bar{\bar{C}}$.

Modèle de moyenne géométrique

Ce modèle, beaucoup plus complexe, repose le calcul de la moyenne géométrique. Pour un paramètre scalaire quelconque, η, il est toujours possible de trouver une décomposition en une combinaison linéaire de n valeurs η_i pondérées par un paramètre w_i. La moyenne arithmétique de η s'écrit alors :

$$< \eta >= \sum_i^n b_i w_i \tag{A.16}$$

avec $\sum_i^n wk = 1$. La moyenne géométrique de η peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$[\eta] = \prod_i^n b_i^{wi} = \exp < \ln \eta > \tag{A.17}$$

avec $\ln \eta = \sum_i^n \ln b_i w_i$

Contrairement à la moyenne arithmétique, la moyenne géométrique permet de vérifier $[\eta] = [\eta^{-1}]^{-1}$. Pour une variable tensorielle, la décomposition en une combinaison linéaire n'est possible que dans le repère principal du tenseur. Il faut donc décomposer ce dernier en une somme de valeurs propres et de vecteurs propres. Dans le cas d'un tenseur d'ordre 4, pour C_{ijkl} on peut écrire :

$$C_{ijkl} = \sum_{\lambda=1}^{6} C^{(\lambda)} b_{ij}^{(\lambda)} b_{kl}^{(\lambda)} \tag{A.18}$$

avec $C^{(\lambda)}$ les valeurs propres et $b_{ij}^{(\lambda)}$ et $b_{kl}^{(\lambda)}$ les tenseurs propres. On peut alors écrire la moyenne géométrique de C_{ijkl} à l'aide de l'équation suivante [122] :

$$\left[\bar{\bar{C}}\right] = exp(< \ln \bar{\bar{C}}' >) \tag{A.19}$$

où $\bar{\bar{C}}'$ désigne l'expression de $\bar{\bar{C}}$ dans le repère principal. L'expression de $\bar{\bar{C}}'$ étant la même pour chaque grain, on peut réécrire l'équation A.19 à l'aide des matrices de passage $\bar{\bar{\bar{\bar{A}}}}$ du repère normal au repère principal de chaque grain :

$$\bar{\bar{C}}^M = \left[\bar{\bar{C}}\right] = exp(< \bar{\bar{\bar{\bar{A}}}} > \ln \bar{\bar{C}}') \tag{A.20}$$

où la moyenne de $\bar{\bar{\bar{\bar{A}}}}$ prend en compte la fonction de distribution d'orientations des grains $f(g)$. En termes de calcul, ce modèle est plus coûteux car il faut diagonaliser à chaque étape le tenseur $\bar{\bar{C}}$. Néanmoins l'équation A.15 est dans ce cas vérifiée. Pour plus de détails sur le calcul, le lecteur pourra se référer aux articles de Matthies et Humbert [122] et au manuel d'analyse combinée de Daniel Chateigner [67].

A.2.4 Technique statistique d'analyse de cellules de dislocations

La forte dispersivité des valeurs de tailles de cellules de dislocation étudiées en MET au chapitre 6 ont nécéssité l'utilisation de deux tests statistiques pour statuer sur la signification physique de la différence de moyenne de tailles de cellules entre échantillons. Ces deux tests, le T-Test et celui de Wilcoxon-Mann-Withney ont été utilisés selon les caractéristiques des échantillons et sont décrits au sein des deux paragraphes suivants :

T-test

Le test de Student a été utilisé lorsque les deux hypothèses de normalité et d'égalité des variances ont été vérifiées. Même si les répartitions statistiques présentées figure 6.5 peuvent être correctement modélisées par un loi normale ou log-normale, l'hypothèse de normalité n'est pas systématiquement vérifiée. Deux tests complémentaires étudiant la validité de cette hypothèse sont donc effectués au préalable. Le T-test vérifie la validité de l'hypothèse d'égalité des moyennes entre populations. Pour ce faire, on défini pour chaque populations une loi normale $N_i(\mu_i, \sigma_i)$ avec μ_i l'espérance et σ_i^2 la variance de la série de mesure considérée $(1, x_1, \ldots, x_i, \ldots, x_n)$. Ne connaissant pas les valeurs théoriques de μ et σ^2 pour les deux populations, les deux estimateurs non biaisés ont été calculés à partir des formules suivantes :

$$E(\bar{x}) = \frac{1}{n}\sum_{i}^{n} x_i = \mu \tag{A.21}$$

$$s^2 = \frac{1}{n-1}\sum_{i}^{n} (x_i - \bar{x})^2 = \sigma^2 \tag{A.22}$$

avec n le degré de liberté de la population considérée correspondant au nombre de mesures effectuées. Pour tester l'hypothèse d'égalité des variances μ_1=μ_2, on introduit le paramètre $D = \bar{x_1} - \bar{x_2}$. Ce paramètre a une espérance $\mu_1 - \mu_2$=0 et une variance définie par la formule suivante :

$$s^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2} \tag{A.23}$$

Dès lors on peut définir la statistique du test :

$$T = \frac{\bar{x_1} - \bar{x_2}}{s\sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}} \tag{A.24}$$

Cette statistique suit une loi de Student $T(\nu)$ à $\nu = n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté. En comparant le résultat obtenu pour T, appelé résultat du test à celui du quantile $1 - \alpha/2$ de la loi de Student tabulée pour le même degré de liberté avec α le seuil de signification, on peut rejeter ou non l'hypothèse d'égalité des moyennes. La condition de rejet s'écrit :

$$|T| > t_{1-\frac{\alpha}{2}}(\nu) \tag{A.25}$$

La valeur de alpha défini le degré de signification physique : plus elle sera faible, plus le résultat du test sera fiable. Une valeur de α égale à 0,05 correspond à 95% de signification physique, une valeur de 0,001 à 99,9%. Le test associe par ailleurs une propabilité p que le résultat du test soit dû au facteur chance.

Test de MWW

Ce second test est utilisé lorsque l'hypothèse de normalité des populations ne peut pas être établie ou lorsque l'égalité des variances n'est pas vérifiée. La base de ce second test est d'essayer de trouver un décalage entre deux distributions statistiques. Elle utilise la notion de rang. Pour chaque mesure à l'intérieur d'une population est associé un rang. Ce rang peut être calculé, par exemple, en triant les valeurs par ordre croissant et en attribuant pour chaque mesure un rang dépendant de sa position par rapport à la valeur minimale ou maximale. Pour chaque population on définit alors la somme des rangs de la manière suivante :

$$S = \sum_{i}^{n_i} r_i \tag{A.26}$$

Pour vérifier l'hypothèse d'égalité des moyennes, on défini une nouvelle quantité pour chaque population :

$$U_i = S_i - \frac{n_i(n_i+1)}{2} \tag{A.27}$$

On associe alors la statistique Mann-Whitney U au minimum des deux paramètres U_1 et U_2 relatifs aux deux populations à comparer. L'espérance de U ainsi que sa variance sont définies par les formules suivantes :

$$\mu = \frac{1}{2}n_1 n_2 \qquad s^2 = \sqrt{\frac{1}{12}(n_1+n_2+1)n_1 n_2} \tag{A.28}$$

On peut définir alors la statistique du test Z à partir de la relation suivante :

$$Z = \frac{U - \frac{1}{2}n_1 n_2}{\sqrt{\frac{1}{12}(n_1+n_2+1)n_1 n_2}} \tag{A.29}$$

Cette statistique est valable lorsque le degré de liberté de chaque population est supérieur à plusieurs dizaines, ce qui est le cas des observations faites pour le nickel. Elle obéit alors à une loi normale centrée réduite. En comparant le résultat obtenu pour Z, à celui du quantile $1 - \alpha/2$ de la loi normale centrée réduite avec α le seuil de signification, on peut rejeter ou non l'hypothèse d'égalité des moyennes. La condition de rejet s'écrit de manière similaire à celle du test T :

$$|Z| > y_{1-\frac{\alpha}{2}} \tag{A.30}$$

Pour deux populations de même variance et vérifiant l'hypothèse de normalité, les résultats reportés par les deux tests sont équivalents. Ces derniers ont été effectués à l'aide des fonctions du logiciel Igor© réalisant automatiquement les différents tests préliminaires nécessaire à la sélection du test de Student ou du test de MWW.

