

Université de Caen Basse-Normandie

Ecole doctorale *SIMEM*

Thèse de doctorat

présentée et soutenue le : *28/10/2013*

par

Pierre-Antoine Dubos

pour obtenir le

Doctorat de l'Université de Caen Basse-Normandie

Spécialité : *Mécanique des Solides, des Matériaux et des Structures*

**Influence de la température et du trajet de chargement sur les transitions
volume/surface des métaux cubiques à faces centrées**

Directeur de thèse : *Eric Hug*

Jury

M. Guy Dirras, Professeur des Universités, Université de Paris 13 (rapporteur)
M. Philippe Picart, Professeur des Universités, Université de Besançon (rapporteur)

M. Eric Andrieu, Professeur des Universités, ENSIACET de Toulouse
Mme Shabnam Arbab Chirani, Professeur des Universités, ENIB de Brest
M. Jean-Philippe Couzinie, Maître de Conférences, IUT de Créteil-Vitry
M. Clément Keller, Maître de Conférences, INSA de Rouen

M. Eric Hug, Professeur des Universités, Université de Caen (directeur de thèse)

Remerciements

Je tiens en premier lieu à remercier Antoine Maignan, directeur du Crismat, pour m'avoir accueilli lors de mes stages de M1 et de M2 et ensuite pour m'avoir octroyé une bourse de thèse. Je tiens ensuite à remercier les membres du jury, Guy Dirras et Philippe Picart d'avoir accepté de rapporter mes travaux de thèse mais aussi Eric Andrieu, Shabnam Arbab Chirani, Jean-Philippe Couzinie ainsi que Clément Keller d'avoir participé à mon jury.

Je tiens ensuite à remercier Eric Hug pour sa direction de thèse. Il a su me faire partager sa passion pour la recherche ainsi que pour l'enseignement tout en m'accordant sa confiance et une grande autonomie. Grâce à lui j'ai compris la relation « paternelle » que peut avoir un thésard avec son directeur.

Je re-remercie Clément Keller pour sa deuxième casquette, qui a pris part à mon encadrement avec de nombreuses discussions scientifiques, et a su me transmettre ses connaissances sur ce sujet de thèse. Merci aussi à une autre personne importante, Simon Thibault qui m'a accompagné sur la partie mécanique tout au long de ces travaux.

Je remercie ensuite les personnes qui ont contribué au bon déroulement de ce travail et à rendre agréables ces trois années. Je vais commencer par le groupe métallurgie : Jérôme Chottin (mon premier encadrant de stage), Natalia Bellido, Isabel Hervas (ma collègue inséparable avec qui j'ai commencé et avec qui je continue), Antoine Gueydan (doctorant avec qui les discussions sont toujours très fructueuses et à qui je souhaite bon courage pour sa dernière année) , Mayerling Martinez, ainsi qu'aux « petits nouveaux » Gwendoline Fleurier, Gaël Marnier, Margaux Gilmas (à qui je souhaite bonne chance pour leurs travaux à venir).

Dans le cadre de mes enseignements, j'ai côtoyé l'équipe de Caligny composée de Mohamed Ben Bettaieb, Gislaine Marie, Florian Landiger, Catherine Roque et Imane Elbakkali qui avec leur bonne humeur ont contribué à ma prise de poste future à leurs côtés.

Ensuite je tiens à dire merci à toutes les personnes du ou des laboratoires composant mon environnement proche : David Blond, Jean-Pierre Burnouf, Victor Duffort, Christelle Harnois, Jérôme Bazin, Sébastien Arnaud, Fanny Destaing, Driss Kenfoui, Anthony Thuault, Sylvain Marinel, Christophe Cibert, Etienne Savary, Jérôme Lecourt, François-Xavier Lefevre, Pierric Lemoine, Bernadette Domengès, Sylvie Malo, Xavier Larose, Richard Retoux, Loïc Le Pluart, Clément Paul, Thibault Parein, Romuald Herbinet, Quentin Lognoné, David Berthebaud...

Durant ces trois années, des étudiants (Emilie Picaud, Sophie Van Duijn, Thibault Parein, Bastien Bouchard, Julien Daures, Mathieu Dolley Damien Marie, Gautier Desbouvries) m'ont accompagné dans le cadre de projets ou de stages. Je tiens à les remercier pour leurs contributions en espérant leur avoir transmis mon enthousiasme pour la recherche

Pour continuer cette liste je tiens à remercier mes amis : Luc Bourdin, Jacques-Antoine Marie, Guillaume Mirambeau, Adrien Perissin-Pirasset, Adrien Dubrulle, Florent Charlot, Laurent Salles, Guillaume Boudin Charlotte Maupilé, Solène Penon, Sophie Bourdin, Swany Santana, Clément Pillevesse, Gwendoline Tabourin, Laurie-Anne Nguyen, Mathieu Canel, Stéphanie Aude, Justine Marcherat. Tous les moments passés avec eux ont permis de me reconforter dans les moments de doute.

Cette salve de remerciements se tourne maintenant vers Bernard Nouailhas et Dominique Nouailhas pour m'avoir accueilli durant les week-ends de cette année 2013 et pour m'avoir fait partager leurs expériences de la recherche. Ah j'allais oublier Diablo...

Je remercie du fond du coeur Océane Nouailhas pour m'avoir soutenu et supporté dans tous les moments difficiles.

Pour terminer mes remerciements vont naturellement à Alain, Annie et Paul-Alexis Dubos pour m'avoir permis de faire des études supérieures et toujours encouragé dans mes choix. Je leur dédie donc ce mémoire.

La théorie, c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne. La pratique, c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi. Si la pratique et la théorie sont réunies, rien ne fonctionne et ne sait pas pourquoi.

Albert Einstein

Table des matières

Introduction	11
1. Bibliographie.....	15
1.1 Mécanismes de déformation des métaux Cubiques à Faces Centrées (CFC).....	17
1.1.1 Déformations des monocristaux.....	17
1.1.2 Déformations des polycristaux.....	20
1.1.3 Effet de la température	25
1.2 Effets de taille	27
1.2.1 Effet de la taille de grains.....	27
1.2.2 Effet de l'épaisseur.....	32
1.2.3 Effet du nombre de grains dans l'épaisseur	36
1.2.4 Effet de la température	40
1.3 Synthèse	40
2 Matériaux d'étude, caractérisation, méthodologie des essais mécaniques.....	45
2.1 Présentation et obtention des matériaux d'étude	47
2.2 Caractérisation des matériaux	48
2.2.1 Analyse des tailles de grains	49
2.2.2 Analyse des joints de grains	51
2.2.3 Analyse des textures cristallographiques	52
2.3 Méthodologie des essais mécaniques.....	56
2.3.1 Essais de traction à température ambiante	56
2.3.2 Essais de traction en température	57
2.3.3 Essais d'emboutissage.....	59
2.4 Synthèse	60

3 Comportement mécanique à température ambiante	63
3.1 Comportement en traction.....	65
3.1.1 Formalisme de Hall et Petch	65
3.1.2 Etude de l'écrouissage par le formalisme de Mecking-Kocks.....	70
3.1.3 Origine de la modification du comportement	80
3.1.4 Synthèse	88
3.2. Influence du trajet de chargement.....	89
3.2.1 Rappels bibliographiques	89
3.2.2 Choix des essais	93
3.2.3 Résultats expérimentaux	95
3.2.4 Analyse des résultats	105
3.2.5 Synthèse	110
4 Comportement mécanique en température	113
4.1 Modification de la loi de Hall-Petch.....	115
4.2 Modification de l'écrouissage.....	125
4.3 Origine des mécanismes	131
4.4 Synthèse	136
5 Discussion	139
5.1 Modification du comportement à température ambiante	141
5.1.1 Influence de l'énergie de faute d'empilement.....	141
5.1.2 Origine de la transition polycristal-multicristal	144
5.1.3 Influence du taux de triaxialité.....	145
5.2 Influence de la température.....	149
5.2.1 Cas du cuivre	152
5.2.2 Cas du nickel	156
5.3 Synthèse	164
Conclusions et perspectives.....	169

Références bibliographiques.....	173
Liste des symboles et des acronymes.....	181
Annexes.....	187
A.1 Préparation d'échantillons pour les analyses microstructurales	189
A.1.1 Microscopie optique, microscopie électronique à balayage et EBSD.....	189
A.1.2 Microscopie électronique à transmission	190
A.2 Cartographies microstructurales et analyse systématique des textures.....	191
A.2.1 Microstructure optique	191
A.2.2 Microstructure EBSD	193
A.2.3 Textures	197
A.3 Essais mécaniques.....	202
A.3.1 Plans d'éprouvettes.....	202
A.3.2 Méthodologie du traitement de données en traction	203
A.3.3 Méthodologie du traitement de données pour les essais de mise en forme.....	204
A.4 Présentation du modèle de plasticité cristalline à gradient	205
Table des figures	211
Liste des tableaux.....	221
Résumé.....	224

Introduction

Depuis plusieurs années, les avancées technologiques ont permis la miniaturisation de nombreux systèmes. Cette recherche de miniaturisation est partagée par de nombreux secteurs économiques comme l'électronique, l'automobile, l'aéronautique, la télécommunication, les équipements médicaux...

Dans le domaine médical, le stent est un dispositif métallique maillé tubulaire, placé dans un vaisseau comprimé, qui permet d'améliorer la circulation sanguine (Figure 1). Ces pièces de petites tailles (diamètre ≈ 3 mm et épaisseur de l'alliage (généralement de magnésium) ≈ 125 μm) présentent des défaillances dans 29 % des cas de lésions vasculaires enregistrées. La rupture des stents est d'importance variable, 20 % présentent la rupture d'une maille ne mettant pas en jeu la vie du patient. Dans le cas le plus graves (18 %), toutes les mailles du stent sont rompues et forment un trou provoquant la séparation en deux parties de la pièce. Au niveau de la rupture, la formation d'un caillot sanguin, le rétrécissement artériel, voire l'endommagement du vaisseau engendrent de graves pathologies [1]. Ces défaillances sont généralement liées aux inhomogénéités du processus de mise en forme par découpe laser. Avec le temps, la pression exercée par le vaisseau sur le stent, peut provoquer la rupture.

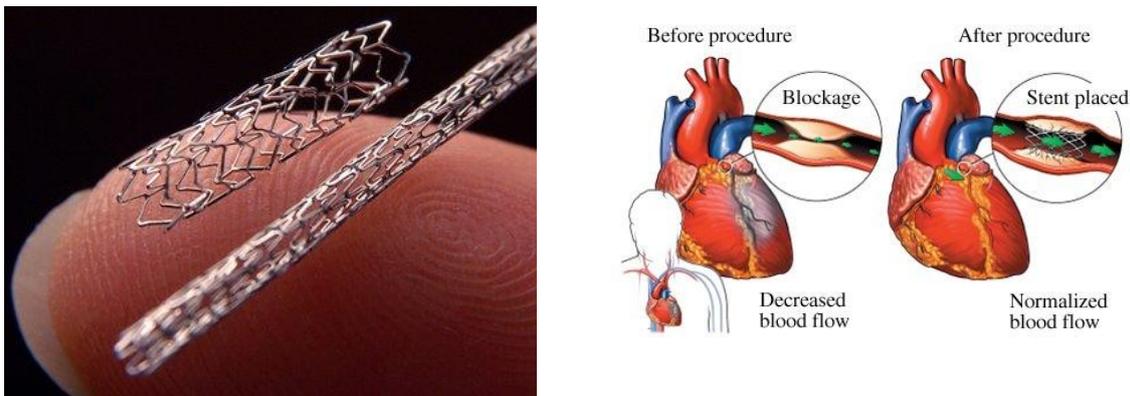


Figure 1 : Illustrations des stents vasculaires.

Dans d'autres domaines, l'utilisation au sein de ces microsystèmes de micro-vis, de micro-goupilles ou de micro-ressorts ayant des dimensions caractéristiques ne dépassant

pas 500 μm a remis au goût du jour les travaux de Hall et Petch [2, 3] ou encore de Fourier [4-7] sur les effets de taille. Pour des raisons de mise en forme et de fiabilité des dispositifs mécaniques, l'influence des effets de taille sur le comportement mécanique présente un intérêt fort. Une modification du comportement des matériaux est engendrée par la réduction des dimensions des pièces [8]. Les techniques de mise en forme pour obtenir des géométries de produits finis simples comme l'emboutissage, le poinçonnage, le forgeage, le pliage ou l'extrusion offrent des résultats corrects mais limités en termes de dimensions des pièces et en termes de déformations équivalentes admissibles [9-11]. Concernant la fiabilité des systèmes, on peut citer les ponts résistifs des déclencheurs d'airbags qui présentent des contraintes additionnelles résultant de l'échauffement localisé qui suffisent à les rompre [12, 13].

Cependant la connaissance des effets de taille provenant des études antérieures permet difficilement d'appréhender les mécanismes responsables de la modification des propriétés mécaniques. De nouveaux travaux ont donc été nécessaires pour comprendre le comportement des matériaux sous forme mince afin de modifier les procédés de mise en forme et de production.

Cette thèse s'inscrit à la suite de deux études menées dans l'équipe « Matériaux Fonctionnels et de Structures » du laboratoire Crismat sur les effets de taille. La première était basée sur l'étude d'une transition entre des échantillons volumiques et des échantillons surfaciques sur le comportement mécanique à température ambiante du nickel polycristallin de haute pureté par Clément Keller [14]. La seconde portait sur les mécanismes de transition volume/surface du comportement mécanique d'un alliage Ni20Cr réalisée à l'Université de Technologie de Compiègne par Mathieu Rudloff [15].

L'objectif de cette thèse est donc, en s'appuyant sur ces deux études, de comprendre le comportement thermomécanique de deux métaux « modèles », le cuivre et le nickel, en se focalisant sur l'influence de la température et du trajet de chargement sur les effets de taille responsables de la modification comportementale. Ces deux matériaux ont été choisis pour leur structure cristallographique cubique à faces centrées, leur pureté, et leurs mécanismes de déformation bien connus. De plus, leur utilisation dans les applications industrielles est courante notamment pour le cuivre dans le secteur de l'électronique.

Ce manuscrit de thèse débute par une synthèse bibliographique non exhaustive sur les mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées et sur les différents effets de taille. L'influence de la température sur ces deux axes est aussi étudiée. La présentation, l'élaboration et la caractérisation des matériaux d'étude couplées à la description de la méthodologie des essais mécaniques constituent un deuxième chapitre.

Pour poursuivre deux parties expérimentales sont proposées. Une première sur l'étude des effets de taille à température ambiante où l'influence de la taille de grains et du nombre de grains dans l'épaisseur est analysée en traction monotone ainsi qu'avec des essais d'emboutissage. La seconde partie expérimentale traite de l'effet de la température sur la modification du comportement en traction liée aux effets de taille.

Enfin cette thèse s'achèvera par une discussion des différents résultats obtenus, une série de conclusions et de perspectives envisageables pour la suite de ces travaux.

1. Bibliographie

Cette première partie est consacrée à l'étude bibliographique nécessaire à la compréhension des expérimentations qui seront menées par la suite. Afin de bien situer le contexte, il nous a paru nécessaire de rappeler les mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées. Une deuxième partie s'intéresse aux effets de taille notamment aux effets de taille de grains et de nombre de grains dans l'épaisseur. Pour répondre à la problématique de cette thèse, une synthèse des travaux sur l'influence de la température sur ces effets de taille termine cette revue bibliographique.

1.1 Mécanismes de déformation des métaux Cubiques à Faces Centrées (CFC)

1.1.1 Déformations des monocristaux

La présence de dislocations dans un matériau entraîne le glissement de certains plans cristallographiques conduisant à la déformation plastique. Dans le cas du glissement simple une seule famille de lignes est observée correspondant à l'émergence en surface de ces plans de glissement. Le glissement est défini par une direction $\langle uvw \rangle$ et un plan cristallographique (hkl) , qui si on les combine donnent naissance à plusieurs systèmes de glissement. Pour les CFC, le glissement se produit sur les plans les plus denses atomiquement c'est-à-dire ceux de la famille $\{111\}$, le long des directions $\langle 110 \rangle$, elles aussi les plus denses. Douze systèmes de glissement indépendants sont donc obtenus par combinaison de ces plans et de ces directions. Afin de savoir quel système est activé, la loi de Schmid et Boas peut être utilisée. Si l'on considère un monocristal de section S_0 , sous une charge axiale F avec un seul système de glissement possible, on peut définir χ l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction de traction et θ l'angle entre la direction de traction et la direction de glissement. Le glissement commence lorsque la cission dans le plan de glissement τ atteint une valeur critique τ_c appelée cission critique résolue qui dépend du matériau et de sa structure, de l'énergie de faute d'empilement γ_{EFE} , de la température et de l'écroutissage. Le tableau 1 répertorie des valeurs de cissions critiques résolues et d'énergies de faute d'empilement pour les deux matériaux d'étude. Cette valeur τ_c pour les douze systèmes de glissement est atteinte lorsque la contrainte σ ($=F/S_0$) est égale à la limite élastique.

	Nickel	Cuivre
Structure	CFC	CFC
T (°C)	20	20
γ_{EFE} (mJ.m ⁻²)	125 [14, 16, 17]	45 [17, 18]
τ_c (MPa)	5,8 [19]	1 [19]

Tableau 1 : Quelques valeurs de cissions critiques résolues et d'énergies de faute d'empilement pour des monocristaux de cuivre et de nickel.

L'expression de la contrainte en fonction de la cisssion est donnée par l'équation (1) :

$$\sigma = \frac{\tau}{\cos \theta \cos \chi} \quad (1)$$

Le terme $\cos\theta\cos\chi$ est appelé le facteur de Schmid et peut être déterminé pour chaque système de glissement, sa valeur est comprise entre 0 et 0,5. La loi de Schmid et Boas, illustrée par la figure 2, dit que le système de glissement activé est celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé c'est-à-dire celui pour lequel la limite élastique est la plus faible.

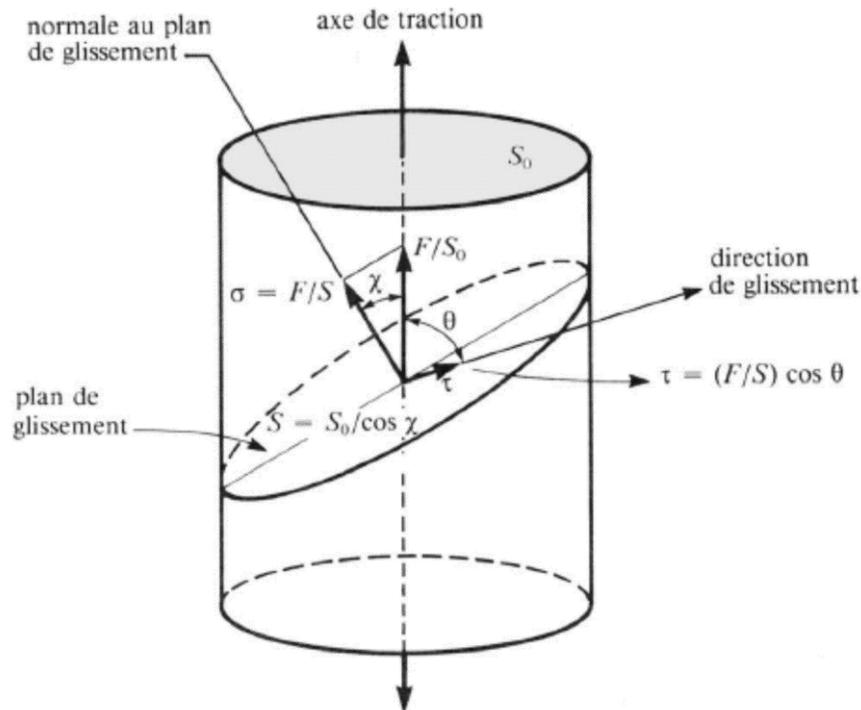


Figure 2 : Illustration de la loi de Schmid et Boas [19]

La déformation plastique résulte pour la plus grande partie du déplacement des dislocations. Elles sont à l'origine de la déformation mais expliquent aussi en grande partie l'écrouissage d'un matériau que l'on déforme c'est-à-dire sa capacité à durcir au cours de la déformation. D'après Sevillano [20], l'écrouissage est influencé par plusieurs paramètres qui sont la structure cristallographique, la texture, l'énergie de faute d'empilement, la composition chimique, la géométrie et la taille de la microstructure, les dislocations et les modes de déformation. La loi de Schmid et Boas permet d'expliquer simplement les mécanismes de déformation des monocristaux. La figure 3 représente une courbe de

traction d'un monocristal ne présentant qu'un seul système de glissement activé (Figure 3 (a)) et l'évolution du taux d'érouissage avec la cission appliquée pour un monocristal de cuivre (Figure 3 (b)).