A.3 Essais mécaniques

A.3.1 Eprouvettes et machine d'essais

Le type d'éprouvette utilisé ainsi que ses dimensions sont illustrés figure A.10. Les épaisseurs utilisables avec ce type d'éprouvettes doivent être supérieures à 125 µm, ces dernières étant obtenues par fraisage. La microstructure au niveau des bords de découpe est généralement modifiée par l'étape de fraisage mais est partiellement récupérée lors du recuit utilisé pour modifier la taille de grains.

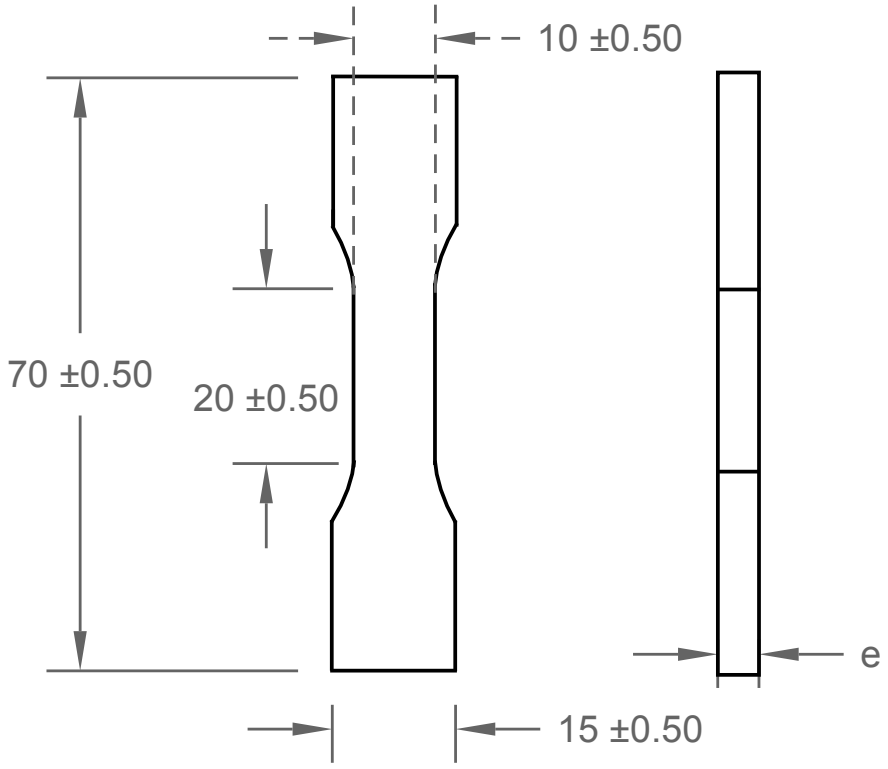


Figure A.10 – Dimensions des éprouvettes utilisées pour cette étude.

Dans le cas des épaisseurs les plus faibles, ce type d'éprouvettes n'a pu être obtenu [1]. Dans ce cas, des bandes d'une longueur de 70 mm et de largeur de 100 mm ont été prélevées au sein des plaques de 100 x 100 mm à l'aide d'une cisaille. Cette technique de découpe modifie assez peu la microstructure au niveau du bord de découpe et permet d'obtenir des éprouvettes régulières. Néanmoins, certaines aspérités apparaissent au niveau du bord de découpe pouvant être le siège d'amorces de fissures pour les matériaux minces. Les bords de l'éprouvette ont donc été systématiquement poli mécaniquement au papier de verre 2400 afin d'enlever ces aspérités.

Les essais mécaniques ont été effectués à l'aide d'une machine de traction universelle Instron 5569 de capacité 50 kN. Dans le cas des éprouvettes d'épaisseurs inférieures à 125 µm, un dispositif spécial a été employé pour la fixation de ces dernières au niveau des mors. Les figures A.11 et A.12 illustrent ce dispositif constitué d'un bâti amovible (pièces A) fixé sur 4 appuis plans solidaires de l'éprouvette (pièces B, deux à chaque extrémités de l'éprouvette, de part et d'autre de celle-ci).

[1] Des essais de découpe par fraisage et électro-érosion se sont révélés non concluants.

Une fois l'éprouvette maintenue à l'aide du bati et des appuis plans, l'ensemble est monté au niveau des mors puis le bâti est désolidarisé en dévissant les 4 écrous (figure A.12). L'éprouvette est ainsi libérée dans sa partie utile et l'essai mécanique peut être effectué. Malgré la faible section des éprouvettes minces, l'utilisation d'une cellule de 50 kN s'est révélée adéquate, la dispersion expérimentale n'étant pas trop importante (de l'ordre de 5 MPa).

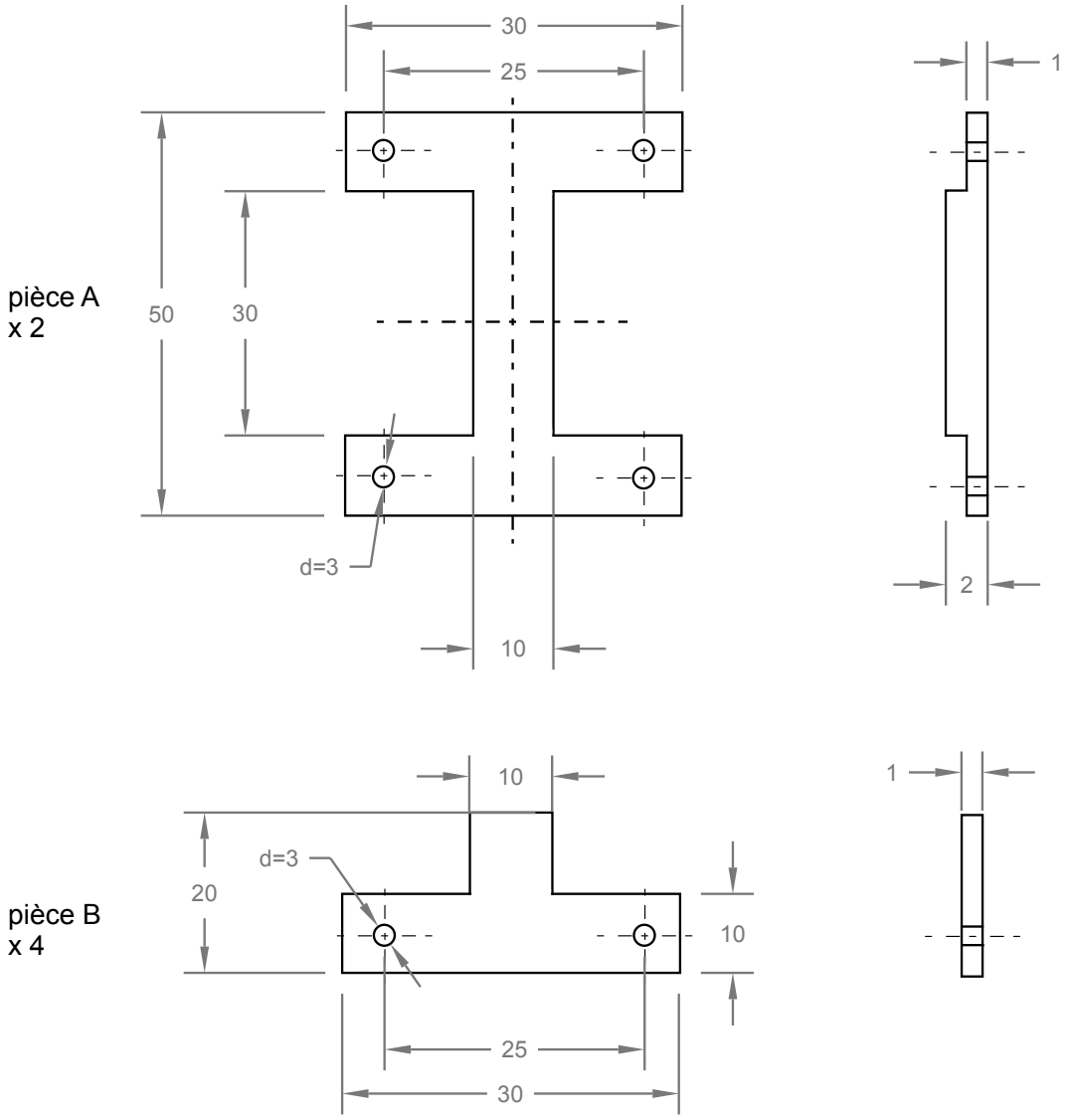


Figure A.11 – Plan du porte échantillon pour éprouvettes minces.

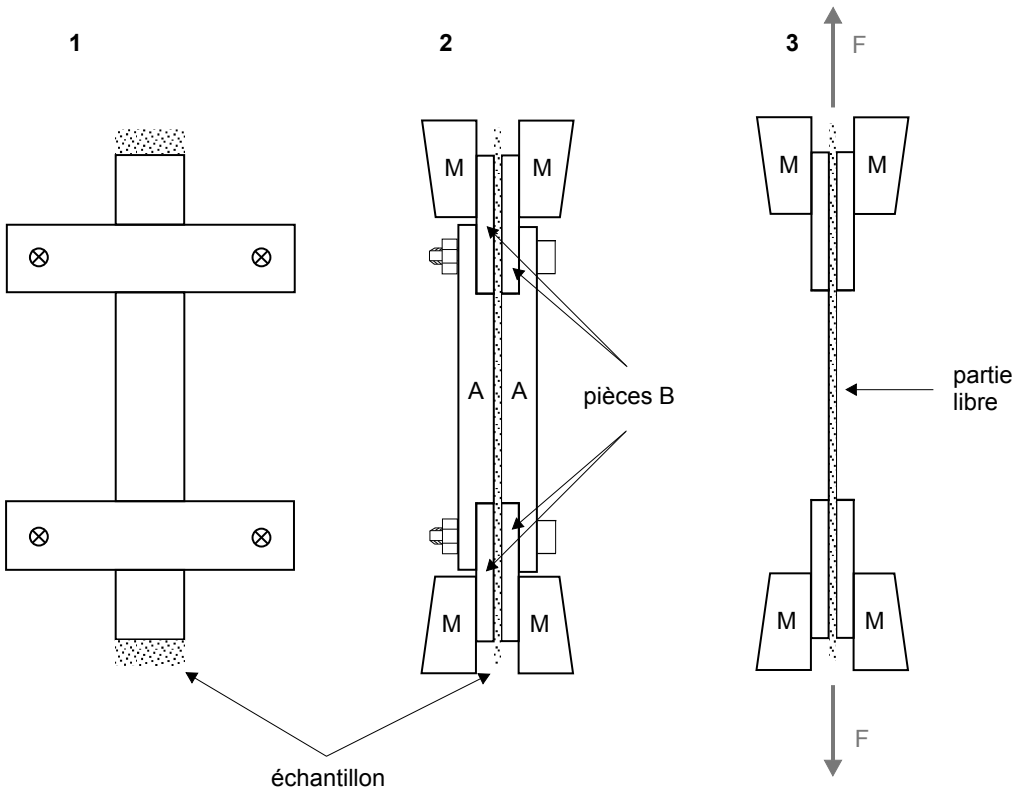


Figure A.12 – Méthodologie de montage des éprouvettes minces : 1 mise en place de l'éprouvette dans le porte échantillon, 2 pose de l'ensemble au niveau des mors (M) et 3 enlèvement des pièces A et démarrage de l'essai.

A.3.2 Extensométrie sans contact

La pose d'un extensomètre est impossible pour les épaisseurs inférieures à 125 µm. Pour palier ce problème, un dispositif de déformation sans contact a été élaboré puis utilisé lors des essais mécaniques. Le but du dispositif est d'utiliser l'écartement entre deux bandes horizontales dessinées sur la partie libre d'un échantillon pour calculer une déformation. Le déplacement des ces deux bandes est enregistré pendant l'essai mécanique à l'aide d'une camera CCD noir et blanc possédant un capteur 1600 x 1200 pixels et d'un objectif à focale variable. Une image de référence, prise avant le début de l'essai, permet à un programme de calcul de déterminer la déformation pour une image prise à un instant t.

Algorithme de calcul [83]

Considérons deux photos d'un échantillon, l'une prise dans un état non déformé et constituant donc l'image de référence et l'autre prise dans un état déformé pendant l'essai de traction. Les photos peuvent être considérées comme une distribution de pixels dont la valeur varie entre 255 et 0 en fonction de leur niveau de gris (255 pour un pixel blanc, 0 pour un pixel noir). On appelle f la distribution de niveau de gris de l'image de référence et g celle de l'autre image. Le principe de la corrélation d'image est de faire subir une transformation numérique (déplacement, déformation et rotation) à l'image de référence de manière à la faire correspondre à l'image de l'échantillon déformé pris à l'instant t, comme décrit figure A.13. Si on considère un point P' de coordonnées $(x_p{}', y_p{}')$ sur l'image de référence, après la transformation numérique le point P' devient le point P (x_p, y_p) (figure A.13). Le point correspondant sur l'image de l'échantillon déformé est le point T de coordonnées (x_t, y_t).

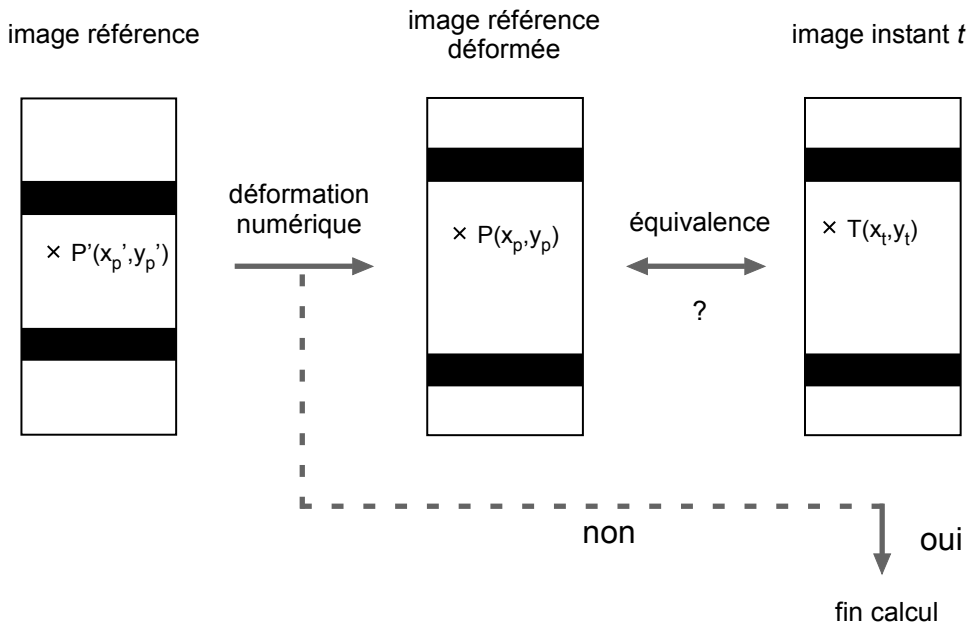


Figure A.13 – Principe du dispositif de déformation sans contact.