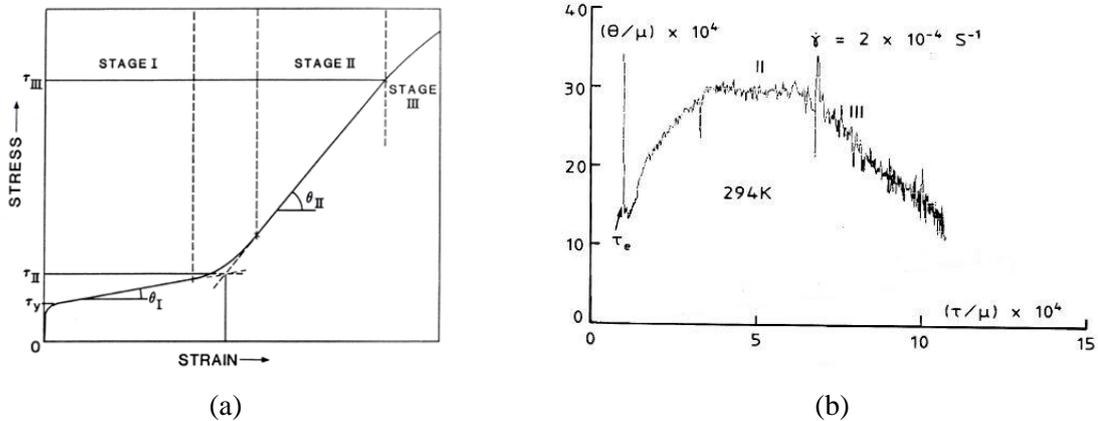


Figure 3 : Courbe de traction typique pour un monocristal orienté en glissement simple sollicité en traction uniaxiale [20] (a) et évolution du taux d'érouissage avec la cission pour un monocristal de cuivre [21] (b).

Pour les monocristaux CFC, l'évolution de l'érouissage est généralement divisée en trois stades distincts. Afin de caractériser ces stades, le coefficient d'érouissage est défini par l'équation (2) :

$$\theta_{monocristal} = \frac{d\tau}{d\gamma} \quad (2)$$

- Stade 1 : Ce premier stade est lié à l'activation d'un seul système de glissement. Les dislocations se déplacent dans le plan de glissement sans rencontrer d'obstacle. Ce stade de glissement facile, à durcissement faible donne lieu à une augmentation du nombre d'empilement de dislocations et à des arrangements peu durcissants. Ce stade ne produit que de faibles contraintes intragranulaires à longue distance illustrées par le faible taux d'érouissage.
- Stade 2 : Ce deuxième stade correspond à l'activation de plusieurs systèmes de glissement, donnant lieu à du glissement multiple. Le croisement de deux systèmes de glissement non coplanaires entraîne la formation de structures denses de dislocations très durcissantes pour le matériau. Ceci se traduit par un fort taux d'érouissage. Notons que pour ce deuxième stade, le taux d'érouissage est constant et athermique.

- **Stade 3 :** Ce troisième stade naît quand une contrainte critique, dépendant de l'énergie de faute d'empilement, de la température et de la vitesse de déformation est atteinte. Lors de ce stade, la multiplicité du glissement et le glissement dévié se généralisent à tous les grains. Ces deux phénomènes qui généralement débutent durant le stade II, sont responsables de la formation de structures de dislocations hétérogènes comme des amas, des murs ou des cellules. La généralisation du glissement dévié, processus thermiquement activé, est en partie responsable de la diminution du taux d'écroutissage lors de ce stade.

1.1.2 Déformations des polycristaux

Les matériaux polycristallins, peuvent être considérés comme un ensemble de monocristaux d'orientations différentes et en tenant compte de la loi de Schmid, l'hypothèse que chaque grain subit une déformation différente de celle de ses voisins est envisageable. Lorsque l'on cherche à calculer la réponse mécanique d'une pièce ou d'un volume polycristallin, on est amené à considérer la distribution des déformations et des contraintes en prenant en compte l'hétérogénéité cristallographique. Plusieurs modèles permettent de poser des hypothèses pour obtenir l'évaluation de cette réponse mécanique. Les deux plus connus sont les modèles de Sachs et de Taylor représentant respectivement les bornes inférieures et supérieures du comportement réel du polycristal. Dans le cas des matériaux CFC, le comportement du polycristal se traduit donc par un encadrement de la contrainte d'écoulement macroscopique σ par rapport à la cission critique résolue [22] (3) :

$$2\tau_c \leq \sigma \leq 3.06\tau_c \quad (3)$$

L'hypothèse de Taylor consiste à supposer que chaque grain se déforme de façon identique à l'ensemble polycristallin. Le comportement réel étant plus proche de ce modèle, la plupart des auteurs décrivent le passage monocristal/polycristal à l'aide de cette approche. Le facteur de Taylor M relie la contrainte σ à la cission τ et la déformation ε au cisaillement γ par les relations (4) et (5) [22]:

$$\sigma = M\tau \quad (4)$$

$$d\varepsilon = \frac{d\gamma}{M} \quad (5)$$

Les différentes orientations cristallographiques des grains du polycristal modifient son comportement mécanique. Les mécanismes de plasticité du polycristal vont donc débiter au niveau des grains favorablement orientés. L'importante densité de dislocations accumulées aux joints de grains fournit des dislocations appelées dislocations géométriquement nécessaires (GND) pour assurer la continuité de la contrainte et de la déformation de part et d'autre du joint de grains. La figure 4, issue des travaux d'Ashby [23], illustre un polycristal constitué d'agrégats de grains non déformés (Figure 4 (a)). En figure 4 (b), les grains sont déformés plastiquement selon la loi de Schmid créant des vides et des recouvrements inter-granulaires. Afin d'assurer la continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains, une correction de ces vides et de ces recouvrements est créée donnant lieu à l'introduction de dislocations géométriquement nécessaires (Figure 4 (c)). L'illustration (Figure 4 (d)) représente schématiquement le polycristal déformé avec ses GND.

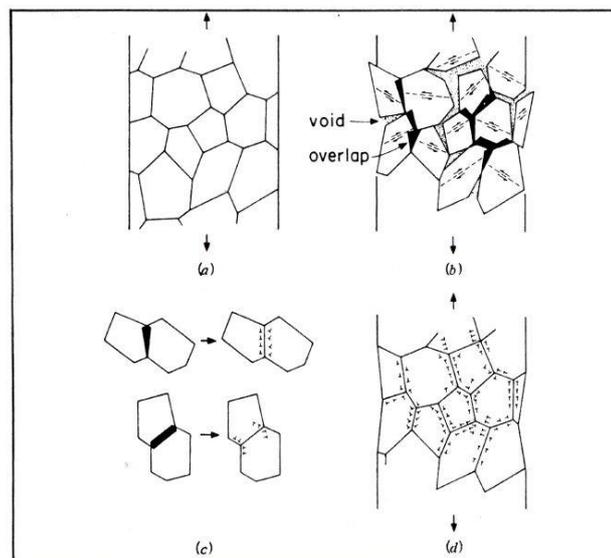


Figure 4 : Illustrations des dislocations géométriquement nécessaires assurant la continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains [23].

En prenant en compte le passage de la plasticité du monocristal au polycristal, la relation (6) explicite le taux d'écroissage pour des polycristaux [24].

$$\theta_{monocristal} = \frac{d\tau}{d\gamma} = \frac{d\sigma}{M} \times \frac{1}{Md\varepsilon} = \frac{\theta_{polycristal}}{M^2} d' où $\theta = \theta_{polycristal} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ (6)$$

Comme dans le cas des monocristaux, l'étude de l'écroissage des polycristaux CFC montre une décomposition en trois stades (figure 5 (a)). Cependant la description physique de ces stades n'est pas équivalente à ceux des monocristaux [25, 26]. La figure 5 (b) illustre la différence entre le comportement du polycristal ($\theta = f(\sigma)$) et celui du monocristal ($\theta = f(\tau)$) [27].

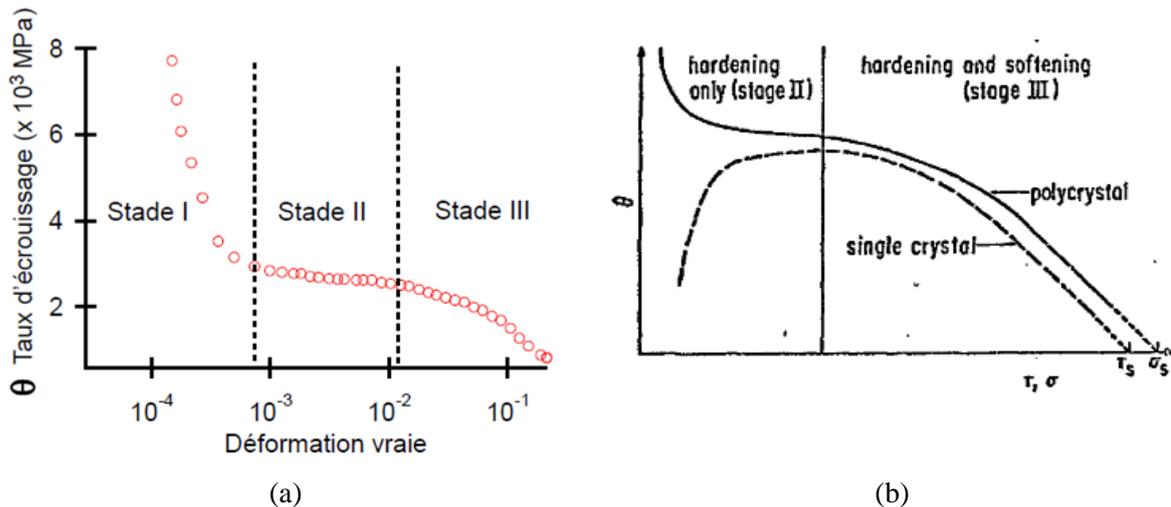


Figure 5 : Evolution des stades d'écroissage en fonction de la déformation vraie pour des polycristaux de nickel [14] (a) et comparaison entre le comportement du polycristal et du monocristal [27].

- Stade I : ce stade est un stade de glissement facile semblable à celui du monocristal en termes de systèmes de glissements activés. La déformation est accommodée par l'activation de sources du système primaire $\{111\}\langle 110\rangle$, ce qui donne lieu à une augmentation du nombre d'empilements et à la formation de dipôles et de multipôles peu durcissants. Le taux d'écroissage élevé lors de ce stade est associé aux incompatibilités de déformation entre les grains, absentes dans le monocristal.

- **Stade II** : ce stade est relié à l'activation de plusieurs systèmes de glissements secondaires (glissements multiples) et de quelques glissements déviés. Comme pour le monocristal l'activation du glissement secondaire entraîne la formation de structures denses de dislocations comme des amas, des murs ou des cellules. L'activation de multiples systèmes au sein d'un même grain accommode en partie les incompatibilités inter-granulaires et donc les diminue en fonction de la déformation plastique. Sur la courbe de traction, contrairement aux monocristaux, ce stade n'est pas linéaire du fait de la contribution des joints de grains à l'écroutissage sauf si les polycristaux possèdent peu de grains dans l'épaisseur et sont déformés à basse température [20, 27].

- **Stade III** : ce stade correspond à la généralisation du glissement dévié à tous les grains. Le glissement dévié est un glissement, qui ayant commencé sur un certain plan cristallographique, continue en étant dévié sur un autre. Les dislocations sont arrangées en cellules dont la forme et le type sont affectés par l'orientation cristallographique des grains par rapport à la direction de sollicitation et par l'énergie de faute d'empilement [28, 29]. Les structures cellulaires peuvent être divisées en trois types. La figure 6 montre ces trois types de cellules et leur dépendance à l'orientation cristallographique des grains par rapport à la direction de traction.
 - Les cellules de type I sont généralement allongées et divisées en blocs par des sous-joints d'accommodation géométrique (GNB).
 - Les cellules de type II sont équiaxes et se développent au sein de grains dont l'orientation est proche de $\langle 001 \rangle$. Les joints de ce type de cellules sont très peu désorientés ($< 5^\circ$) de part et d'autre de leur plan. Le nombre important de systèmes de glissement activés pour ce type d'orientation provoque la formation de ce type de cellules.
 - Les cellules de type III, sont proches des cellules de type I sans être séparées par des GNB et sont observées pour des grains d'orientation proche de $\langle 111 \rangle$. Ce troisième stade d'écroutissage est aussi caractérisé par la formation de zones dures (grande densité de dislocations) et de zones molles (faible densité de dislocations) entraînant une forte hétérogénéité du comportement mécanique.

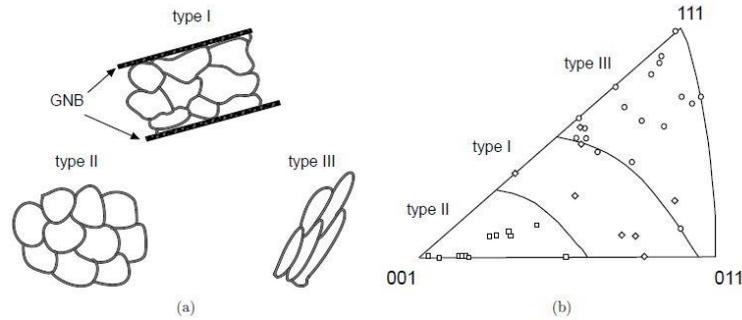


Figure 6 : Illustration des types de cellules (a) selon l'orientation des grains (b) [28].

La figure 7 illustre les différentes structures de dislocations rencontrées lors de la déformation d'un acier inoxydable [30]. Ces structures évoluent en fonction du taux de déformation, on peut voir un arrangement sous forme d'empilements pour une faible déformation (stade I). Lorsque le stade II se met en place, la présence d'amas peut être observée et lors d'une déformation plus importante (stade III), les structures en cellules deviennent majoritaires.

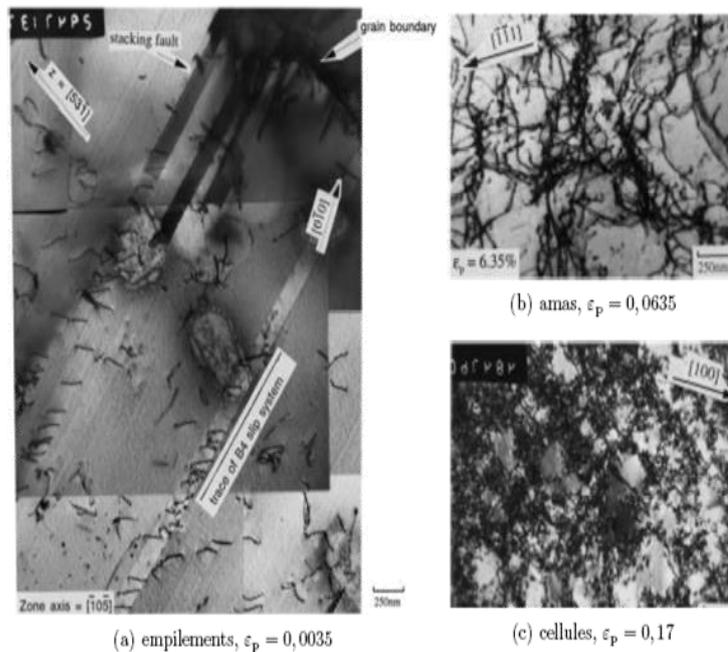


Figure 7 : Structures de dislocations présentes au cours de la déformation pour un acier inoxydable 316L [30].

D'après les travaux de Feaugas *et al.*[26], il a été remarqué que les contraintes et les déformations de 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. Lorsque la taille de grains diminue, le stade III est favorisé par rapport aux stades I et II. Lorsque l'énergie de faute d'empilement

diminue, l'activation des stades II et III est retardée. Les incompatibilités de déformations sont plus importantes lorsque la taille de grains est faible ce qui explique la favorisation du stade III.

1.1.3 Effet de la température

La dépendance en température du comportement mécanique des monocristaux et des polycristaux de cuivre a été étudiée intensivement par Chen et Kocks [31]. Leur principale conclusion sur le changement du comportement est relative aux mécanismes de déformations activés thermiquement. Les différents stades d'écrouissage que ce soit pour les monocristaux ou pour les polycristaux, sont affectés par la température. Les courbes de la figure 8 et de la figure 9 permettent une détermination simple de l'évolution de l'écrouissage, notamment par l'intermédiaire des courbes $\tau\theta = f(\tau)$ et $\sigma\theta = f(\sigma)$. Ce type de représentation introduite par Mecking [27] permet de modéliser l'écrouissage avec comme seule variable la densité de dislocations. Ces représentations, décrites plus en détails par la suite, confirment la linéarité et l'athermicité du stade II. La température n'affecte pas la contrainte de passage entre le stade I et le stade II, alors que celle entre les stades II et III diminue fortement lorsque la température augmente. Ceci traduit que le mécanisme de glissement dévié, prépondérant en stade III, ainsi que le phénomène de restauration dynamique responsable de la baisse de l'écrouissage, sont activés thermiquement. En d'autres termes, ce troisième stade est favorisé par la température au détriment du stade II. La température augmente la mobilité des dislocations, ne permettant que peu la formation de structures denses et durcissantes caractéristiques du deuxième stade d'écrouissage. Ces phénomènes sont mis en évidence pour des monocristaux d'argent, figure 8 (a), avec la forte augmentation de l'écrouissage du stade I quelque soit la température et l'évolution linéaire du stade II. La figure 8 (b) révèle que la déviation par rapport à la linéarité intervient de plus en plus tôt lorsque la température augmente, provoquant une forte diminution de la longueur du stade II. En effet le stade III s'active pour une cisssion de 30 MPa à 190 K alors qu'il s'active pour 10 MPa pour une température de 565 K.