La correspondance entre l'image de référence déformée numériquement et l'image de l'échantillon déformé est parfaite quand le niveau de gris du point P est égale au niveau de gris du point T, et ce pour tout les point P et T des deux images. Cette correspondance est traduite par l'équation suivante :

$$\Omega = \sum_{\text{xmin}}^{\text{xmax}} \sum_{\text{ymin}}^{\text{ymax}} \{g(x_p - y_p) - f(x_t - y_t)\}^2 = 0 \tag{A.31}$$

En pratique, une correspondance parfaite n'est jamais atteinte, sauf lors de la corrélation d'une image par elle même. On cherche alors à minimiser la fonction Ω définie à l'équation A.31.

La transformation subie par l'image est une transformation linéaire qui correspond à une transformation homogène de l'échantillon en x et en y. Elle est donnée par la relation suivante :

$$\begin{bmatrix} x_p \\ y_p \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Delta x \\ \Delta y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_x & s_x \\ s_y & m_y \end{bmatrix} . \begin{bmatrix} x_p^{'} \\ y_p^{'} \end{bmatrix} \tag{A.32}$$

Les paramètres Δx, Δy, m_x, m_y, s_x, s_y sont liés à la déformation, au déplacement et à la rotation de l'échantillon via le vecteur déplacement $\vec{U}$:

$$\vec{U} = \begin{bmatrix} u_x \\ u_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x_p - x_p^{'} \\ y_p - y_p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} (m_x - 1)x_p^{'} + \Delta x + s_x y_p^{'} \\ (m_y - 1)y_p + \Delta y + s_y x_p^{'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \Delta x \\ \Delta y \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} (m_x - 1)x_p^{'} + s_x y_p^{'} \\ (m_y - 1)y_p + s_y x_p^{'} \end{bmatrix} \quad \text{(A.33)}$$

avec Δx la translation suivant l'axe x, Δy la translation suivant l'axe y. On peut définir la rotation autour de l'axe z à partir de l'équation suivante :

$$r_{xy} = \frac{U_{x,y} - U_{y,x}}{2} = \frac{s_x - s_y}{2} \quad \text{(A.34)}$$

La déformation le long de la direction de l'axe x est égale à $\varepsilon_{xx} = U_{x,x} = m_x - 1$ et celle le long de la direction y est égale à $\varepsilon_{yy} = U_{y,y} = m_y - 1$. Enfin, le cisaillement est donné par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{xy} = \frac{U_{x,y} + U_{y,x}}{2} = \frac{s_x + s_y}{2} \quad \text{(A.35)}$$

Le but de l'algorithme LSM est finalement de trouver un jeu de paramètres Δx, Δy, m_x, m_y, s_x, s_y qui minimise la fonction Ω. Cette opération est effectuée par une méthode d'optimisation des moindres carrés, détaillée au paragraphe suivant. Dans le cas d'un essai de traction suivant l'axe y, le cisaillement, la rotation ainsi que la déformation selon l'axe x sont négligeables pour les petites déformations. Il ne reste plus que deux paramètres à prendre en compte pour la régression au sens des moindres carrés : Δy et m_y.

Méthode des moindres carrés [123]

La méthode des moindres carrés est un outil statistique qui permet d'estimer des modèles non linéaires, ce qui est le cas de la fonction Ω.

Considérons un modèle non linéaire de la forme : $Y = f(\vec{\psi}, \vec{\theta}) + \varepsilon$ avec $\vec{\psi} = (\psi_1, ..., \psi_p)$ les variables de prédiction et $\vec{\theta} = (\theta_1, ..., \theta_p)$ les paramètres du modèle et ε l'erreur.

On cherche à déterminer les paramètres $(\theta_1, ..., \theta_p)$ du modèle qui permettent d'obtenir une réponse Y lorsque les variables d'entrée valent $\vec{\psi} = (\psi_1, ..., \psi_p)$. Quelques hypothèses sur l'erreur doivent être effectuées :

- Son espérance est nulle : $\mathrm{E}(\varepsilon) = 0$;
- les erreurs sont non corrélées ;
- $\mathrm{V}(\varepsilon) = \sigma^2$;
- l'erreur suit une loi normale centrée : $\varepsilon \approx N(0, \sigma^2)$.

En considérant n observations, pour la u-ème observation, le modèle s'écrit :

$$Y_u = f(\vec{\psi_u}, \vec{\theta}) + \varepsilon_u \tag{A.36}$$

avec $\vec{\psi_u} = (\psi_{1u}, ..., \psi_{pu})$ et ε_u la u-ème erreur. L'hypothèse de normalité et d'indépendance de l'erreur peut être traduite par le fait que le vecteur erreur $\vec{\varepsilon} = (\varepsilon_1, ..., \varepsilon_p)$ suit une loi normale centrée : $\vec{\varepsilon} \approx N(\vec{0}, \bar{\bar{I}}\sigma^2)$.

On peut ensuite définir la somme des carrés des erreurs $S(\vec{\theta})$:

$$S(\vec{\theta}) = \sum_{u=1}^{n} (\varepsilon_u)^2 \tag{A.37}$$

D'où :

$$S(\vec{\theta}) = \sum_{u=1}^{n} (Y_u - f(\vec{\psi_u}, \vec{\theta}))^2 \tag{A.38}$$

Sachant que les valeurs de Y_u et $\vec{\psi_u}$ sont données par les observations, $S(\vec{\theta})$ n'est qu'une fonction de θ. Si $\hat{\vec{\theta}}$ est l'estimateur des moindres carrés de $\vec{\theta}$ alors $\hat{\vec{\theta}}$ est la valeur de $\vec{\theta}$ qui minimise $S(\vec{\theta})$ et donne la solution du problème. Par ailleurs, en effectuant l'hypothèse d'une erreur suivant une loi normale centrée, l'estimateur des moindres carrés de $\vec{\theta}$ est aussi l'estimateur du maximum de vraisemblance.

Ainsi, pour trouver l'estimateur des moindres carrés $\hat{\vec{\theta}}$, on différencie l'équation A.38 par rapport à $\vec{\theta}$. On obtient alors les p équations normales, qu'il convient de résoudre pour trouver $\hat{\vec{\theta}}$. Ces équations sont de la forme suivante :

$$\sum_{u=1}^{n} (Y_u - f(\vec{\psi_u}, \hat{\vec{\theta}})) \left[\frac{\partial f(\vec{\psi_u}, \vec{\theta})}{\partial \theta_i} \right]_{\theta = \vec{\theta}} = 0 \tag{A.39}$$

avec $i = 1, 2, ..., p$

Les solutions des équations normales peuvent être alors extrêmement difficiles à obtenir en particulier lorsque le modèle est compliqué et qu'il met en jeu beaucoup de paramètres. Dans ce cas, des méthodes itératives doivent être utilisées comme dans le cas présent.

Pour déterminer la précision des paramètres obtenus par la méthode des moindres carrés, il faut définir la matrice $\bar{\bar{H}}$ des coefficients des équations normales : $\bar{\bar{H}} = ZZ^T$. Z représente le vecteur de p composantes défini de la manière suivante :

$$Z = (..., \frac{\partial f(\vec{\psi_u}, \vec{\theta})}{\partial \theta_i}, ...) \tag{A.40}$$

Application à la mécanique

L'application de la méthode des moindres carrés non linéaires au calcul de la déformation à partir d'images reflétant une transformation mécanique permet de simplifier les différentes fonctions énoncées dans le paragraphe précédent :

- Y_u correspond à $g(x_t - y_t)$;
- $\theta_1, \theta_2, ..., \theta_p$ correspond à Δx, Δy, m_x, m_y, s_x, s_y ;
- $\psi_1, \psi_2, ..., \psi_p$ correspond à $(x_p{}', y_p{}')$ pour $\mathrm{x}\in[\mathrm{x_{min}},\mathrm{x_{max}}]$ et $\mathrm{y}\in[\mathrm{y_{min}},\mathrm{y_{max}}]$;
- $f(\vec{\psi}, \vec{\theta})$ équivaut à $f(x_p, y_p) = f((m_x - 1)x_p{}' + \Delta x + s_x y_p{}', (m_y - 1)y_p{}' + \Delta y + s_y x_p{}')$.

La fonction Ω définie précédemment est donc la somme des carrés des erreurs $S(\vec{\theta})$. Les équations normales ont alors la forme suivante :

$$\sum_{\mathrm{xmin}}^{\mathrm{xmax}} \sum_{\mathrm{ymin}}^{\mathrm{ymax}} \{g(x_p - y_p) - f(x_t - y_t)\} \left[\frac{\partial g(x_p, y_p, \vec{\theta})}{\partial \theta_i}\right] \tag{A.41}$$

Dans le cas général, la matrice $\bar{\bar{H}}$ s'écrit :

$$\bar{\bar{H}} = \begin{pmatrix} \sum g_{,x}{}^2 & \sum g_{,x} g_{,y} & \sum g_{,x}{}^2 x & \sum g_{,x}{}^2 y & \sum g_{,x} g_{,y} x & \sum g_{,x} g_{,y} y \\ & \sum g_{,y}{}^2 & \sum g_{,x} g_{,y} x & \sum g_{,x} g_{,y} y & \sum g_{,y}{}^2 x & \sum g_{,y}{}^2 y \\ & & \sum g_{,x} x^2 & \sum g_{,x}{}^2 xy & \sum g_{,x} g_{,y} x^2 & \sum g_{,x} g_{,y} xy \\ & & & \sum g_{,x} y^2 & \sum g_{,x} g_{,y} xy & \sum g_{,x} g_{,y} y^2 \\ & \text{sym.} & & & \sum g_{,y}{}^2 x & \sum g_{,y}{}^2 xy \\ & & & & & \sum g_{,x} y^2 \end{pmatrix} \tag{A.42}$$

Dans le cas de la traction uniaxiale, le nombre de paramètres est réduit à deux : Δy et $m_y = 1 + \varepsilon_{yy}$. Dès lors, $\bar{\bar{H}}$ s'écrit :

$$\bar{\bar{H}} = \begin{pmatrix} \left(\dfrac{\partial g}{\partial y_p}\right)^2 & y_p{}' \left(\dfrac{\partial g}{\partial y_p}\right)^2 \\ y_p{}' \left(\dfrac{\partial g}{\partial y_p}\right)^2 & y_p{}'^2 \left(\dfrac{\partial g}{\partial y_p}\right)^2 \end{pmatrix} \tag{A.43}$$

Programmation sous Scilab

La programmation du calcul de la déformation à partir des images prises pendant l'essai de traction à été développé sous le logiciel libre Scilab. Pour des raisons de temps de calcul, la corrélation des images est effectuée à partir d'une moyenne des colonnes des images. L'information contenue est la même tout en gagnant un temps de calcul considérable. Le programme est ainsi défini :

```
function [Matrice]=ext_cam()
// Nécessite le chargement des toolboxes SIP et SIVP
//chargement des macros nécessaires
stacksize(90000000)
chdir('C:\Répertoire');
exec('minimise.sce'); //fonction de minimisation
exec('gradient.sci'); //fonction du gradient pour le calcul de l'erreur
exec('im2gray.sci'); // Nécessite les toolboxes SIP et SIVP


//choix du répertoire de l'essai
path=tk_getdir('C:\Répertoire',title='Choisissez le répertoire
où se trouvent les images de l''essai mécanique')
chdir(path);

//indéxation des fichiers du répertoire
images=listfiles(path)
images=sort(images);

//Définition du nom de l'essai
nom_essai=x_mdialog('Entrer le nom de l''essai à interpréter','nom de l''essai','essai')

// Entrée de l'image de référence et initialisation de paramètres
IM01=imread(xgetfile(title='Choisissez l''image de référence'))
IM0=255*im2gray(IM01)
[nl,nc]=size(IM0)
IM0Y=zeros(nl,2) //création matrice moyenne sur 2 colonnes
Vmoy=ones(nc,1)
IM0Y(:,1)=IM0*Vmoy/nc
IM0Y(:,2)=IM0*Vmoy/nc

// Définition des variables nécessaires à l'interpolation des images
vnl=linspace(1,nl,nl)  //vecteur des x
vnc=linspace(1,2,2)  //vecteur des y
vmnl=vnl //vecteur des x pour matrice d'interpolation
vmnc=vnc  //vecteur des y pour matrice d'interpolation
[NBI,co]=size(images)
nbreimage=NBI

// Créations des variables de calcul
foncy=zeros(nbreimage,1)   //valeur de la fonction à l'optimum
xopty=zeros(nbreimage,2)   //solution optimale, 1ere colonne my, 2nde déplacement
grady=zeros(nbreimage,2)   //calcul gradient image 1ere colonne my, 2nde déplacement
```

```
ErrEpsy=zeros(nbreimage,1) //erreur sur espilon
ErrDepy=zeros(nbreimage,1) //erreur sur déplacement
Matrice=zeros(nbreimage,7) //matrice finale avec tous les résultats

//début du calcul-initialisation de paramètres
hy0=[1,0] //m_y=1, delta_y=0

//boucle globale
for i=1:NBI

  IMdef=255*im2gray(imread(images(i)))
  IMdefY=zeros(nl,2) //création matrice moyenne
  IMdefY(:,1)=IMdef*Vmoy/nc
  IMdefY(:,2)=IMdef*Vmoy/nc

  //Fonction de régression non linéaire
  [ay,by,cy]=leastsq(1,list(minim,vnl,vnc,vmnl,vmnc,IM0Y,IMdefY),hy0,"qn","ar",250)

  //Calcul du gradient
  [dy,ey]=gradient(IM0,vmnl,ay)

  foncy(i)=ay
  xopty(i,:)=by
  grady(i,:)=cy
  ErrEpsy(i)=dy
  ErrDepy(i)=ey
  hy0=by
end

//Matrice= fichier global de résultats: 7 colonnes
Matrice(:,1)=foncy
Matrice(:,2)=xopty(:,1)
Matrice(:,3)=xopty(:,2)-1
Matrice(:,4)=grady(:,1)
Matrice(:,5)=grady(:,2)
Matrice(:,6)=ErrEpsy
Matrice(:,7)=ErrDepy
```