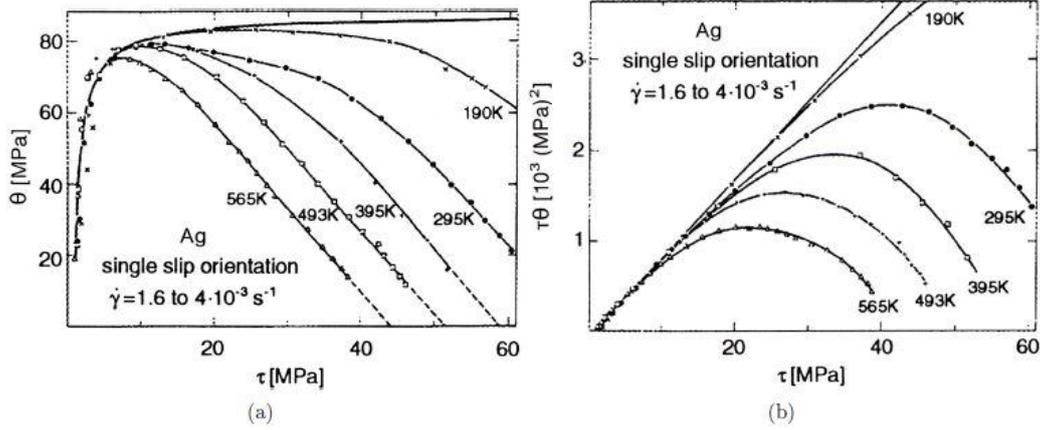


Figure 8 : Evolution de θ et de $\tau\theta$ en fonction de τ pour un monocristal d'argent sollicité en traction pour différentes températures [27].

Des constats similaires peuvent être réalisés pour un polycristal de cuivre déformé à différentes températures. La figure 9 (b) montre clairement la réduction du stade II lorsque la température augmente.

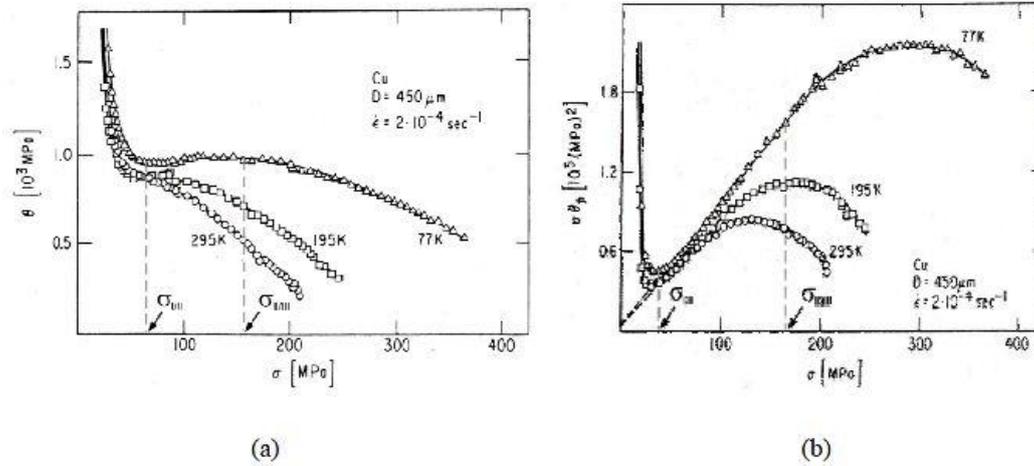


Figure 9 : Evolution de θ et de $\sigma\theta$ en fonction de σ pour un polycristal de cuivre sollicité en traction pour différentes températures [27].

1.2 Effets de taille

Les paragraphes suivants ont pour but de synthétiser les différents résultats issus de la littérature afin de comprendre l'influence de la taille de grains et de l'épaisseur sur le comportement mécanique des polycristaux. Le dernier paragraphe traite de l'influence de la température sur ces effets de taille.

1.2.1 Effet de la taille de grains

Depuis les années cinquante, l'effet de la taille de grains sur le comportement mécanique est très largement étudié. La principale observation est une augmentation de la contrainte d'écoulement lorsque la taille de grains est réduite. Les travaux de Hall [2] et de Petch [3] ont permis de formaliser cet effet par une relation reliant la limite d'élasticité à la taille de grains :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_{HP}}{\sqrt{d}} \quad (7)$$

où σ_y représente la contrainte élastique, σ_0 la contrainte de friction subie par les dislocations en l'absence de joints de grains (approximativement la limite d'élasticité dans le cas limite d'un monocristal), d la taille de grains moyenne et k_{HP} la constante de Hall et Petch exprimant la résistance des joints de grains à la plasticité.

Par la suite, cette loi a été étendue aux niveaux de déformation supérieurs et a été généralisée par l'équation (8) :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{HP}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \quad (8)$$

où $\sigma(\varepsilon)$ représente la contrainte pour un niveau de déformation donné. σ_0 et k_{HP} ont la même signification physique que précédemment mais dépendent de la déformation. Des travaux sur le laiton 70-30 montrent la juste représentation de cette loi jusqu'à des niveaux de déformation de 0,3 [32, 33]. Concernant le cuivre, la figure 10 (a) montre, pour des grains de tailles inférieures à 1 mm, une diminution de la constante k_{HP} jusqu'à une inversion de la loi lorsque le niveau de déformation devient supérieur à 0,1.

Une augmentation de la taille de grains permet de réduire le nombre de grains dans un échantillon et de s'approcher du comportement d'un monocristal. Ceci se traduit par une prédominance des dislocations accumulées par rapport aux dislocations géométriquement nécessaires, ce qui peut éventuellement expliquer la tendance à ne plus dépendre de la taille de grains. Or Kocks [34] précise qu'il n'est pas approprié d'étendre la loi originale de Hall et Petch pour les très grandes tailles de grains.

Les travaux de Tabata et *al.* [35] sur du cuivre polycristallin à température ambiante, figure 11, montrent que ce formalisme de Hall et Petch est respecté jusqu'à une déformation de 0,01 tandis que pour des déformations plus importantes jusqu'à 0,2, une chute linéaire de contraintes intervient lorsque la taille de grains devient supérieure à environ 50 μm .

Ces deux études sont contradictoires pour le cuivre dans des gammes de tailles de grains comparables. Pour des hauts niveaux de déformations, l'une montre une inversion de loi alors que l'autre révèle l'apparition d'un second régime. En outre les résultats de Tabata sur le cuivre sont assez semblables à ceux de Thompson sur le nickel présentés figure 10 (b). En effet, concernant le nickel, la validité de loi de Hall-Petch est prouvée sur une large gamme de tailles de grains et de déformations [26, 36]. Cependant pour une taille de grains inférieure à 1 μm , une réduction de k_{HP} est constatée. Par ailleurs, pour les hautes valeurs de tailles de grains, une deuxième diminution de k_{HP} apparaît, notamment pour des niveaux de déformation supérieurs à 0,05.

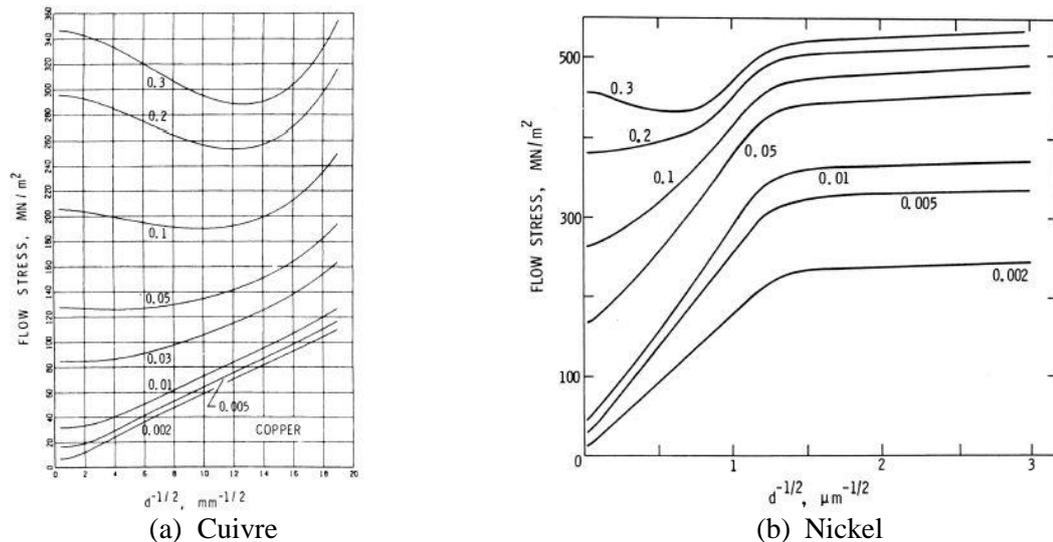


Figure 10 : Loi de Hall-Petch représentant l'influence de la taille de grains sur la contrainte d'écoulement du cuivre (a) et du nickel (b) polycristallin pour différents niveaux de déformation [33, 36].

Les travaux de Tabata comprennent aussi une étude sur deux alliages Cu-Al avec différents pourcentages massiques d'aluminium afin de faire diminuer l'énergie de faute d'empilement, et d'observer l'influence de ce paramètre sur la loi de Hall et Petch. L'apparition des deux régimes sur le cuivre n'existe plus pour les alliages. L'extension de la loi aux grandes déformations est valide pour ces deux cuproaluminiums à basse énergie de faute d'empilement. La comparaison entre ces matériaux montre l'effet de γ_{EFE} sur les coefficients σ_0 et k_{HP} . Ces coefficients renseignent sur les mécanismes de déformation mis en jeu au cours de l'écroutissage ainsi que sur les structures de dislocations présentes, et sont donc fortement dépendants du matériau, de la déformation et de l'ordre de grandeur des tailles de grains analysées.

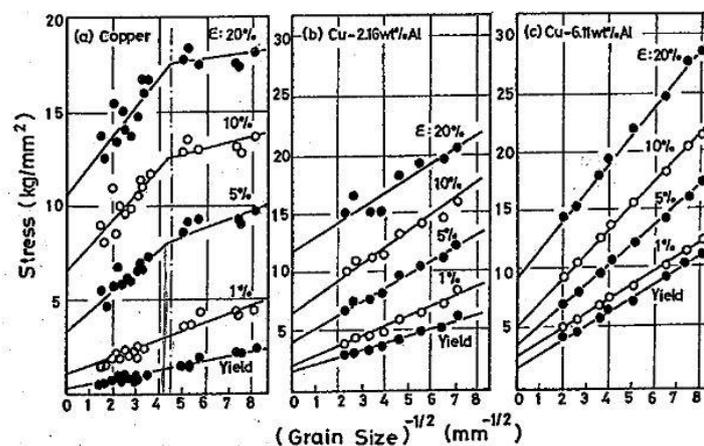


Figure 11 : Courbes illustrant la loi de Hall-Petch pour des échantillons de cuivre et de deux alliages avec différents pourcentages massiques d'aluminium, faisant varier l'énergie de faute d'empilement, sollicités à une température de 273 K [35].

Feugas *et al.* [26] ont étudié l'évolution des paramètres σ_0 et k_{HP} en fonction de la déformation, pour des échantillons de nickel (Figure 12 (a)) et d'acier 316L (Figure 12 (b)), et les a liés aux stades d'écroutissage. Lors du stade I, le coefficient k_{HP} augmente jusqu'à stabilisation lors d'un stade de transition entre le stade I et le stade II. Ces auteurs expliquent cette augmentation par celle des contraintes internes intergranulaires dues à la prédominance du glissement simple. L'activation du glissement multiple en stade II s'accompagne de la relaxation de ces contraintes internes provoquant la diminution de k_{HP} . Le glissement dévié, majoritaire en stade III implique le même effet. La comparaison entre les deux matériaux, montre l'influence de l'énergie de faute d'empilement, notamment en stades II et III, sur k_{HP} . La décroissance plus prononcée pour le nickel que pour l'acier 316L, permet d'affirmer que plus l'énergie de faute d'empilement est faible, plus la sensibilité à la taille de grains est élevée ($\gamma_{Ni} > \gamma_{316L}$). Le terme σ_0 n'évolue quasiment pas tant que le stade II ne s'est pas mis en place. Lors des deux derniers stades d'écroutissage, la formation de structures denses de dislocations ainsi que la généralisation du glissement dévié entraînent une forte augmentation de ce terme. De la même manière une faible énergie de faute d'empilement a tendance à favoriser les contraintes de friction.

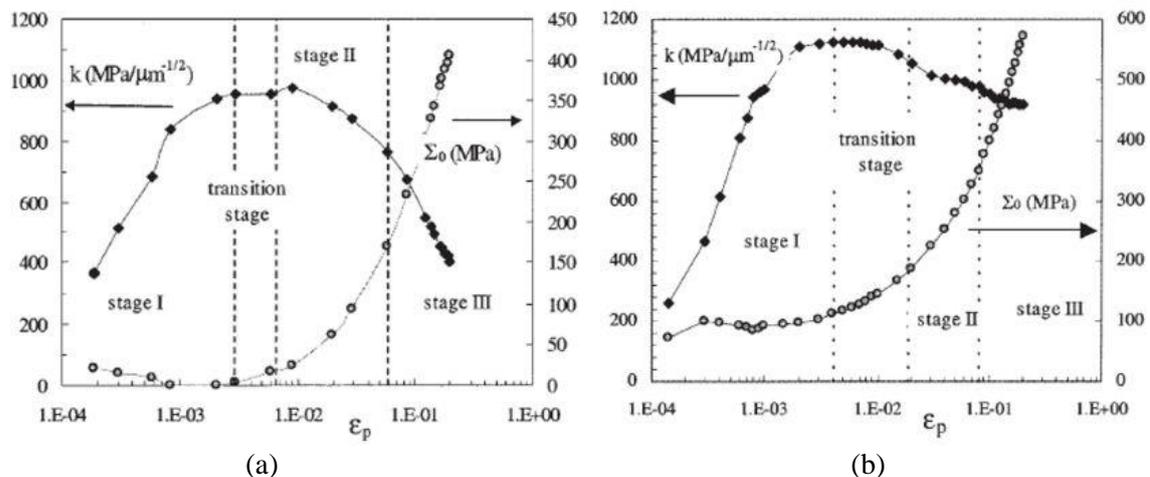


Figure 12 : Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch avec la déformation, en traction simple pour le nickel (a) et l'acier inoxydable 316L (b). La gamme de tailles de grains pour le nickel est 18-168 μm alors que pour l'acier elle est de 13-107 μm [26].

Les résultats des travaux sur des échantillons de faibles épaisseurs montrent que la constante k_{HP} est très sensible à ce paramètre structural. Les travaux de Jansen *et al.* [37] pour des échantillons d'épaisseur 100 μm avec des tailles de grains variant entre 99 μm et 233 μm , révèlent une faible dépendance de la contrainte à la taille de grains. Cette faible valeur de la constante k_{HP} n'est vraie qu'à partir d'une certaine épaisseur. En effet pour une

épaisseur de 270 μm , la sensibilité à la taille de grains est plus importante, et la loi de Hall-Petch confirme l'augmentation de la contrainte avec la réduction de la taille de grains (figure 13). Ces résultats mettent en évidence l'influence d'une forte réduction de l'épaisseur sur la sensibilité du comportement mécanique à la taille de grains. La conclusion de ces travaux est que le rôle joué par les joints de grains devient quasiment négligeable pour des échantillons de très faibles épaisseurs. Lorsque ces joints de grains deviennent perpendiculaires aux surfaces libres, la probabilité d'interactions entre ces derniers et les dislocations mobiles est de plus en plus petite.

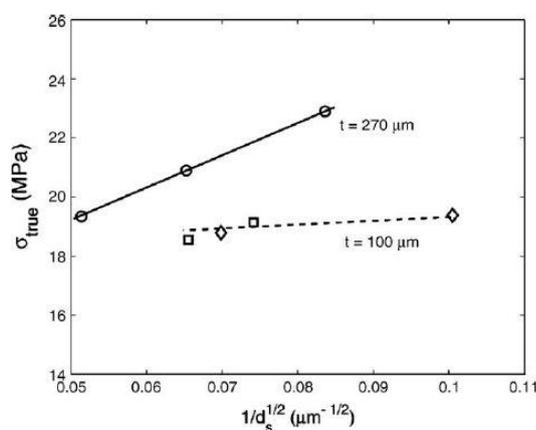


Figure 13 : Influence de l'épaisseur sur la loi de Hall-Petch pour des polycristaux d'aluminium [37].

La loi de Hall-Petch a été étudiée par le passé sur une gamme très étendue de tailles de grains. Il est observé, sur la figure 14, présentant une compilation des différentes valeurs pour la loi de Hall-Petch pour le cuivre [38], que cette loi s'inverse pour des tailles de grains relativement petites. Cet adoucissement pour les très petites tailles de grains s'explique par la méthode d'élaboration des polycristaux à grains ultra-fins ou nanométriques. Cette élaboration provoque des micropores ou de microfissures influençant notablement la réponse mécanique. Pour ces faibles tailles de grains, la déformation plastique ne se fait plus par glissement des dislocations mais par des mécanismes complexes localisés aux joints de grains et mettant en jeu le glissement aux joints [39].

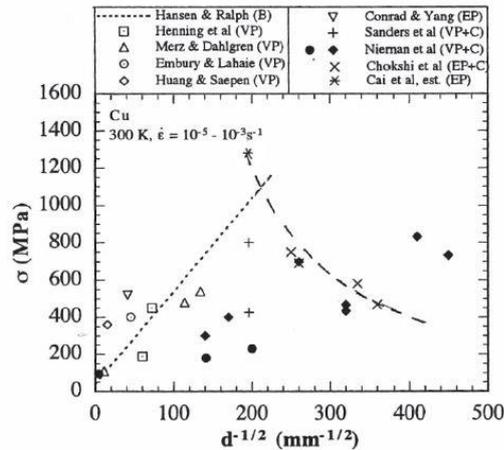


Figure 14 : Revue de différentes valeurs pour la loi de Hall-Petch pour le cuivre. Le maximum est atteint pour une taille de grains de 25 nm [38].

1.2.2 Effet de l'épaisseur

L'influence de l'épaisseur des échantillons sur les propriétés mécaniques est étudiée afin de répondre aux problématiques industrielles de miniaturisation. Les épaisseurs considérées sont comprises entre une centaine de nanomètres et quelques centaines de micromètres. Ces faibles épaisseurs rendent, d'un point de vue expérimental, les manipulations difficiles. Afin d'étudier l'influence des dimensions, les méthodes d'élaboration permettent de faire la distinction entre deux catégories :

- L'électrodéposition pour obtenir des échantillons de très faibles épaisseurs, entre la centaine de nanomètres et quelques micromètres.

Différents travaux montrent une influence du mode d'élaboration et donc de l'épaisseur de l'échantillon sur le comportement mécanique. L'étude de Haque et *al.* [40] sur des films d'aluminium d'épaisseurs comprises entre 100 nm et 485 nm montre que la diminution de l'épaisseur provoque une augmentation de la contrainte d'écoulement (figure 15). Les travaux d'Espinosa et *al.* [41] confirment ce résultat sur le même matériau ainsi que sur des films d'or et de cuivre. De plus, ces auteurs proposent comme explication qu'une réduction de l'épaisseur entraîne une diminution du nombre de grains dans l'épaisseur. Cette réduction entraîne une baisse de la densité de dislocations et donc provoque une hausse de la contrainte pour obtenir la même déformation plastique.

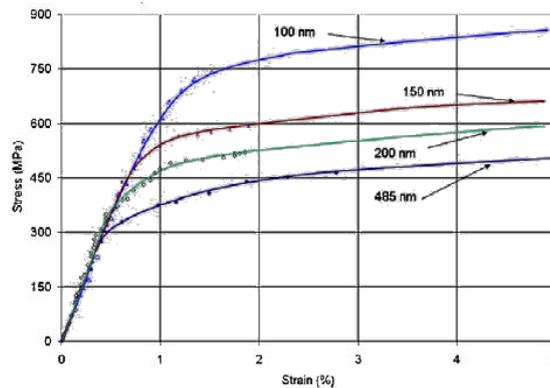


Figure 15 : Comportement en traction simple à température ambiante de films minces d'aluminium élaborés par électrodéposition pour différentes épaisseurs [40].