La fonction à minimiser appelée pour la régression au sens des moindres carrés est définie par la sous fonction suivante :

```
function [K] = minim(h,vnl,vnc,vmnl,vmnc,IM0,IMdef)

t=h(1)*vnl+h(2) //h(1)=m_y h(2)=déplacement

C1=splin2d(vnl,vnc,IM0,"monotone") //interpolation image reférence
[NN,MM]=ndgrid(vmnl,vmnc)
B=interp2d(NN,MM,t,vnc,C1,"C0"); //déformation

A=B-IMdef
K=A(:) définition de omega
```

```
endfunction
```

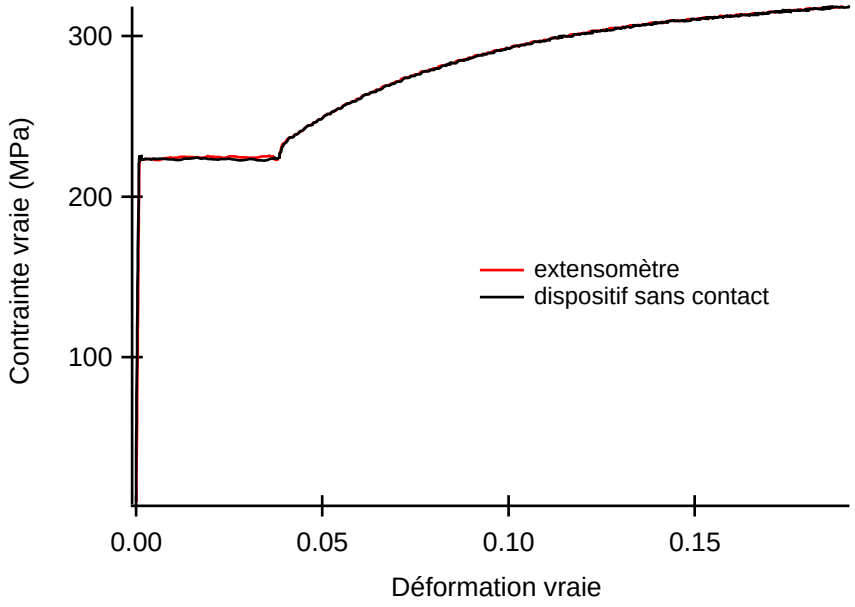
L'erreur sur les paramètres de régression est calculée à partir de la fonction 'gradient.sci' :

```
function [Deps,Ddep] = gradient(Input,nn,f)
[nr,nc]=size(Input)
dy=zeros(nr,nc);
// calcul du gradient par différences finies
dy(2:nr-1,:)  = (Input(3:nr,:) - Input(1:nr-2,:)) / 2;
t=nn.*nn
fg(:,1)=dy(:,1).*t'
fg(:,2)=dy(:,2).*t'
//Calcul de la fonction erreur
k=size(fg(:),'*')
s=f/(k-2)   // Sigma0
Deps=2*sqrt(s)/sqrt(abs(sum(fg(:))))
Ddep=2*sqrt(s)/sqrt(norm(dy(:)))
endfunction
```

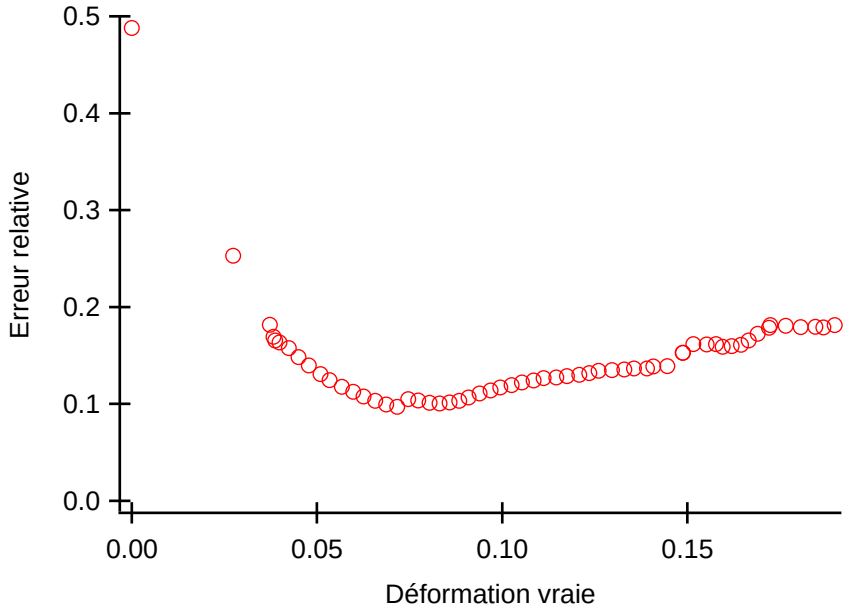
Comparaison des résultats

Afin de vérifier la capacité de mesure de déformation du dispositif décrit ci-dessus, un essai de traction a été effectué sur une éprouvette en acier avec une mesure de déformation simultanée via le dispositif sans contact et un extensomètre classique. La courbe contrainte déformation de l'essai est donné figure A.14(a). Les deux courbes sont parfaitement superposée, y compris dans la partie correspondant au palier de Lüders. La dispersion expérimentale est néanmoins plus grande pour la mesure de déformation sans contact.

La valeur de l'erreur relative sur la déformation, présentée figure A.14(b), oscille entre 10 et 20% suivant le niveau de déformation. Cette erreur est très importante comparativement à celle liée à l'utilisation d'un extensomètre (environ 0,5%). Compte tenu du très bon accord entre les données des deux dispositifs de mesures de la déformation, le dispositif sans contact développé ici est un bon compromis entre temps de développement, coût et efficacité.



(a)



(b)

Figure A.14 – (a) Comparaison des valeurs de déformation pour essai de traction entre un extensomètre et le dispositif sans contact et (b) analyse de l'erreur relative sur la valeur de déformation.

Table des figures

1.1 Illustration de la loi de Schmid et Boas 6
1.2 Courbe de traction typique pour un monocristal orienté en glissement simple sollicité en traction uniaxiale [6] 7
1.3 Evolution de $\theta = f(\tau)$ et de $\tau\theta = f(\theta)$ pour des monocristaux d'argent [6] 8
1.4 Illustration des systèmes de glissement activés supplémentaires au niveau des joints de grains [7] 9
1.5 Comparaison des courbes de traction entre polycristal et monocristal de nickel [8] 10
1.6 Structures de dislocations présentes au cours de la déformation pour un acier inoxydable 316L [15] 13
1.7 Courbes typiques $\theta = f(\sigma)$ et $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour les matériaux cubiques faces centrées 14
1.8 Influence de la taille de grains sur la contrainte d'écoulement pour des polycristaux de cuivre et de laiton [8] 15
1.9 Evolution des coefficients de la loi de Hall et Petch avec la déformation en traction simple pour du nickel et de l'acier inoxydable 316L [10] 16
1.10 Illustration de la modélisation de l'effet de taille de grains par Meyers [20] 17
1.11 Loi de Hall et Petch appliquée au nickel polycristallin [8] 18
1.12 Effet Baushinger pour des films minces de cuivre et d'aluminium avec ou sans substrat [22] 19
1.13 Schéma de la constriction d'une dislocation au sein d'une épaisseur réduite h^* [23] 19
1.14 Comportement en traction simple à température ambiante de films minces d'aluminium pour différentes épaisseurs [24] 20
1.15 Effet de la largeur de l'éprouvette sur les propriétés mécaniques de films minces d'or sollicités en traction simple [26] 20
1.16 Effet de l'épaisseur sur le comportement mécanique de polycristaux de cuivre [30] 21
1.17 Effet de l'épaisseur sur l'amplitude à saturation en fatigue pour Cu 22
1.18 Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement de quatre matériaux : Al, Cu, Cu-13%at.Al et Fe [34] 24
1.19 Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur le rapport de Lankford moyen et l'anisotropie plane de l'alliage $CuNi_{18}Zn_{20}$ [38] 25
1.20 Comportement en traction simple d'échantillons de cuivre multicristallin suivant l'épaisseur et la direction de sollicitation [40] 25
1.21 Effet du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement pour $t/d < 1$ [35] 26
1.22 Phénomène de localisation de la rupture pour des éprouvettes d'alliage Al-2,5%Mg polycristallin de faible rapport t/d [42] 27
1.23 Méthodologie de découpe des monocristaux pour l'étude des effets de surface pour un monocristal et résultats associés [44] 28
1.24 Structures de dislocations en surface et à cœur pour un monocristal de cuivre déformé en traction simple à 15% [48] 29

1.25 Comportement en traction simple de monocristaux de cuivre selon le diamètre des échantillons [52] . . . 30
1.26 Modèle explicatif des effets de surface pour les monocristaux [44] . . . 30
1.27 Structures de dislocations en surface et à cœur pour un polycristal de cuivre déformé en traction simple à 1% [34] . . . 32
1.28 Simulation par éléments finis des caractéristiques du glissement selon la distance par rapport à la surface libre [63] . . . 33

2.1 Illustration des stratégies d'obtention des échantillons de rapports t/d différents . 36
2.2 Evolution de la taille de grains en fonction de la température de recuit pour des échantillons d'épaisseur 500 µm . . . 38
2.3 Caractéristiques de la répartition statistique de la taille de grains pour différents échantillons d'épaisseur 500 µm . . . 38
2.4 Caractéristiques de la répartition statistique de la taille de grains pour différentes valeurs d'épaisseurs . . . 39
2.5 Microstructure d'échantillons de nickel d'épaisseur 500 µm en coupe transverse . 40
2.6 Microstructure d'échantillons de nickel de différentes épaisseurs en coupe transverse 41
2.7 Figures de pôles obtenues par diffraction des neutrons pour cinq échantillons d'épaisseur 500 µm et de taille de grains différentes . . . 42
2.8 Figures de pôles inverses d'un échantillon d'une épaisseur de 500 µm et d'une taille de grains de 36 µm . . . 43
2.9 Figures de pôles des plans {111}, {011} et {001} calculées par EBSD pour trois échantillons d'épaisseurs différentes . . . 45

3.1 Illustration du dispositif de mesure de déformation sans contact . . . 53
3.2 Illustration d'un essai de traction et du taux d'écrouissage associé . . . 54
3.3 Illustration d'un essai de charge-décharge . . . 55
3.4 Illustration de l'origine physique de la contrainte interne et de la contrainte effective au sein du polycristal . . . 56
3.5 Illustration de la contrainte interne et de la contrainte effective dans l'espace du déviateur des contraintes . . . 56
3.6 Méthodologie de calcul de la contrainte interne et de la contrainte effective à partir d'une décharge . . . 57
3.7 Exemple de relaxation préalable à chaque décharge pour un échantillon de nickel . 58

4.1 Courbes de traction et taux écrouissage associé pour cinq échantillons de nickel de tailles de grains différentes . . . 60
4.2 Courbes $\sigma\theta = f(\sigma)$ pour différents échantillons de nickel d'épaisseur 500 µm et de tailles de grains différentes . . . 62
4.3 Evolution de la contrainte seuil de passage au troisième stade d'écrouissage en fonction de d_m et de t/d . . . 63
4.4 Evolution de la longueur du stade II d'écrouissage en fonction de la taille de grains et du rapport t/d . . . 63
4.5 Illustration de la valeur du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction du caractère monocristallin ou polycristallin . . . 65
4.6 Evolution du taux d'écrouissage latent lors du stade II en fonction de la taille de grains et du rapport t/d . . . 65
4.7 Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ en fonction de l'inverse de la taille de grains . . . 66
4.8 Evolution de la contrainte interne et de la contrainte effective en fonction de la déformation pour différentes valeurs de taille de grains . . . 67
4.9 Volume d'activation pour cinq échantillons de différentes tailles de grains . . . 68

4.10 Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte d'écoulement pour différents niveaux de déformation 70
4.11 Evolution du paramètre k_{HP} pour les deux régimes de la loi de Hall-Petch 71
4.12 Evolution du rapport σ_0^l/σ_0^h, des ordonnées à l'origine des deux régimes de la loi de Hall-Petch, en fonction de la déformation 72
4.13 Evolution du nombre de grains dans l'épaisseur critique en dessous duquel la loi de Hall-Petch est modifiée 73
4.14 Courbes de Hall-Petch pour des échantillons de cuivre et Cu − 2.16%wt.Al sollicités à 70 K et 273 K [95] 74
4.15 Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte interne pour différents niveaux de déformation 75
4.16 Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte interne en fonction de la déformation 76
4.17 Application de la loi de Hall-Petch à la contrainte effective, σ_{eff}, pour différents niveaux de déformation 77
4.18 Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch appliquée à la contrainte effective en fonction de la déformation 78
4.19 Comparaison des coefficients k_X, X_0, k_{eff} et σ_{eff} avec la littérature 78

5.1 Courbes de traction d'échantillons pour différentes valeurs d'épaisseur 82
5.2 Evolution de la contrainte pour différents niveaux de déformation en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 82
5.3 Evolution de la contrainte pour différents niveaux de déformation en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 83
5.4 Evolution de la contrainte normalisée en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 84
5.5 Comparaison de l'évolution de la contrainte normalisée entre Ni, Cu et Al 85
5.6 Evolution du taux d'écrouissage pour différentes valeurs d'épaisseurs 85
5.7 Evolution $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour différentes valeurs d'épaisseur . . . 86
5.8 Evolution de la contrainte seuil de passage au troisième stade d'écrouissage en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 86
5.9 Evolution de la longueur du stade II d'écrouissage en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 87
5.10 Evolution du taux d'écrouissage latent lors du stade II en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 87
5.11 Evolution du paramètre β en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 88
5.12 Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0$ lors du stade II en fonction de l'épaisseur et du rapport t/d 89
5.13 Comparaison du taux d'écrouissage entre les deux types d'échantillons 90
5.14 Comparaison des paramètres $\Delta\varepsilon_{II}$ et $\sigma_{II/III}$ suivant la stratégie d'obtention du rapport t/d 91
5.15 Comparaison du paramètre Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ suivant la stratégie d'obtention du rapport t/d 91

6.1 Illustration de la localisation des zones observées en MET 96
6.2 Illustration des types de cellules selon l'orientation des grains [96] 98
6.3 Orientation des grains par rapport à la direction de traction des échantillons d'épaisseur 500 µm et des grains analysés en MET 99
6.4 Structures de dislocations à cœur pour différents échantillons d'épaisseur 500 µm et de rapports t/d différents 101
6.5 Répartition statistique des diamètres de cellules pour différents échantillons d'épaisseur 500 µm de différents rapports t/d 102

6.6 Evolution de la taille moyenne des cellules de dislocations pour trois échantillons d'épaisseur 500 µm et de rapports t/d différents . . . 103
6.7 Comparaison des structures de dislocations entre les zones surfaciques et les zones à cœur . . . 106
6.8 Répartition statistique des tailles de cellules en surface . . . 107
6.9 Structures de dislocations à cœur pour différentes valeurs d'épaisseurs . . . 110
6.10 Orientations des grains et type de cellules rencontré pour t=50 et 125 µm . . . 111
6.11 Structures de dislocations à cœur pour différentes valeurs d'épaisseurs . . . 112