- Le laminage pour obtenir des épaisseurs variant de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres.

Ce deuxième type d'élaboration permet d'obtenir des dimensions plus importantes et facilite donc un peu plus les manipulations. C'est pourquoi un plus grand nombre d'études portent sur des matériaux élaborés par laminage. Les travaux de Weiss et *al.* [42] sont réalisés sur du cuivre et ceux de Michel et *al.* [43] sur un alliage CuZn36. Leurs principaux résultats montrent que lorsque l'épaisseur, qui est comprise entre 10 μm et 500 μm , est réduite, ceci entraîne une baisse de la contrainte d'écoulement, ainsi qu'une diminution de la déformation plastique à rupture (Figure 16).

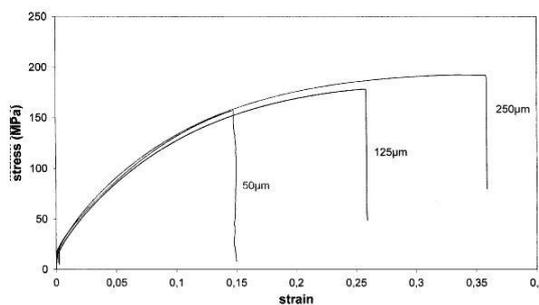


Figure 16 : Effet de l'épaisseur sur le comportement mécanique de polycristaux de cuivre pour différentes épaisseurs obtenues par laminage [42].

L'étude des faciès de rupture, figure 17, montre que la réduction d'épaisseur provoque une modification de la zone rompue. Pour des polycristaux de cuivre d'épaisseur 250 μm , le faciès présente une rupture ductile caractérisée par l'existence de cupules, tandis que

pour des épaisseurs plus faibles, 125 μm et 50 μm , la rupture se fait par striction complète dans l'épaisseur. Ces résultats montrent une transition du mode de rupture due à la diminution d'épaisseur [42].

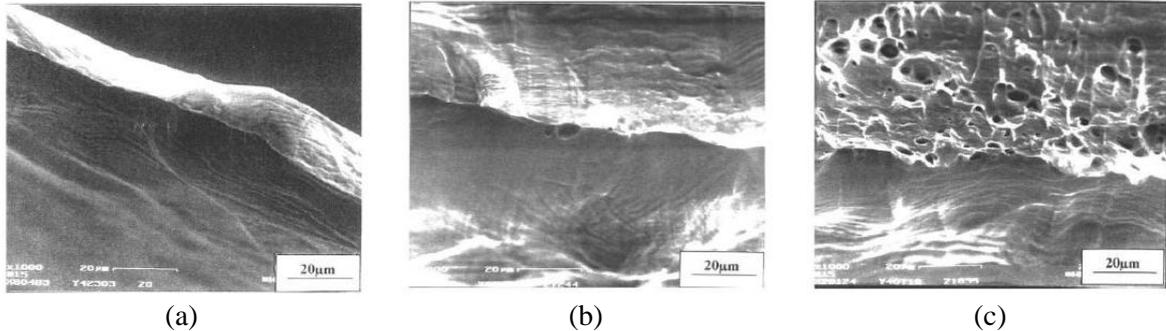


Figure 17 : Effet de l'épaisseur sur les modes de rupture de polycristaux de cuivre. (a) $t = 50 \mu\text{m}$, (b) $t = 125 \mu\text{m}$ et (c) $t = 250 \mu\text{m}$ [42].

Simons *et al.* [44] apportent un complément sur l'effet d'épaisseur, en étudiant la rugosité de surface d'éprouvettes de cuivre d'épaisseur 20 μm après chargement. Leurs résultats montrent qu'une simple réduction d'épaisseur provoque un accroissement de la rugosité de surface de 10 à 20%. De plus, l'amincissement accompagné d'une croissance granulaire, réduit le nombre de grains dans l'épaisseur et provoque une augmentation de rugosité d'un facteur deux. Ces résultats sont présentés figure 18.

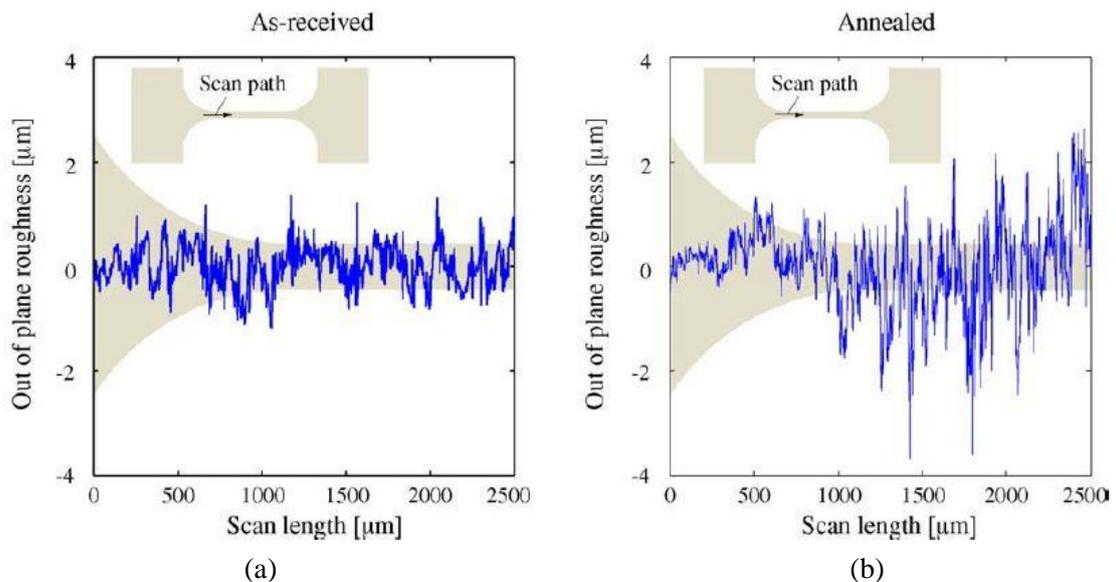


Figure 18 : Illustration de l'augmentation de la rugosité de surface pour les éprouvettes de cuivre de 20 μm . (a) Éprouvette juste amincie, (b) éprouvette amincie et recuite [44].

Des travaux sur différents matériaux, nickel [45, 46], cuivre ou aluminium [18] relatent que la diminution de contrainte entre les échantillons les plus minces et les plus épais est toujours de l'ordre de 30% (figure 19 (a)), et ceci indépendamment du niveau de déformation (figure 19 (b)). La figure 19 (b) présente les résultats du nickel de taille de grains 100 μm et d'épaisseurs variables entre 3,2 mm et 12,5 μm . L'étude de la contrainte normalisée par celle de l'échantillon le plus épais met en évidence que la chute de contrainte se fait lorsque l'épaisseur est réduite dans la gamme 500 μm – 100 μm . Entre 3,2 mm et 500 μm ainsi qu'entre 125 μm et 12,5 μm , l'épaisseur n'a quasiment pas d'effet sur les propriétés mécaniques.

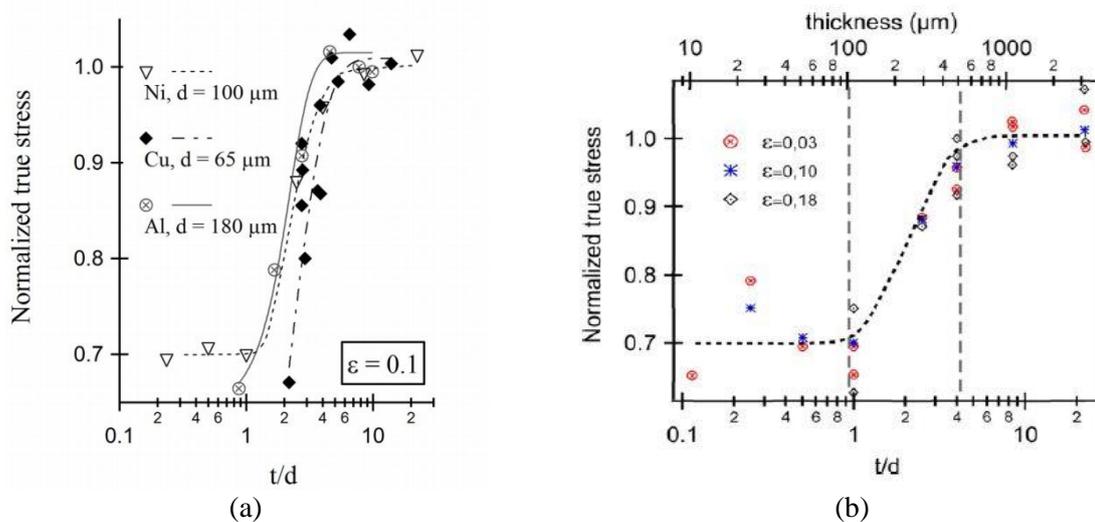


Figure 19 : Evolution de la contrainte normalisée par la contrainte de l'échantillon le plus épais en fonction de l'épaisseur pour le cuivre, le nickel et l'aluminium déformé à 10 % [46] (a) et pour différents niveaux de déformation dans le cas du nickel [45] (b).

Trois hypothèses ont été émises par différents auteurs afin d'expliquer ces phénomènes observés sur l'influence de l'épaisseur sur le comportement mécanique :

- Weiss et *al.* [42], proposent qu'avec une réduction d'épaisseur, l'état de contrainte passerait d'un état de déformation plane à celui de contrainte plane diminuant l'activité du glissement et provoquant la transition des modes de rupture ainsi qu'une rupture prématurée.
- L'étude de la rugosité de Simons et *al.* [44], explique que la rupture localisée et précoce peut-être due à une importante concentration locale de contraintes.
- Hug et Keller [46] considèrent que la forte modification des propriétés mécaniques peut être corrélée à l'existence de cellules de dislocations de

dimensions plus importantes dans les zones surfaciques, et à l'augmentation correspondante du libre parcours moyen des dislocations mobiles.

1.2.3 Effet du nombre de grains dans l'épaisseur

Lors de l'étude de l'influence de l'épaisseur sur le comportement mécanique, il a été remarqué que lors d'un amincissement, le nombre de grains dans l'épaisseur diminue. Cette réduction provoque une augmentation du nombre de grains tronqués par la présence d'une surface libre entraînant la modification du comportement. Cette modification semble correspondre à une transition entre un caractère polycristallin et un caractère monocristallin. Thompson et *al.* [33] mettent en évidence un comportement intermédiaire multicristallin qui apparaît pour des échantillons possédant un faible nombre de grains dans l'épaisseur. Cette transition polycristal-multicristal peut donc apparaître lors d'une variation d'épaisseur ou une variation de taille de grains. Le rapport entre l'épaisseur (t) et la taille de grains (d) permet de s'affranchir des dimensions du matériau. Le caractère multicristallin intervient brusquement lorsque le rapport t/d , représentant le nombre de grains dans l'épaisseur, devient inférieur à une valeur critique $(t/d)_c$ fonction de plusieurs paramètres.

Le tableau 2 récapitulatif des valeurs des rapports $(t/d)_c$ montre l'influence de la température et de l'énergie de faute d'empilement sur ce ratio. L'importance de la gamme de taille de grains d'étude est aussi spécifiée.

- L'effet de la température sera plus amplement abordé dans le paragraphe suivant.
- Concernant l'énergie de faute d'empilement, les travaux de Miyazaki et *al.* [18] vont dans le sens où plus l'énergie de faute d'empilement est haute plus le rapport $(t/d)_c$ est faible.
- Cette étude tend aussi à montrer que plus la taille de grains du matériau étudié est importante plus le rapport $(t/d)_c$ est faible.

Une augmentation de la taille de grains couplée à celle de l'énergie de faute d'empilement, semble permettre la diminution de nombre de grains dans l'épaisseur nécessaire à la transition poly/multicristal, et favorise donc le domaine polycristallin où les propriétés du matériau ne sont pas modifiées.

Matériau	Température (K)	γ_{EFE} (mJ.m ⁻²)	d_m (μm)	$(t/d)_c$	Réf.
Al	293	135	90 et 180	4 et 6	[18]
	293		Variable	5	[47]
	293		143	≈ 5	[48]
Ni	293	125	≈ 100	4	[49]
Fe	293	≈ 30	25 et 60	10 et 20	[18]
Cu	293	45	Entre 16 et 140	Entre 5 et 14	[18]
	293	45	Entre 16 et 360	17.5	[35]
	77	?	Entre 25 et 550	12.5	[35]
Cu-2.16wt%Al	293	< 45	Entre 18 et 192	∅	[35]
	77		Entre 24 et 117	∅	[35]
Cu-6.11wt%Al	293	< $\gamma_{EFE}(Cu-2.16wt\%Al)$	Entre 13 et 230	16.5	[35]
	77		Entre 14 et 250	∅	[35]
CuAl13	293	< 45	Entre 31 et 77	Entre 10 et 30	[18]
CuZn36	293	≈ 14	Entre 35 et 70	Entre 2.5 et 14.3	[43]
Ni-20wt%Cr	293	42	190	8	[15]

Tableau 2 : Synthèse de différentes valeurs du nombre de grains critique dans l'épaisseur $(t/d)_c$ pour plusieurs matériaux issues de la littérature. ∅ : aucun rapport $(t/d)_c$ n'a été identifié dans ces travaux.

La figure 20 illustre la modification des propriétés mécaniques qui se traduit par une réduction de la contrainte d'écoulement lorsque le rapport t/d diminue [18]. Ces auteurs avancent que lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est réduit, la proportion de grains surfaciques augmente, et que ces grains sont moins contraints que ceux à cœur. Cette hypothèse traduit la présence d'effets de surface comme étant à l'origine de la modification du comportement. L'étude de Keller et *al.* [50] confirme la présence de ce gradient de contrainte entre la surface et le cœur, par une caractérisation de la taille des cellules de dislocations pour différents rapports t/d et pour différents états de déformation. La figure 21 (a) reporte les valeurs pour deux échantillons, un dans le domaine polycristallin ($t/d > (t/d)_c$) et l'autre dans le domaine multicristallin ($t/d < (t/d)_c$). Ces résultats montrent que la taille des cellules de dislocations est très différente entre le cœur et la surface pour l'échantillon multicristallin. De plus cette différence est plus prononcée durant le stade II que durant le stade III. La figure 21 (b) illustre le gradient de contraintes intragranulaires pour un échantillon multicristallin et sa conséquence sur la relation de Hall et Petch [51].

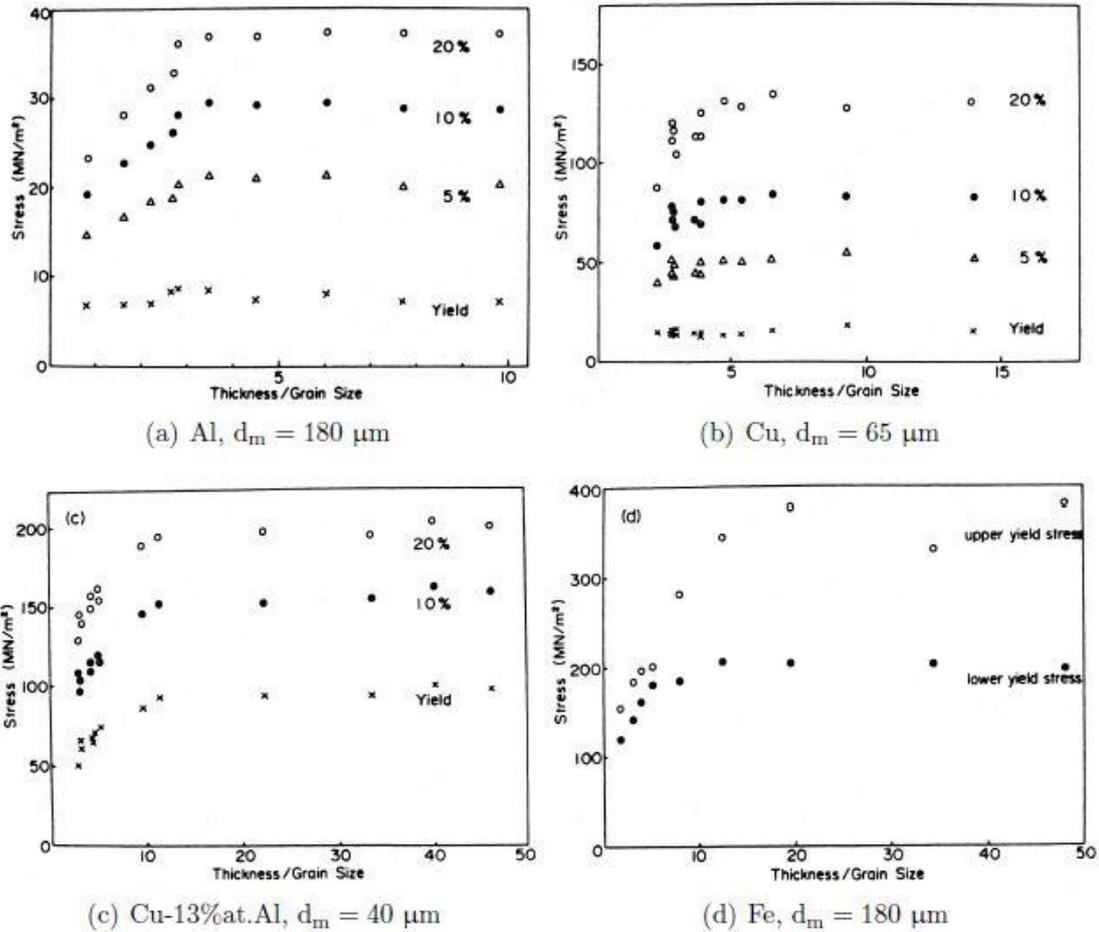


Figure 20 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement de quatre matériaux polycristallins [18].

La contrainte intragranulaire est liée à la taille de cellules de dislocations via la relation (9) de Kuhlmann-Wilsdorf [52] :

$$\sigma = \sigma_0 + f_g(\varepsilon) \frac{\lambda \mu b M}{\phi(\varepsilon)} \quad (9)$$

où σ_0 est une constante matériau, relative au niveau de contrainte intergranulaire, f_g est la fraction numérique de grains présentant des cellules de dislocations [30], M est le facteur de Taylor, λ est un paramètre matériau dépendant de l'énergie de faute d'empilement, b est le vecteur de Burgers, μ est le module de cisaillement et Φ est le diamètre moyen des cellules de dislocations. Le deuxième terme de droite décrit l'évolution de la contrainte intragranulaire. Sur les micrographies, le gradient de contraintes intragranulaires est représenté par la ligne en pointillé. La chute de contrainte macroscopique pour le domaine multicristallin semble donc due à la présence d'effets de surface qui paraissent être vérifiés

par l'importante différence de taille de cellules entre le cœur et la surface. Concernant, le domaine polycristallin et le domaine monocristallin ($t/d < 1$), cette différence est nettement plus faible, inférieure à 10%, n'influant pas au niveau macroscopique. La faible variation pour le domaine monocristallin semble s'expliquer par la présence de joints de grains perpendiculaires aux surfaces libres qui permettent l'émergence des dislocations en surface et donc d'homogénéiser le comportement mécanique au sein de l'épaisseur. Cette hypothèse est issue des travaux de Janssen et al. [37] qui ont mis en évidence une transition multicristal-monocristal présente pour moins d'un grain dans l'épaisseur, dans le cas de l'aluminium.

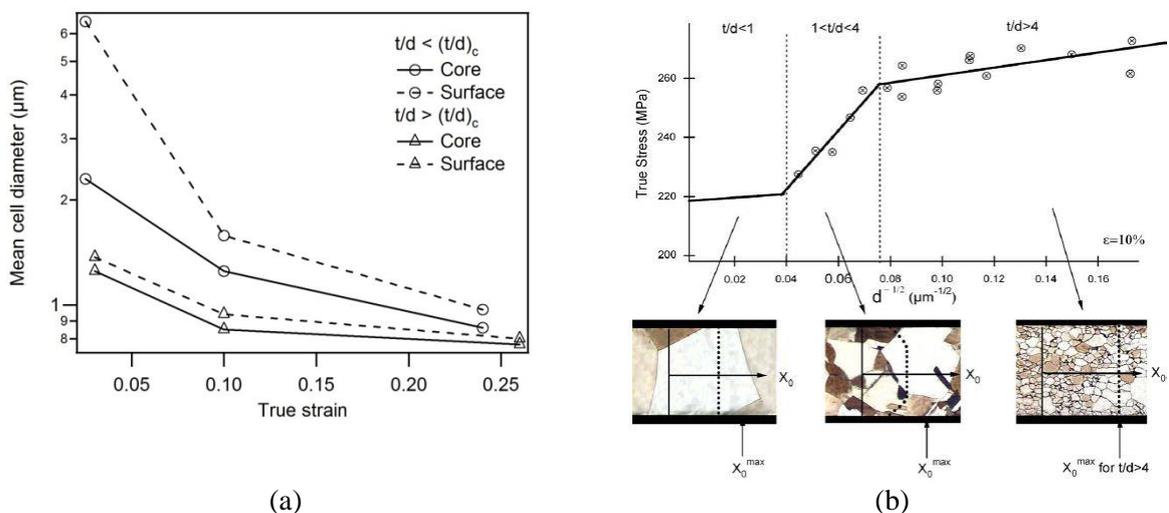


Figure 21 : Mise en évidence du gradient de contraintes dans l'épaisseur responsable de la présence du domaine multicristallin [50, 51] (b) via la différence de taille de cellules de dislocations entre le cœur et la surface [50] (a).

Très peu d'études ont été réalisées sur l'origine de la transition physique polycristal - multicristal. Sumino et al. [53, 54] relatent une transition entre le comportement du polycristal et celui du multicristal, caractérisée par trois stades d'écroutissage proches de ceux des monocristaux, lorsque le rapport t/d est réduit. Ces auteurs montrent que plus le nombre de grains dans l'épaisseur est faible, plus les coefficients d'écroutissage sont diminués et plus la longueur du stade I est importante, sachant que pour eux ce stade est absent pour les polycristaux. Le multicristal présente un écroutissage complètement linéaire. L'étude des structures de dislocations en fonction de la déformation réalisée montre que le caractère polycristallin s'exprime par la formation de structures denses (murs et cellules) dès le début de la déformation plastique, alors que le caractère multicristallin se caractérise plutôt par des structures plus fines et dont la formation est plus tardive.

1.2.4 Effet de la température

Comme il a été remarqué dans le tableau 2 du paragraphe précédent, le nombre critique de grains dans l'épaisseur semble dépendre de la température et de l'énergie de faute d'empilement. Seule l'étude de Tabata *et al.* [35] traite de l'influence de la température sur les effets de taille et ce dans une gamme réduite de températures. Ces auteurs ont étudié la modification du comportement mécanique, via la loi de Hall-Petch sur du cuivre, à deux températures : 77 K et 293 K. Leurs résultats montrent que la relation linéaire entre la contrainte et l'inverse de la racine carrée de la taille de grains n'est plus respectée à partir d'un niveau de déformation de 0,05. Cependant cette modification du comportement mécanique intervient pour un $(t/d)_c$ plus important à température ambiante qu'à 77 K. Une augmentation de la température s'accompagne d'une diminution de l'énergie de faute d'empilement dans le cas des métaux purs [16, 17, 55].

1.3 Synthèse

L'étude des effets de taille sur le comportement mécanique des métaux CFC monocristallins et polycristallins a fait l'objet de nombreux travaux. Les paramètres les plus influents sont la taille de grains, l'épaisseur et le nombre de grains dans l'épaisseur (rapport t/d). Les deux principaux résultats sont :

- une réduction de t/d provoque une réduction de la contrainte d'écoulement macroscopique caractérisée par un adoucissement des structures de dislocations à l'échelle granulaire.
- la diminution du nombre de grains dans l'épaisseur modifie certaines caractéristiques de l'écrouissage.

Keller *et al.* [45] en comparant les différents paramètres influents, décorrélaient les trois effets de taille principaux comme l'illustre la figure 22.

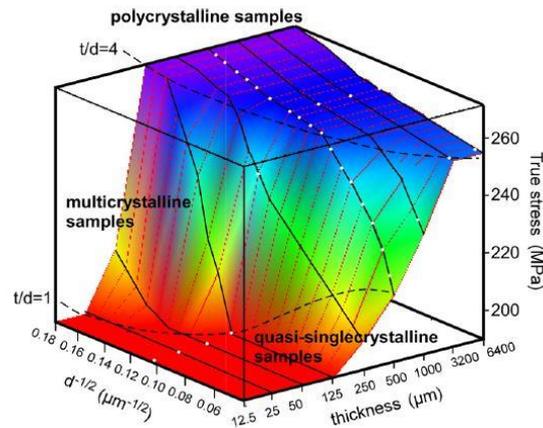


Figure 22 : Cartographie de la contrainte pour une déformation de 0,1 en fonction de l'épaisseur et de la taille de grains pour du nickel [45].

En accord avec les travaux d'Armstrong et de Vollersten *et al.* [56, 57], le domaine polycristallin est régi par la loi classique de Hall-Petch. Le seul effet de taille est l'effet de taille de grains. Dans ce domaine le modèle de Taylor est validé confortant l'hypothèse de l'activation de cinq systèmes de glissement et d'une répartition homogène de la déformation. Le deuxième domaine, appelé multicristallin, est influencé par le rapport t/d et par la transition polycristal-multicristal. Ce domaine est borné par deux rapports t/d . Il est caractérisé par une forte chute de contrainte due à un adoucissement de la région surfacique qui se traduit par un gradient de contrainte, de densité et de structures de dislocations et de mécanismes d'écrouissage entre le cœur et la surface de l'échantillon. Sur la figure, on remarque que plus la taille de grains est élevée, plus l'épaisseur nécessaire pour avoir un comportement polycristallin est importante. L'augmentation du coefficient k_{HP} par rapport à celui du domaine polycristallin montre que l'effet de taille de grains est plus important dans ce domaine. Le troisième et dernier domaine, nommé quasi-monocristallin, défini pour un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à un, est le domaine où l'épaisseur est le paramètre le plus influent sur les propriétés mécaniques. Ce régime montre que le modèle de Sachs est plus proche de la réalité, confirmant l'hypothèse d'une répartition homogène des contraintes ainsi qu'une baisse du nombre de systèmes de glissement activés. Dans ce domaine, l'effet de taille de grains est très peu présent.

Cependant, la modification du comportement n'est pas seulement fonction des paramètres structuraux mais dépend aussi du matériau via sa structure cristallographique et son énergie de faute d'empilement, ainsi que de la température. Or les travaux en température traitent des modifications des mécanismes d'écrouissage mais très peu de

l'influence de ce paramètre sur les effets de taille. C'est pourquoi un effort doit être fait sur une étude en température de l'influence de la taille de grains, mais aussi des différents paramètres d'écroutissage, notamment du passage critique entre un comportement polycristallin et un comportement monocristallin. Enfin, une autre voie à explorer quant à cette modification comportementale est l'influence du trajet de chargement. La généralisation de l'effet de taille de grains via la loi de Hall-Petch, pour des chargements complexes semble être une piste intéressante à étudier.

2 Matériaux d'étude, caractérisation, méthodologie des essais mécaniques

La maîtrise des microstructures des échantillons en termes de répartition de taille de grains, de texture ou du caractère des joints de grains est primordiale pour l'étude des effets de taille. Cette partie a ainsi pour but de présenter les deux matériaux d'étude et leurs caractérisations métallurgiques. La méthodologie des essais mécaniques mise en place est aussi présentée.

2.1 Présentation et obtention des matériaux d'étude

Afin de réaliser l'étude de l'influence de la température sur la transition polycristal-multicristal, la stratégie adoptée est de travailler avec des tôles d'épaisseur constante égale à 500 μm et de faire varier la taille des grains par traitements thermiques, entraînant une variation du nombre de grains dans l'épaisseur comme l'illustre la figure 23. Cette stratégie est mise en place pour deux matériaux CFC, le cuivre et le nickel. Les tôles, fournies par la société GoodFellow, sont obtenues par laminage et sont recuites dans le cas du nickel et dans un état brut pour le cuivre.

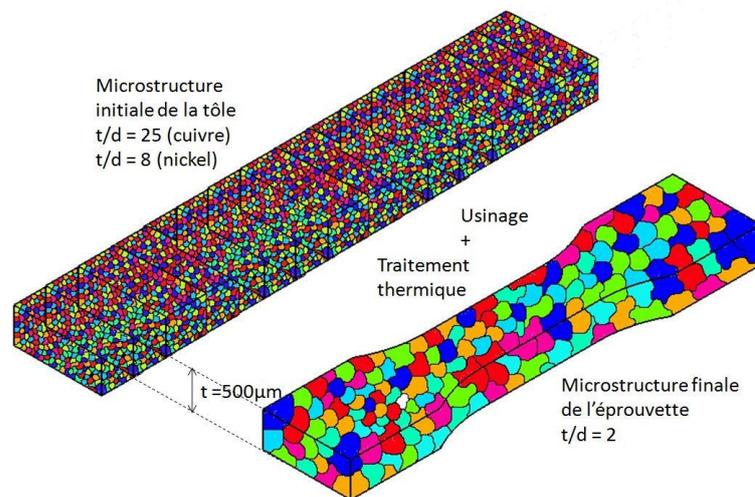


Figure 23 : Stratégie adoptée pour l'obtention des matériaux d'étude.

Le tableau 3 répertorie les caractéristiques annoncées par le fournisseur en termes de température de fusion, de tolérance admise sur l'épaisseur et de composition chimique. La très faible teneur en éléments d'addition est supposée sans influence sur les propriétés mécaniques. Ces tôles présentent une haute pureté certifiée à 99.99%.

Métal	T_f (K)	t (μm)	Δt (mm)	Ag	As	Bi	Co	Fe	Ni	Pb	Sb	Si	Sn	Ta
Cu	1358	500	+/- 10%	7.2	0.2	0.14	0.26	3.3	0.55	0.21	0.51	0.11	0.11	<1
Ni	1726	500	+/- 10%					1.1	X			<2		

Tableau 3 : Teneur en éléments d'addition en partie par million, épaisseur et tolérance, point de fusion annoncés par GoodFellow pour les deux tôles étudiées.

Pour obtenir différents rapports t/d, plusieurs traitements thermiques sont réalisés afin de faire varier la taille de grains par croissance granulaire. Ces recuits consistent en un maintien isotherme durant un temps donné. Pour éviter toute oxydation, les traitements thermiques sont effectués sous un vide secondaire proche de 10^{-6} mbar, ce qui correspond à une pression partielle en dioxygène inférieure à $2 \cdot 10^{-4}$ Pa. Le refroidissement se fait lentement par retrait du four monté sur glissières, afin d'être lui aussi réalisé sous vide. Les températures de recuit sont comprises entre 300 °C et 1050 °C pour un temps de maintien de 220 minutes. Pour l'obtention d'échantillons supplémentaires de cuivre, des recuits sont réalisés à 600 °C et 800 °C avec pour chaque température des temps de palier de 6 heures et 24 heures.

2.2 Caractérisation des matériaux

La caractérisation microstructurale des échantillons est réalisée par Electron BackScattered Diffraction (EBSD) couplé à un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Cette technique est basée sur la rétrodiffusion des électrons qui sont diffractés par les différents plans cristallographiques, permettant d'accéder de manière locale à l'orientation des cristaux. Pour cela, l'échantillon est incliné de 70° par rapport au faisceau incident, et les informations de diffraction des électrons rétrodiffusés sont collectées sur un écran spécifique. L'analyse est ensuite effectuée en considérant que la différence entre deux grains est significative si leur désorientation l'un par rapport à l'autre est supérieure à 5°. Pour ce type de caractérisation, une préparation fine de la surface à analyser doit être réalisée (Annexe A.1.1). Jakani [58] montre que l'indice de qualité des analyses est fortement diminué lorsque la zone traitée est contrainte. Pour éviter cet inconvénient, les surfaces sont légèrement polies mécaniquement, puis électropolies. Cette opération consiste à placer l'échantillon métallique en contact avec une solution d'acide, puis d'appliquer une différence de potentiel entre l'échantillon et une électrode. L'électropolissage permet de dissoudre localement la surface du matériau et d'éliminer la couche de matière préalablement écrouie par le polissage mécanique.

2.2.1 Analyse des tailles de grains

A partir des micrographies EBSD de l'annexe A.2.2, connaissant l'orientation cristallographique de chaque cristal, il est possible de définir des grains dont la taille peut être mesurée à partir de sa surface et en faisant l'approximation qu'ils sont circulaires. La figure 24 (a) représente la courbe maîtresse de l'évolution du diamètre moyen, appelé communément taille de grains, en fonction de la température de recuit pour un temps de maintien constant de 220 minutes. Ces courbes sont présentées pour les échantillons de cuivre et de nickel. La tôle de nickel ayant subi un recuit de la part du fournisseur, contrairement à celle de cuivre, présente une taille de grains initiale plus élevée. L'évolution de la taille de grains avec la température de recuit peut se modéliser par une loi de type puissance. Cependant, pour les échantillons de cuivre cette loi diverge pour les températures les plus hautes. Cette divergence est due à la présence de mâcles de recuit qui minimise fortement la taille de grains moyenne. Cet effet est d'autant plus sensible que la taille de grains est élevée.

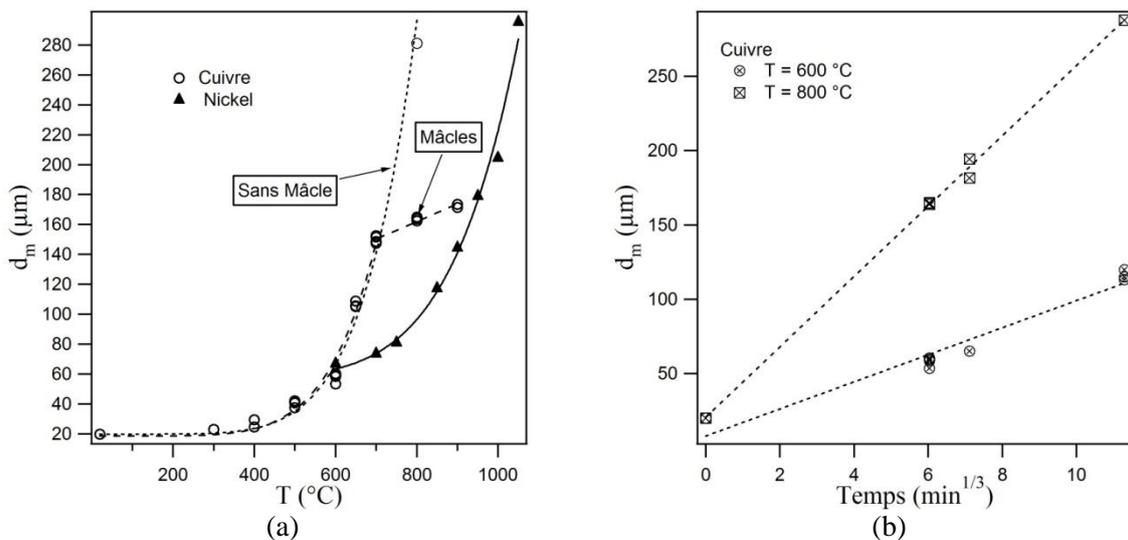


Figure 24 : Courbes maîtresses de l'évolution de la taille de grains en fonction de la température de recuit pour une durée de traitement de 220 min (a) et évolution de la taille de grains de cuivre en fonction du temps de maintien pour 600 $^\circ\text{C}$ et 800 $^\circ\text{C}$.

La comparaison entre les deux matériaux montre que la température de recristallisation du nickel (environ 800 $^\circ\text{C}$) est plus importante que celle du cuivre (environ 500 $^\circ\text{C}$) mais se trouve toutes les deux aux alentours de $0,6 T_f$. Bénard *et al.* [59] situent cette température de recristallisation proche de $0,45 T_f$ par des informations calorimétriques. Ces auteurs expliquent la compétition entre le phénomène de restauration, où il y a diminution de

densité de dislocations rémanentes et réarrangement de ces dislocations dans leur configuration la plus stable, et le phénomène de recristallisation. Cette compétition est liée à la valeur d'énergie de faute d'empilement car la contribution de la restauration est d'autant plus importante que la montée des dislocations est facile, c'est-à-dire que l'énergie de faute d'empilement est forte. La figure 24 (b) illustre les courbes d'évolution de la taille de grains en fonction du temps de recuit à la puissance 1/3 pour des températures de 600 °C et de 800 °C, utilisées pour obtenir des rapports t/d supplémentaires dans le cas du cuivre. Ces courbes révèlent une évolution linéaire conformément aux résultats de Gleiter [60].

Le tableau 4 synthétise les tailles de grains et les nombres de grains dans l'épaisseur correspondants déterminés pour différents traitements thermiques.

Cuivre				Nickel			
T (°C)	t (min)	d (µm)	t/d	T (°C)	t (min)	d (µm)	t/d
400	220	29	17	600	220	67	7,5
500	220	42	12	700	220	74	6,8
600	220	65	8,3	750	220	81	6,2
650	220	109	4,6	850	220	117	4,3
800	220	165	3,0	900	220	144	3,5
800	360	194	2,6	950	220	179	2,8
				1000	220	204	2,4
				1050	220	295	1,7

Tableau 4 : Caractéristiques microstructurales des échantillons en fonction des conditions de traitements thermiques.

L'étude statistique de la taille de grains est représentée en figure 25. Les histogrammes de répartitions de taille de grains pour deux échantillons ayant des microstructures différentes, et ce pour les deux matériaux, sont illustrés par la figure 25 (a). Ces répartitions statistiques peuvent être modélisées par une loi de type log-normale, caractéristique d'une répartition de Gauss unimodale centrée autour de 0,7 fois la valeur moyenne. La figure 25 (b) illustre le rapport entre l'écart type (Δd) et la taille de grains moyenne (d_m) en fonction de cette dernière. L'évolution montre une forte décroissance de ce rapport lorsque la taille de grains augmente, traduisant une hétérogénéité de la microstructure lorsque d_m est petit. Cependant cette dispersion est nettement moins élevée que celle sur le nickel [14], reportant des valeurs de $\Delta d/d_m$ comprises entre 0,4 et 0,7. Quoiqu'il en soit, d'après Berbenni et *al.* [61], l'hétérogénéité de répartition des tailles de grains n'influence pas le comportement mécanique, si d_m est supérieur à 2 µm.

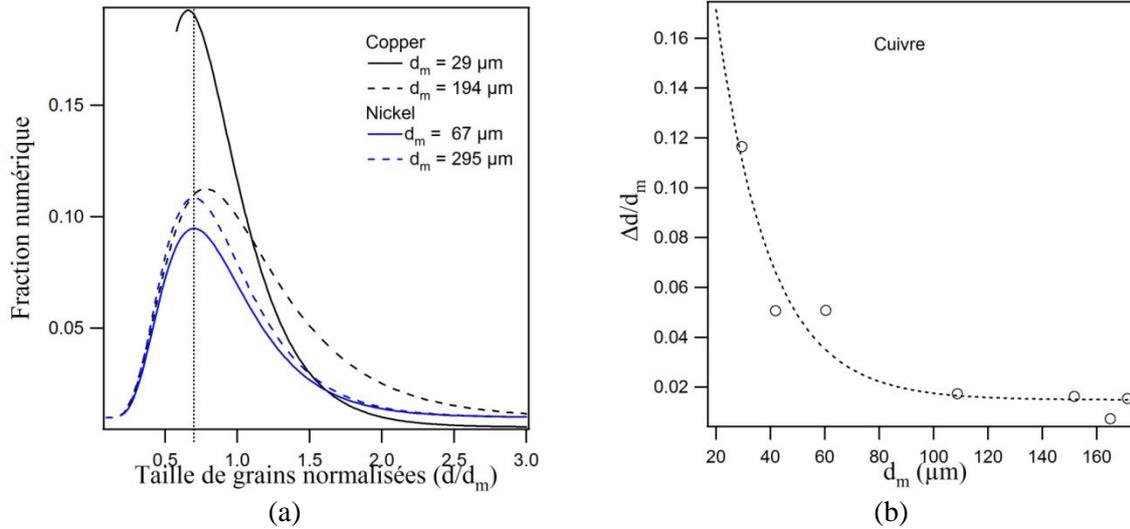


Figure 25 : Répartition statistique des tailles de grains pour deux échantillons de cuivre et deux de nickel (a). Evolution de l'écart type normalisé par la taille de grains moyenne en fonction de celle-ci (b).

2.2.2 Analyse des joints de grains

Certains types de joints de grains, surtout ceux de type $\Sigma 3^n$ dans le formalisme Coincidence Site Lattice (CSL) ont des propriétés physiques particulières qui peuvent modifier celles du matériau si leurs proportions par rapport aux autres évoluent [62]. Ces joints $\Sigma 3^n$ sont des joints de faibles symétries, et dans la plupart des cas les $\Sigma 1$ ou les $\Sigma 3$ sont majoritaires. Cependant les joints $\Sigma 1$ correspondent à des plans coïncidents légèrement désorientés et sont peu influents sur le comportement mécanique alors que les joints $\Sigma 3$ correspondant aux joints de mâcles ont une importance notable sur le comportement mécanique des métaux. La figure 26 (a) présente la proportion de ces joints de type $\Sigma 3^n$ pour des échantillons de cuivre avec différentes tailles de grains. Parmi ces joints de faibles symétries, les $\Sigma 3$ sont majoritaires mais leurs proportions ainsi que la proportion totale ne semblent pas dépendre de la taille de grains. La proportion de joints $\Sigma 3$ varie entre 20 et 55 % suivant la taille de grains considérée, ce qui est en concordance avec les résultats de Keller [14] sur le nickel qui annonce une variation entre 28 et 45 %. Des valeurs comprises entre 1 et 12 % ont été relevées pour nos échantillons de nickel, figure 26 (b), ce qui met en avant l'influence de l'énergie de faute d'empilement. Le cuivre présentant une γ_{EFE} plus faible que le nickel a tendance à former plus de mâcles.

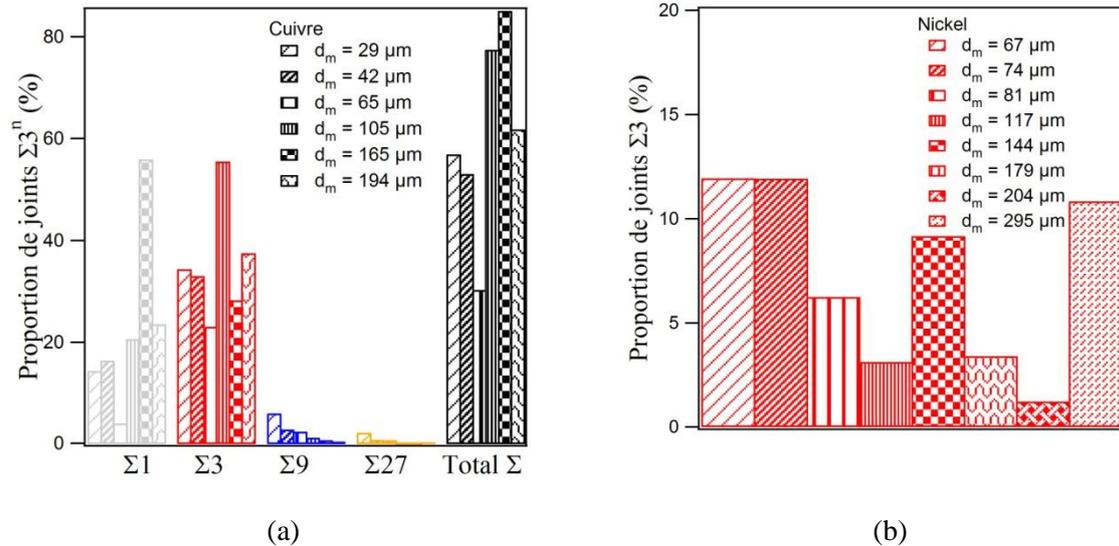


Figure 26 : Densité de joints de type $\Sigma 3^n$ pour différents échantillons de cuivre de tailles de grains variables (a) et proportion de joints $\Sigma 3$ pour différents échantillons de nickel de tailles de grains variables (b).

2.2.3 Analyse des textures cristallographiques

Une analyse des textures cristallographiques a été effectuée de façon systématique par EBSD sur tous les échantillons. Deux manières de représenter ces textures, les figures de pôles et les figures de pôles inverses sont illustrées pour deux échantillons de nickel en figure 27 et pour deux de cuivre en figure 28. Les figures de pôles sont présentées pour les plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$. Les figures de pôles inverses sont elles présentées le long des trois directions de l'échantillon. La direction de laminage est notée RD, la direction transverse TD et la direction normale ND. En complément de ces résultats, l'étude systématique sur les échantillons est présentée en annexe A.2.3.

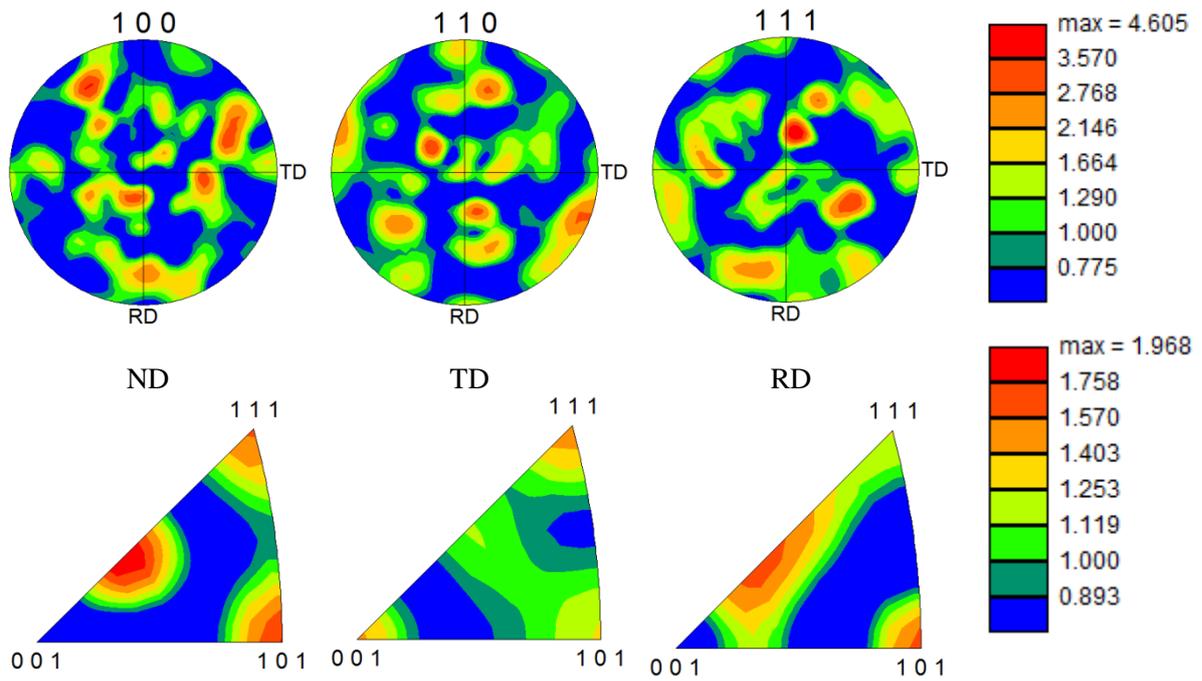
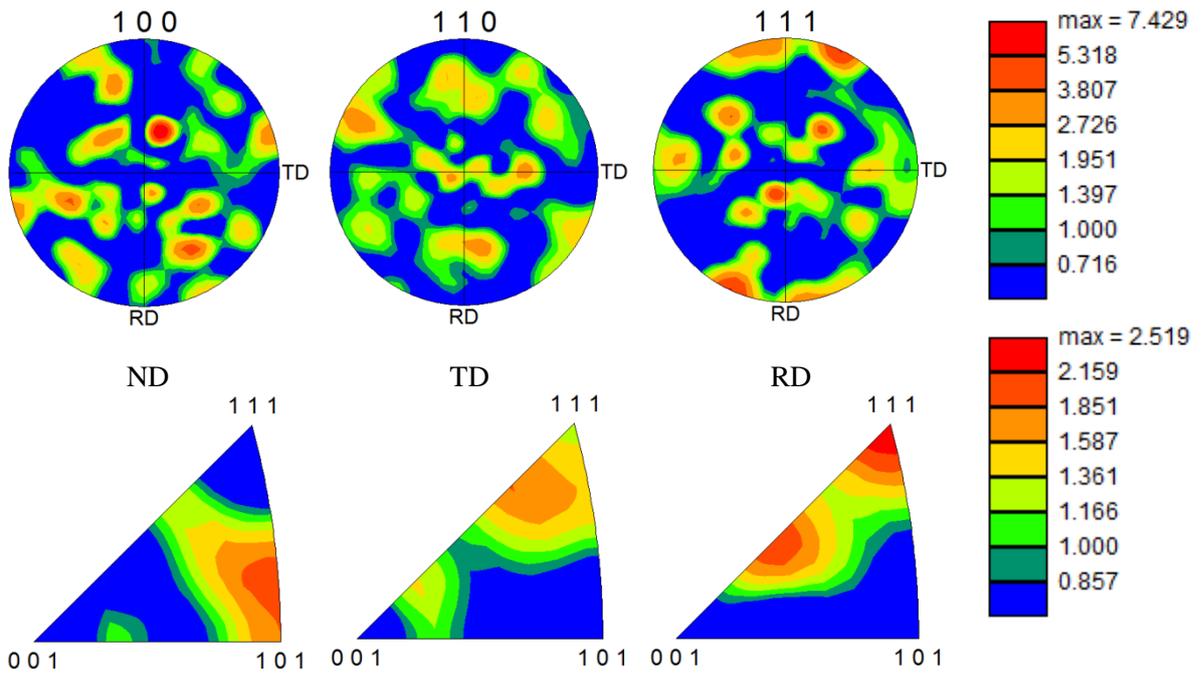
(a) Nickel $d = 67 \mu\text{m}$ (b) Nickel $d = 295 \mu\text{m}$

Figure 27 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses pour deux échantillons de nickel de tailles de grains différentes. RD (Rolling Direction) indique la direction de laminage, TD indique la direction transverse, perpendiculaire à RD dans le plan de la tôle et ND représente la direction normale.

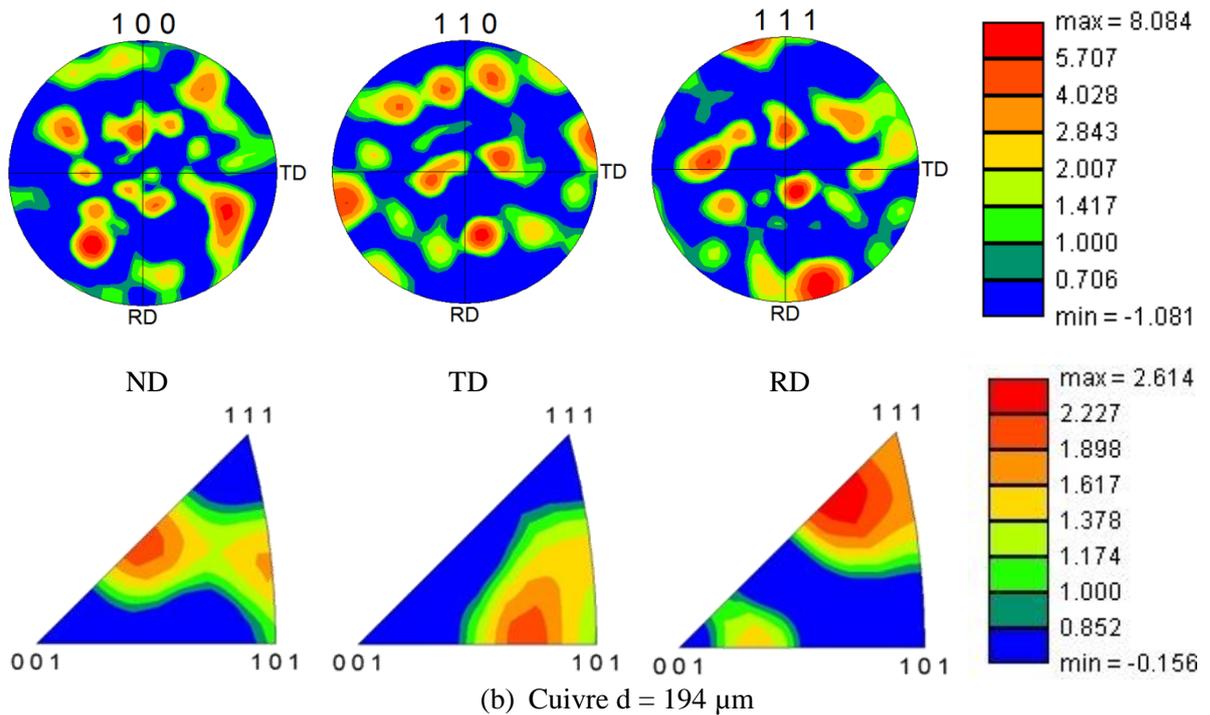
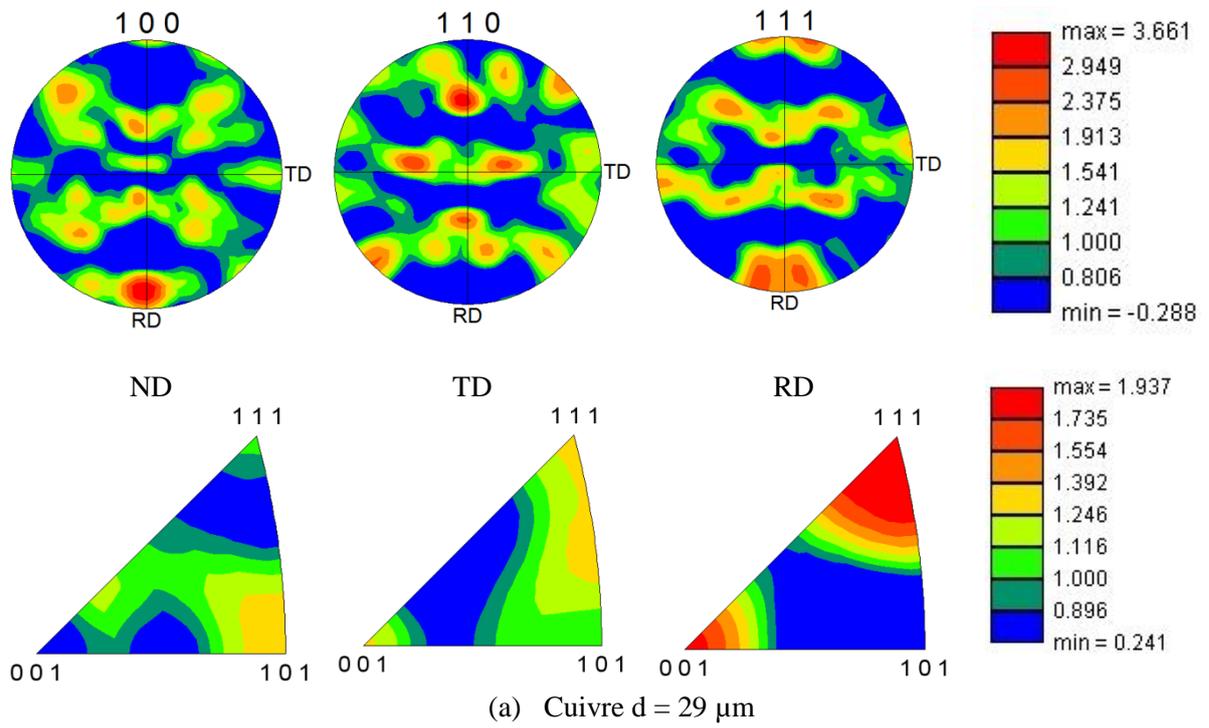


Figure 28 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses pour deux échantillons de cuivre de tailles de grains différentes. RD (Rolling Direction) indique la direction de laminage, TD indique la direction transverse, perpendiculaire à RD dans le plan de la tôle et ND représente la direction normale.

L'analyse de ces figures révèle des maxima pouvant aller jusqu'à 8 m.r.d (Multiple Random Density). Ces valeurs restent faibles comparativement à des matériaux présentant une forte texture cubique comme par exemple une tôle laminée de nickel de très faible épaisseur (12,5 μm) [14] ou encore du FeSi à grains orientés [63]. Concernant l'influence de la texture sur les propriétés mécaniques, pour notre étude il est nécessaire de connaître l'évolution de la texture avec la taille de grains. Malgré une forte dispersion, la figure 29 (a) montre que le maximum des figures de pôles a une légère tendance à augmenter avec la taille de grains. Cependant, ceci est à relativiser avec l'évolution de la densité maximale de pôles avec le nombre de grains analysés car lors de l'étude des structures à grandes tailles de grains (supérieures à 150 μm) le nombre de grains analysés se trouve réduit. La figure 29 (b) montre que plus le nombre de grains analysés est faible plus la texture s'intensifie. Keller *et al.* [51] ont observé le même résultat mais ces auteurs ont confirmé par une étude de diffraction des neutrons, qui permet d'analyser une zone plus importante et donc un plus grand nombre de grains, que la texture cristallographique d'échantillons de nickel avec des tailles de grains variant entre 36 μm et 540 μm n'évolue pas. En s'appuyant sur ces résultats, nous faisons l'hypothèse que ces quelques variations de densité maximale de pôles et de motif n'engendrent pas de différences du comportement mécanique.

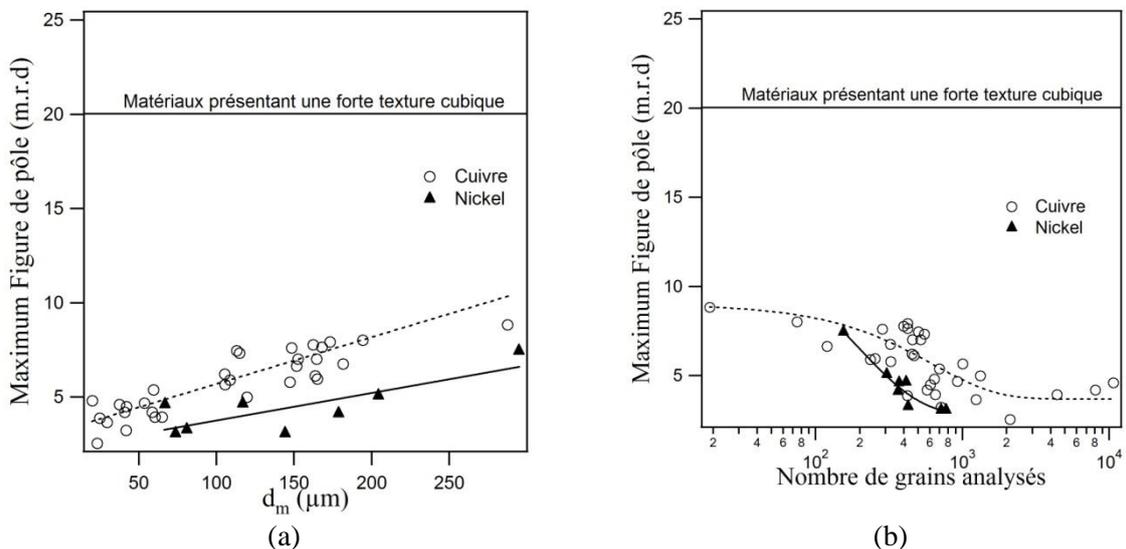


Figure 29 : Evolution de la densité maximale de pôles avec la taille de grains (a) et avec le nombre de grains analysés (b) pour les échantillons de cuivre et de nickel.

2.3 Méthodologie des essais mécaniques

Afin de caractériser au mieux les effets de taille sur le comportement mécanique, les essais mis en place doivent éviter d'engendrer des gradients de déformation qui peuvent augmenter la densité de dislocations géométriquement nécessaires et donc modifier le comportement mécanique [64]. Pour cela, l'essai de traction uniaxiale semble le plus approprié. Cependant, afin de se rapprocher des procédés industriels de mise en forme, des essais d'emboutissage induisant des chargements plus complexes sont également utilisés pour traiter notre problématique. Lors de la mise en place de tous ces essais mécaniques, il est primordial de s'affranchir des problèmes intrinsèques aux essais comme la rigidité des machines ou le glissement des éprouvettes. La solution à ce problème est d'utiliser des mesures de déformation lors des essais. Plusieurs systèmes de mesures de déformations sont à disposition comme l'extensométrie « clip-on » classique, l'extensométrie à pointes deux touches pour les essais à chaud, l'extensométrie laser qui peut-être utilisée dans le cas des éprouvettes de faibles épaisseurs afin d'éviter les zones de flexion qui pourraient provoquer des ruptures prématurées, ou encore le système de mesure de déformations 3D par corrélation d'images.

Concernant la préparation des éprouvettes, les techniques de découpe et d'usinage doivent éviter de modifier la microstructure de l'échantillon car certaines méthodes inhibent les effets de taille par modification microstructurale [65]. Cependant l'étape de prélèvement des éprouvettes dans la tôle à l'aide d'une cisaille et l'étape de fraisage modifient la microstructure au niveau des bords mais est partiellement récupérée par les traitements thermiques permettant la croissance granulaire. L'analyse des bords de découpe après recuits conforte ces observations.

2.3.1 Essais de traction à température ambiante

Pour ces essais à température ambiante, des éprouvettes, dont le plan est présenté en annexe A.3.1, sont usinées avec une partie utile de 20 mm permettant la mise en place d'un extensomètre « clip-on » pour les mesures de déformation. La présence de cet extensomètre de base 10 mm offre la possibilité d'un pilotage en vitesse de déformation pour l'essai, fixée à $\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$. La cellule de charge associée à la machine de traction est de 50 kN.

Les grandeurs obtenues sont la contrainte vraie σ et la déformation vraie ε pouvant être définies par les relations (10) et (11) :

$$\sigma = \sigma_c \times (1 + \varepsilon_c) \quad (10)$$

$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_c) \quad (11)$$

où σ_c et ε_c sont respectivement la contrainte conventionnelle et la déformation conventionnelle.

La méthodologie du traitement des données à partir des courbes contrainte vraie en fonction de déformation vraie est présentée en annexe A.3.2.

2.3.2 Essais de traction en température

Les essais de traction monotone en température se divisent en deux catégories selon la gamme de température.

- $T \in [-70 \text{ °C}; 200 \text{ °C}]$, les éprouvettes utilisées sont les mêmes que pour les essais à température ambiante, l'extensomètre est un clip-on à élastique supportant cette gamme de température. La vitesse de déformation est fixée à 2.10^{-4} s^{-1} . Une enceinte climatique est couplée à la machine de traction permettant d'obtenir les températures souhaitées soit par refroidissement à l'azote liquide pour les températures inférieures à l'ambiante, soit par chauffage résistif pour les températures supérieures à l'ambiante.
- $T \in]200 \text{ °C}; 500 \text{ °C}]$, les éprouvettes utilisées ont une partie utile de 30 mm et des têtes percées coïncidant avec la géométrie des mors. Le plan de ces éprouvettes est présenté en annexe A.3.1. L'extensomètre est à pointe de touche avec des extrémités en céramiques de base 25 mm. La vitesse de déformation reste la même que pour les autres essais. Un four trois zones permet d'obtenir la gamme de température voulue.

La figure 30 illustre en (a) les essais pour la première gamme de températures et en (b) pour la seconde.

Pour ces essais, la température est mesurée à l'aide d'un thermocouple de type K en contact avec l'éprouvette pour vérifier qu'il n'y a pas de variation au cours de l'essai qui pourraient être à l'origine de modifications comportementales. La stabilité des mesures de températures est de ± 4 °C.

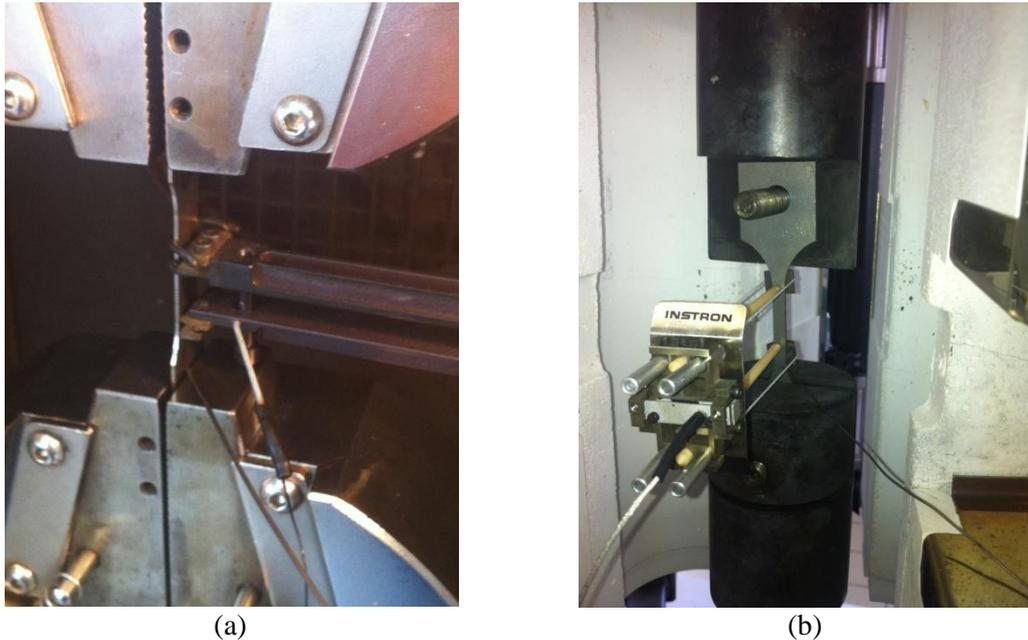


Figure 30 : Illustration des essais de traction (a) pour des températures comprises entre -70 °C et 200 °C et (b) comprises entre 300 °C et 500 °C.

Concernant les grandeurs étudiées, elles restent les mêmes que lors des essais à température ambiante. Cependant les variables comme la contrainte ou le taux d'érouissage sont normalisées par le module de cisaillement afin de s'affranchir de son évolution avec la température selon la relation empirique (12) :

$$\mu(T) = \mu_0 \cdot \exp(-\beta_0 T) \quad (12)$$

où $\mu_0 = 48,956$ GPa et $\beta_0 = 0,40061 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ pour le cuivre [66] et $\mu_0 = 78,916$ GPa et $\beta_0 = 0,37 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ pour le nickel [67].

2.3.3 Essais d'emboutissage

Les effets de taille sont majoritairement étudiés en traction, or récemment quelques travaux se sont intéressés à ces effets lors de procédés liés à la mise en forme comme l'emboutissage [11, 68-72]. Ces essais avec des chargements mécaniques différents modifient le tenseur des contraintes, le taux de triaxialité, et sont susceptibles de faire varier le nombre de systèmes de glissement activés. Ceci devrait changer sensiblement les résultats obtenus dans le cadre de la traction simple, et c'est pourquoi des essais Nakazima ont été mis en place. Pour ces essais, deux géométries de flans, présentées par les plans en annexe A.3.1 et décrites ultérieurement, sont utilisées afin d'avoir deux trajets de chargements différents. La figure 31 (a) présente le schéma du montage expérimental pour ces essais Nakazima. Le principe consiste à déformer un flan de géométrie donnée à l'aide du poinçon hémisphérique de diamètre 20 mm simplement par déplacement de celui-ci verticalement. Le flan est préalablement bloqué entre la matrice et le serre-flan en appliquant une force. Afin de limiter les effets des frottements entre l'échantillon et le poinçon, la norme ISO 120004-2 :2008(F) préconise l'utilisation entre ces deux pièces d'un sandwich graisse/téflon/graisse. Les mesures de déformation sont réalisées à l'aide d'un extensomètre vidéo 3D couplé au logiciel Aramis®. Afin de pouvoir utiliser cette technique de mesures de déformation par corrélation d'images, une couche de peinture blanche est appliquée sur l'éprouvette, suivi d'un fin mouchetis de couleur noire comme l'illustre la figure 31 (b). Le chargement étant complexe, la détermination de la contrainte n'a pas été effectuée car la géométrie de la surface déformée évolue fortement avec la déformation. Cette raison nous a amené à travailler avec le signal force-déplacement.

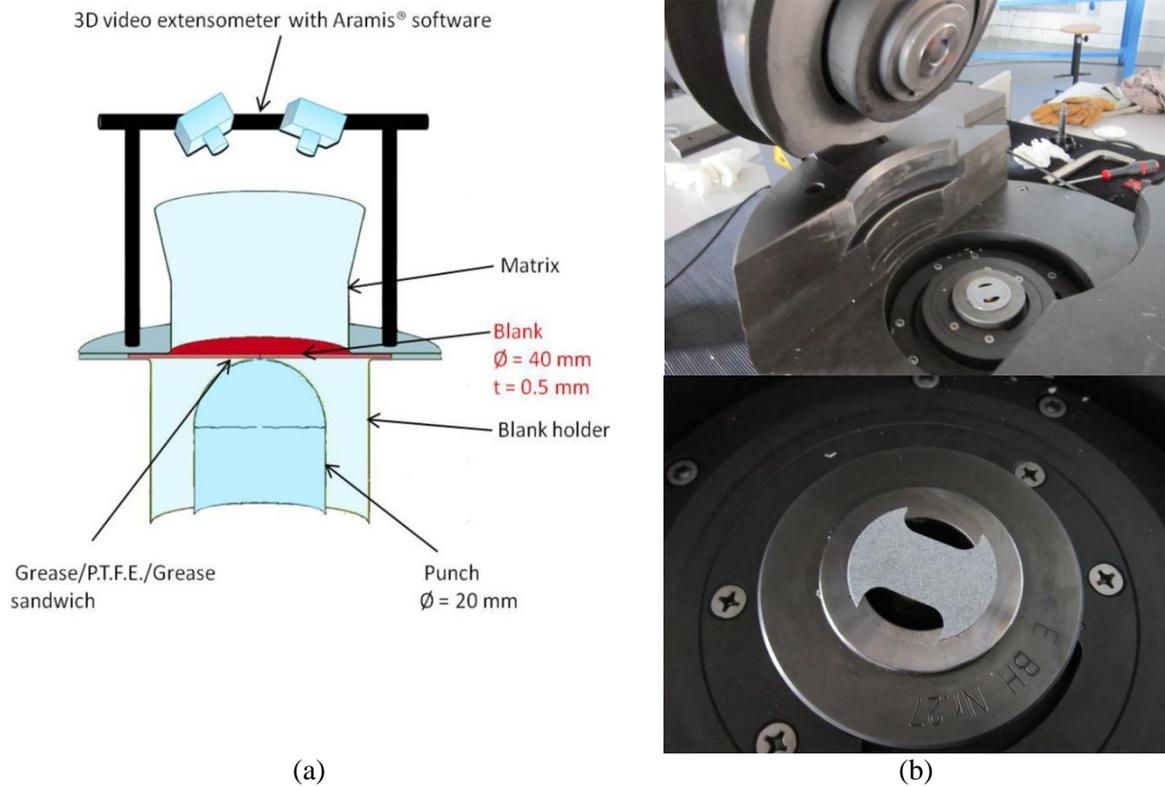


Figure 31 : Schéma du montage expérimental pour les essais d'emboutissage (a) et illustration de la mise en place des flans (b).

2.4 Synthèse

L'obtention des échantillons a été réalisée à partir d'une tôle d'épaisseur constante et la mise en place de traitements thermiques a permis d'avoir différentes tailles de grains afin de faire varier le nombre de grains dans l'épaisseur, paramètre pouvant jouer un rôle important sur le comportement mécanique. La caractérisation microstructurale a donné comme principaux résultats une très faible teneur en éléments d'addition confirmant la haute pureté des matériaux, une absence de couche d'oxide due au vide secondaire utilisé lors des recuits, une répartition de taille de grains unimodale, une texture cristallographique dans le plan de tôle faiblement marquée et une proportion de joints de mâcles ne semblant pas dépendre de la taille de grains.

Le descriptif des essais mécaniques explicite le mode opératoire réalisé, les précautions à prendre ainsi que les variables associées à chaque type d'essais que ce soit la traction à température ambiante, en température ou les essais d'emboutissage.

3 Comportement mécanique à température ambiante

Cette première série d'essais vise à étudier le comportement mécanique à température ambiante des échantillons précédemment caractérisés. Dans un premier temps des résultats en traction monotone sont analysés par le biais du formalisme de Hall et Petch pour comprendre l'influence de la taille de grains. L'écroutissage est ensuite présenté avec le formalisme de Mecking-Kocks. Dans un second temps l'analyse de l'influence du trajet de chargement sur les effets de taille est réalisée grâce notamment à la mise en place d'essais de micro-emboutissage. Le but de cette partie est de mettre en évidence un effet du nombre de grains dans l'épaisseur pour différents modes de sollicitation.

3.1 Comportement en traction

3.1.1 Formalisme de Hall et Petch

La figure 32 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour cinq échantillons ayant différentes tailles de grains, et donc des rapports t/d variables. La figure 32 (a) illustre les résultats pour le cuivre et la figure 32 (b) pour le nickel. La contrainte est d'autant plus élevée que le nombre de grains dans l'épaisseur est important. Les résultats du nickel présentent deux faisceaux de courbes dépendants du nombre de grains dans l'épaisseur. Pour les rapports t/d supérieurs à 2,8, un premier faisceau de courbes similaires apparaît avec un niveau de contrainte maximal. Le deuxième faisceau est relatif aux échantillons avec moins de 2,8 grains dans l'épaisseur. Le niveau de contrainte est dans, ce deuxième cas, minimal. Cet effet est clairement moins visible sur les courbes du cuivre. Cependant l'effet de tailles de grains sur le comportement mécanique du cuivre a tendance à être plus marqué pour des déformations inférieures à 0,10.

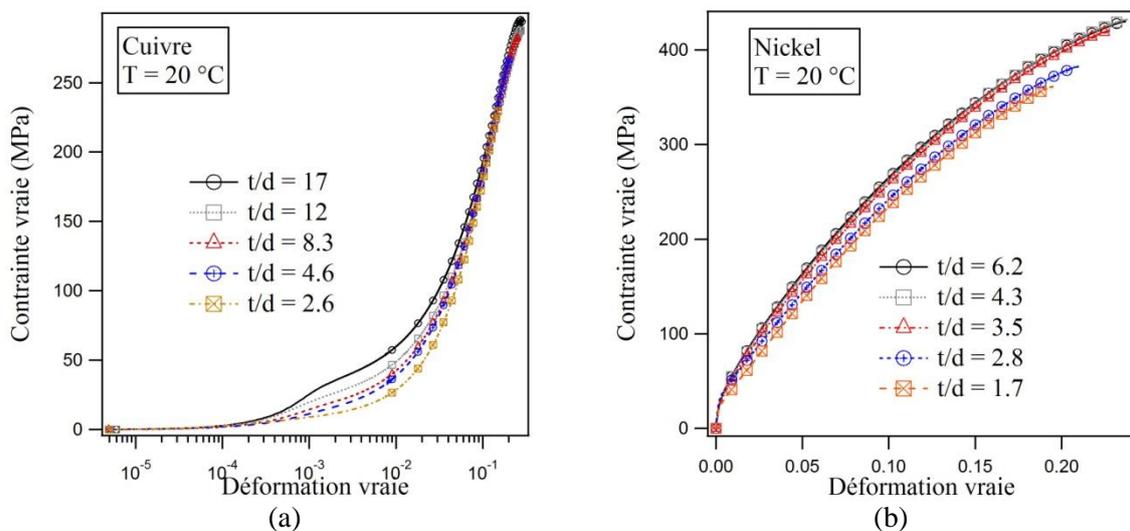


Figure 32 : Courbes de traction pour cinq échantillons de cuivre (a) et cinq échantillons de nickel (b) de tailles de grains variables.

En utilisant la méthodologie de l'annexe A.3.2 (Figure 109 (a)) et l'équation de Hall-Petch généralisée à plusieurs niveaux de déformation (équation (8) page 27), il est possible d'étudier la dépendance à la taille de grains de la contrainte d'écoulement. L'application de ce formalisme est présentée pour les deux matériaux et pour sept niveaux de déformations sur la figure 33. Conformément à la loi (7), la limite d'élasticité évolue de façon linéaire

avec l'inverse de la racine carrée de la taille de grains. Les coefficients de cette loi, établis par régressions linéaires, donnent pour le cuivre $k_{HP} = 160 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ et $\sigma_0 = 11,3 \text{ MPa}$ et pour le nickel $k_{HP} = 170 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ et $\sigma_0 = 15,5 \text{ MPa}$. Ces valeurs sont en bon accord avec celles trouvées par Thompson [33, 36, 73] et par Keller [49]. La généralisation à des niveaux de déformation plus importants montre que la relation de Hall-Petch est toujours vérifiée pour une déformation de 0,01 pour le cuivre et de 0,015 pour le nickel. Cependant à partir du niveau de déformation supérieur (0,015 pour le cuivre et 0,03 pour le nickel), une rupture de pente entre deux régimes linéaires apparaît.

La figure 33 (c) illustre la présence de ces deux régimes pour le cuivre et pour un niveau de déformation de 0,03. Pour les faibles tailles de grains, le régime est polycristallin avec des constantes nommées k_{HP}^P et σ_0^P alors que le second régime, présent pour des tailles de grains plus importantes, est appelé multicristallin avec ses constantes associées k_{HP}^M et σ_0^M . Dans le cas du cuivre, cette rupture de pente est moins prononcée pour les hauts niveaux de déformation.

Cette transition entre les deux régimes apparaît pour une taille de grains critique d'environ $80 \mu\text{m}$ pour le cuivre et environ $120 \mu\text{m}$ pour le nickel correspondant respectivement à des rapports $(t/d)_c$ de 6 et de 4.

Les graphiques de la figure 34 donnent l'évolution du paramètre k_{HP} pour le régime polycristallin (Figure 34 (a)) et pour le régime multicristallin (Figure 34 (b)). Concernant le premier régime, k_{HP}^P croît jusqu'à une déformation de 0,015 puis décroît de façon monotone conformément à la littérature [26, 47]. Les valeurs obtenues sont en accord avec celles avancées par Thompson et par Hansen [33, 36, 74]. Ces travaux confirment aussi la faible augmentation de k_{HP}^P en début de déformation pour le cuivre. Les résultats de Thompson prévoient des valeurs négatives pour des niveaux de déformation autour de 0,10 pour le cuivre et de 0,20 pour le nickel, tandis que pour nos travaux ces niveaux de déformation sont égaux pour les deux matériaux à 0,10. Concernant la diminution de la dépendance à la taille de grains, Feugas et Haddou [26] expliquent que ce phénomène apparaît lorsque le glissement multiple (stade II) et le glissement dévié (stade III) se mettent en place, conformément à nos observations.

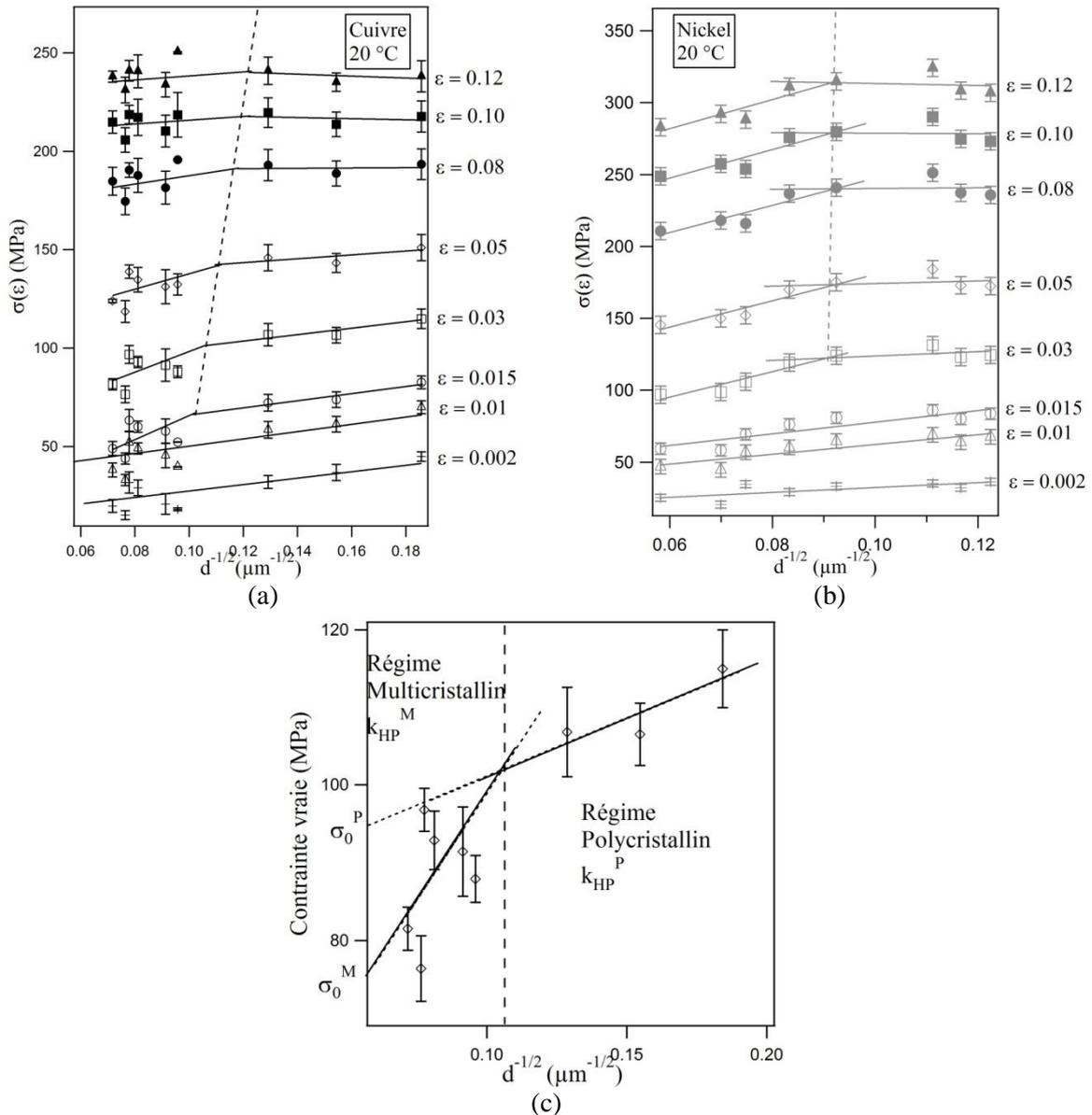


Figure 33 : Application de la loi de Hall-Petch à différents niveaux de déformation pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). Introduction des deux régimes distincts et de leurs constantes associées, exemple du cuivre déformé à 0,03 (c).

Concernant le régime multicristallin, figure 34 (b), les valeurs de k_{HP}^M sont nettement plus importantes que pour le premier régime révélant une forte dépendance à la taille de grains. Pour le nickel ce paramètre augmente avec la déformation, contrairement au cas du cuivre.

La figure 34 (c) montre le rapport entre k_{HP}^M et k_{HP}^P en fonction de la déformation. L'évolution de ce ratio illustre l'importance de la modification du comportement par rapport à la loi de Hall-Petch. Les résultats montrent que plus la déformation est élevée, plus la différence entre le comportement polycristallin et le comportement multicristallin

est importante. Cette évolution est associée à la sensibilité décroissante de k_{HP}^P avec la déformation due à l'activation du glissement dévié [26, 49].

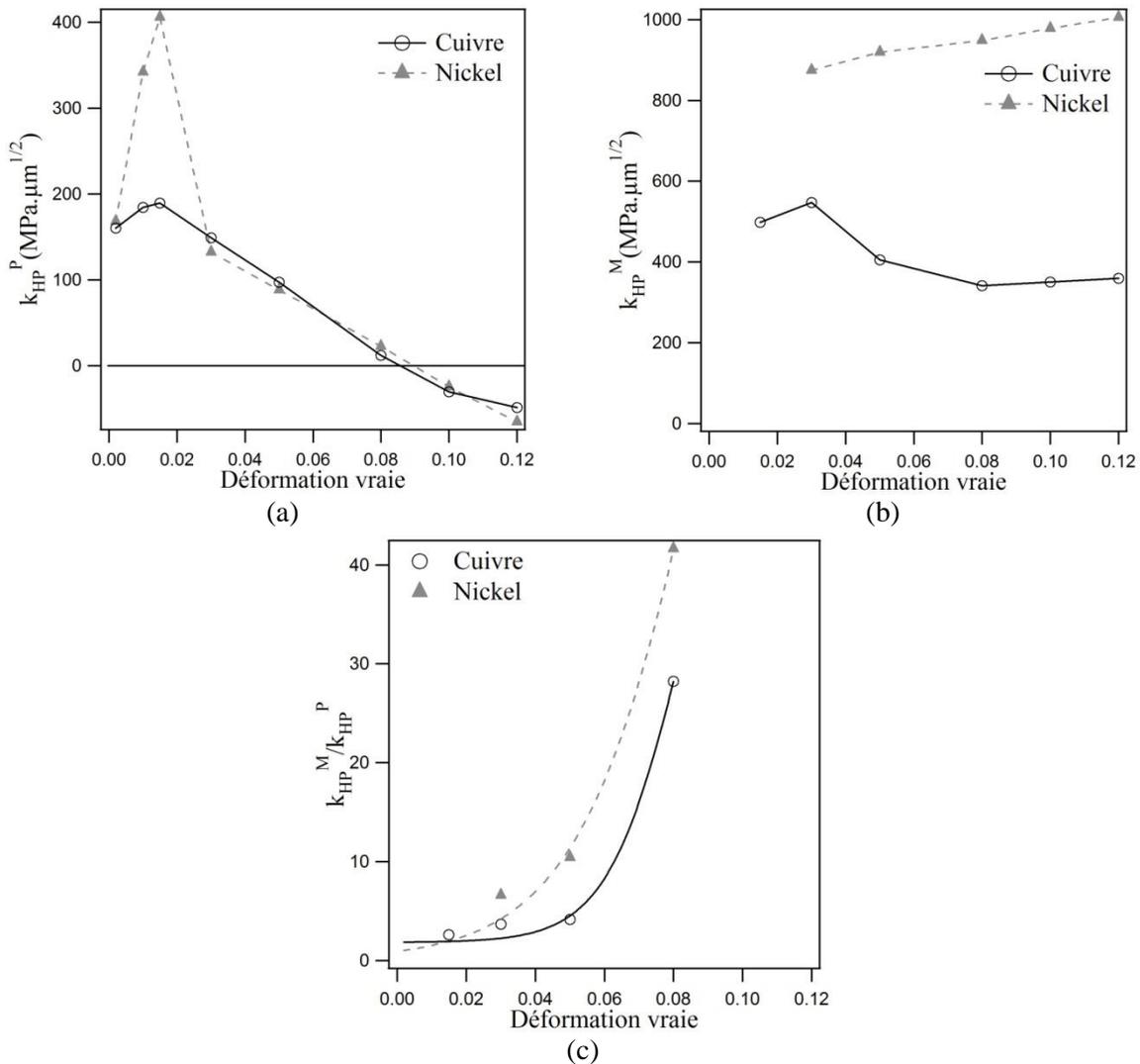


Figure 34 : Evolution des paramètres k_{HP} pour (a) les faibles tailles de grains (domaine polycristallin) et (b) pour les tailles de grains importantes (domaine multicristallin) avec la déformation. Evolution du rapport entre ces deux paramètres (c).

La figure 35 montre l'évolution du rapport entre l'ordonnée à l'origine du régime multicristallin et celle du régime polycristallin avec la déformation. Ce rapport augmente avec la déformation de manière plus prononcée pour le cuivre que pour le nickel. Lors de l'étude bibliographique, σ_0 a été définie comme la contrainte de friction subie par les dislocations mobiles en l'absence de joints de grains. Les résultats de cette figure traduisent la présence d'un phénomène adoucissant résultant des effets de surface provoqués par l'annihilation de ces dislocations mobiles. Avec une augmentation de la déformation, la différence entre les échantillons polycristallins et les échantillons multicristallins se réduit.

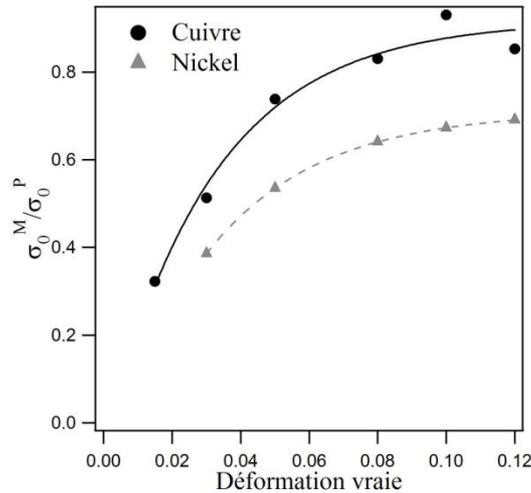


Figure 35 : Evolution du rapport σ_0^M/σ_0^P , des ordonnées à l'origine des deux régimes de la loi de Hall-Petch, en fonction de la déformation pour les deux matériaux.

L'influence de la déformation sur l'effet du rapport t/d est caractérisée par la figure 36 (a) qui représente l'évolution du rapport $(t/d)_c$ avec la déformation. Ce rapport est défini à partir d'une déformation de 0,015 pour le cuivre et de 0,03 pour le nickel. Concernant le cuivre, $(t/d)_c$ croît linéairement avec la déformation avec des valeurs comprises en 5 et 7,5. Pour le nickel, le ratio est quasiment constant avec la déformation et égal à 4 environ. Afin de comparer nos résultats avec ceux de la littérature, la figure 36 (b) représente le nombre de grains dans l'épaisseur critique en fonction de l'énergie de faute d'empilement pour nos deux matériaux ainsi que pour des résultats issus de la bibliographie. Le fuseau représente les valeurs extrêmes de ce rapport selon la gamme de tailles de grains où a été réalisée l'étude. Les résultats bibliographiques sont tirés des travaux sur le fer [18], sur un alliage nickel-chrome [15], sur le cuivre [18, 35], sur le nickel [14] et sur l'aluminium [18, 47, 48]. On observe que le rapport $(t/d)_c$ décroît exponentiellement selon l'énergie de faute d'empilement.

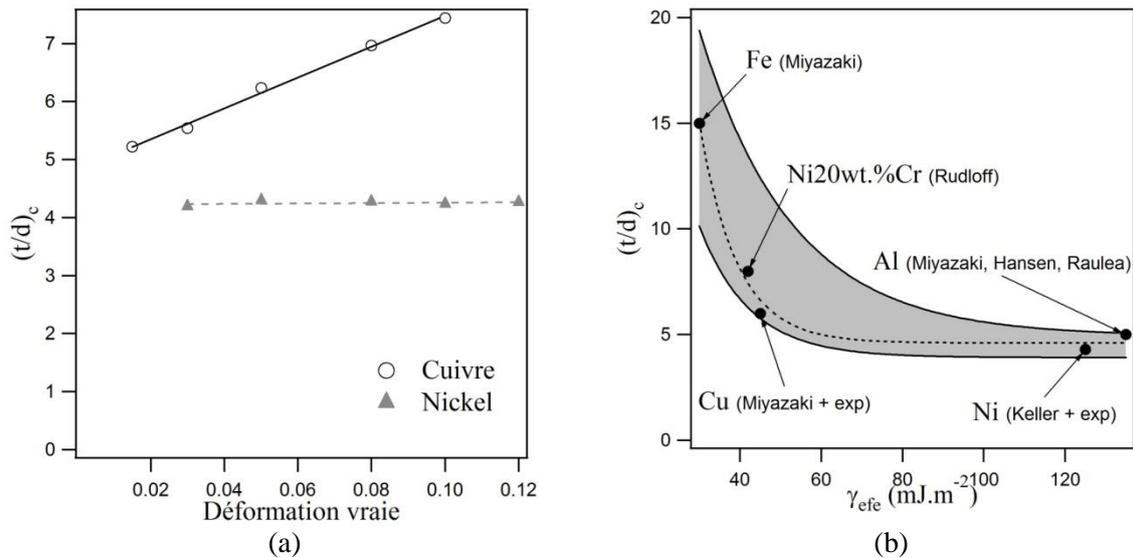


Figure 36 : Evolution du nombre de grains dans l'épaisseur en dessous duquel la loi de Hall-Petch est modifiée, avec la déformation (a). Influence de l'énergie de faute d'empilement sur ce rapport $(t/d)_c$ (b).

3.1.2 Etude de l'écroutissage par le formalisme de Mecking-Kocks

3.1.2.1 Présentation analytique du modèle de Mecking-Kocks

L'étude de l'écroutissage est généralement réalisée à partir de modélisation intégrant diverses lois de comportement. Sachant que plusieurs modèles existent, il a été choisi d'utiliser un modèle scalaire à une seule variable. Cet écroutissage est lié à une augmentation de la densité de dislocations, noté ρ . Le modèle de Mecking-Kocks [24, 75] admet comme unique variable cette densité de dislocations. Ce type de modélisation peut-être réducteur mais est adapté pour ce genre d'étude. De plus, il a pour avantage d'avoir une description physique de chacun de ces termes.

La contrainte σ est traditionnellement exprimée en fonction de cette densité de dislocations selon l'équation (13). Cette relation de Taylor [76, 77] est utilisée dans les travaux de Mecking-Kocks [24, 75].

$$\sigma = \alpha \mu b M \sqrt{\rho} \quad (13)$$

où α est un paramètre matériau qui prend en compte l'arrangement des dislocations, leurs configurations spatiales et leurs types d'interactions, μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers des dislocations et M le coefficient de Taylor [30, 75, 78].

La variation de la contrainte avec la densité de dislocations est donnée par la relation (14) et sera utilisée par la suite pour la détermination du taux d'écrouissage.

$$\frac{d\sigma}{d\rho} = \frac{\alpha\mu bM}{2\sqrt{\rho}} \quad (14)$$

D'après plusieurs travaux [52, 75, 79, 80], l'évolution de la densité de dislocations avec la déformation peut se décomposer en quatre termes comme l'illustre la formulation (15) :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{M\sqrt{\rho}}{\beta b} + \frac{Mk_g}{bd} + \frac{M}{bL} - \frac{2MPy}{b} \quad (15)$$

Le premier terme du second membre correspond à l'accumulation des dislocations mobiles devenues immobiles après avoir parcouru une distance égale au libre parcours moyen (Λ). Dans ce premier terme β représente le rapport entre le libre parcours moyen des dislocations et la distance moyenne qu'elles ont parcourues (l) comme le montre l'équation (16). β dépend de la texture du polycristal et n'est pas influencé par la température. La distance l est directement liée à la densité de dislocations.

$$\beta = \frac{\Lambda}{l} = \Lambda\sqrt{\rho} \quad (16)$$

Le deuxième terme de l'équation (15) correspond à la densité de dislocations géométriquement nécessaires ρ_{GND} au niveau des joints de grains, créées par l'activation de plusieurs systèmes de glissements de manière simultanée. Les travaux d'Ashby [23] ont révélé que cette densité de GND peut s'exprimer en fonction de la taille de grains, comme le montre l'équation (17) :

$$\rho_{GND} = \frac{Mk_g}{bd} \varepsilon \quad (17)$$

où k_g est un facteur géométrique qui dépend de la forme des grains. Sevillano [20] annonce une valeur de $3\pi/2 \approx 4,7$ pour des grains sphériques déformés à 0,006 alors que la valeur de Narutani [80] est de 0,6 pour du nickel. Ce deuxième terme n'est à considérer que dans les premiers instants de la déformation, soit en stade I, voire en début de stade II. Pour des déformations plus élevées, cette contribution devient négligeable.

Le troisième terme de l'équation (15) est associé à la présence initiale de structures de dislocations, dites rémanentes, provoquées généralement par les procédés de mise en forme des tôles. Dans ce terme, L représente l'interdistance moyenne entre ces structures de dislocations rémanentes. Il est possible d'assimiler ce terme au libre parcours moyen initial. Ces structures initialement présentes vont provoquer une augmentation de la densité de dislocations par des mécanismes de multiplications.

Le quatrième et dernier terme de l'équation (15) est dû à l'annihilation des dislocations par restauration dynamique provoquée par la mise en place du glissement dévié. Ce terme est proportionnel à la distance d'annihilation y de deux dislocations par glissement dévié et de la probabilité d'apparition P de cet événement.

En multipliant les équations (14) et (15), le taux d'écroutissage macroscopique θ est obtenu et s'exprime par la relation (18) :

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{d\sigma}{d\rho} \times \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta} + \frac{