7.1 Effet de la taille de grains pour des polycristaux d'aluminium de faible épaisseur [35] 117
7.2 Evolution de la contrainte en fonction du rapport t/d pour différentes valeurs d'épaisseurs et pour une taille de grains de 500 µm . . . 117
7.3 Comparaison de la décroissance de la contrainte avec une réduction de l'épaisseur pour deux tailles de grains différentes . . . 118
7.4 Evolution de la contrainte pour $\varepsilon = 0,1$ en fonction de l'épaisseur et de la taille de grains . . . 119
7.5 Comparaison des courbes de traction pour t=125 µm et t=3,2 mm avec celle d'un monocristal orienté [111] . . . 120
7.6 Evolution des contraintes interne et effective avec une réduction de l'épaisseur . . . 122
7.7 Loi de Hall-Petch appliquée à X pour $\varepsilon = 0,1$ . . . 123
7.8 Evolution des composantes intergranulaire et intragranulaire de la contrainte interne pour deux échantillons de rapports t/d différents . . . 123
7.9 Evolution de la contrainte intragranulaire en fonction de la taille de cellules pour t/d=14 . . . 125
7.10 Comparaison des valeurs de contrainte interne intragranulaire pour différents rapports t/d . . . 125
7.11 Lignes de glissement émergeantes pour un échantillon d'épaisseur 12,5 µm déformé à 0,06 . . . 126
7.12 Courbes de traction de monocristaux de nickel issus de la littérature pour différentes orientations . . . 127
7.13 Rôle des effets de surface sur le comportement mécanique . . . 130
7.14 Comparaison du comportement en traction simple d'un monocristal et d'un polycristal orienté $< 001 >$ . . . 131
CLF Courbes limite de formage pour deux rapports t/d différents . . . 135

A.1 Dislocations pour un matériau non déformé . . . 149
A.2 Interactions rayonnement matière au MEB . . . 150
A.3 Disposition de l'échantillon pour l'EBSD . . . 150
A.4 Principe de la projection stéréographique . . . 152
A.5 Méthode de calcul des densités de dislocations . . . 153
A.6 Exemple de segments de dislocations pour le calcul de l'épaisseur des lames minces 155
A.7 Orientation du cristal et de la ligne de dislocation à l'intérieur du microscope . . . 155
A.8 Projection stéréographique incluants les segments de dislocations pour le calcul de l'épaisseur de la lame . . . 156
A.9 Définition des angles $\{\alpha, \beta, \gamma\}$ entre le repère du grain et celui de l'échantillon . . . 157
A.10 Plan des éprouvettes utilisées . . . 164
A.11 Plan du porte échantillon pour éprouvettes minces . . . 165
A.12 Méthodologie de montage des éprouvettes minces . . . 166
A.13 Principe du dispositif de déformation sans contact . . . 167
A.14 Comparaison des valeurs de déformation extensomètre-dispositif sans contact et analyse de l'erreur relative . . . 174

Liste des tableaux

1.1 Quelques valeurs de cissions critiques résolues pour différents monocristaux c.f.c. . 7
1.2 Tableau répertoriant différentes valeurs de rapports t/d critiques issus de la littérature 23

2.1 Composition chimique des différents échantillons de nickel employés 37
2.2 Exemples de caractéristiques microstructurales obtenues pour différents échantillons d'épaisseurs et tailles de grains différentes 40
2.3 Propriétés élastiques macroscopiques d'échantillons de tailles de grains différentes 44
2.4 Densité de joints du type $\Sigma 3^n$ pour différents échantillons de nickel de tailles de grains et d'épaisseurs différentes 46

4.1 Caractéristiques du second stade d'écrouissage d'échantillons d'épaisseur 500 µm . 67

5.1 Caractéristiques du second stade d'écrouissage d'échantillons d'épaisseurs différentes 89

6.1 Détails des populations de grains et cellules observées pour chaque état 97
6.2 Comparaison des diamètres moyens de cellules de dislocations entre les grains à cœur et en surface pour trois échantillons de rapports t/d différents 105
6.3 Détails des populations de grains et cellules observées pour les différentes épaisseurs 109
6.4 Comparaison des tailles de cellules entre des échantillons d'épaisseur 500 µm, 125 µm, 50 µm et 12,5 µm 111
6.5 Analyse des zones dures et molles pour deux échantillons d'épaisseur 500 µm de rapport t/d différent 112

7.1 Fraction numérique de grains présentant des cellules de dislocations correctement formées [15] 124
7.2 Comparaison des différents calculs de X_{intra} pour $\varepsilon = 0,1$ 126
7.3 Caractéristiques du stade II d'écrouissage des monocristaux de nickel issus de la littérature 127
7.4 Comparaison des caractéristiques du stade II d'écrouissage des monocristaux et polycristaux 128
7.5 Comparaison de la contrainte interne intragranulaire entre 250 µm et 50 µm sous la surface libre 129

Résumé

Le comportement mécanique du nickel polycristallin de haute pureté a été étudié en fonction de l'épaisseur et du nombre de grains dans l'épaisseur, à l'aide d'essais mécaniques et d'observations en microscopie électronique en transmission (MET). L'objectif principal est de caractériser l'effet d'une transition volume/surface des échantillons polycristallins métalliques en lien avec le microformage industriel. Le comportement mécanique a été examiné à l'aide de deux séries d'échantillons, une première dont l'épaisseur est fixée à 500 µm avec une taille de grains variable et une seconde dont la taille de grains est maintenue constante (100 µm) et dont l'épaisseur varie entre 12,5 µm et 6,4 mm. Ces deux séries d'échantillons, assurant la séparation des deux variables d'étude, possèdent une microstructure similaire caractérisée expérimentalement par diffraction des neutrons, EBSD et MET. Avec une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur en dessous d'une valeur critique indépendante de la série d'échantillon, un fort adoucissement, une modification des caractéristiques du glissement plastique et une réduction des contraintes internes sont révélés. Cette valeur critique définit la borne inférieure du comportement mécanique polycristallin classique en dessous de laquelle le comportement multicristallin puis quasi-monocristallin apparaît. Cette transition semble due à l'existence d'effets de surface provoqués par la transition polycristal-monocristal.

Indexation Rameau : Matériaux-Propriétés mécaniques, nickel, microstructure (physique), dislocations dans les métaux, microscopie électronique en transmission, métallurgie physique.

Indexation libre : Effets de taille, effets de surface.

Title : Experimental study of microstructural size effects on mechanical properties of high purity polycrystalline nickel.

Abstract

In this study, the mechanical behaviour of polycrystalline nickel is investigated as a function of the thickness and of the number of grains across the thickness of the samples by mechanical tests and transmission electron microscopy observations. The overall purpose is to study the microstructural size effects on mechanical properties of metallic samples for microforming interest. Two different series of samples have been investigated, one with constant 500 µm thickness and various grain sizes and another one with constant 100 µm grain size and thicknesses ranging between 12.5 µm and 6.4 mm. These two kinds of samples involve the separation of the two parameters of the study and show the same microstructural aspects revealed by neutron diffraction, EBSD and TEM. With a reduction of the number of grains across the thickness below a critical value insensitive of the type of sample, a strong softening, a modification of the gliding systems and a reduction of the long-range backstress appear. This critical value of the number of grains across the thickness represents a lower bound for the classical polycrystalline mechanical behaviour and induces multicrystalline and quasi-singlecrystalline behaviour. This phenomenon seems to be due to surface effects induced by polycrystal-singlecrystal mechanical behaviour transition.

Discipline : TH 803, Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces.

Laboratoire CRISMAT/ENSICAEN, 6 bd du Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex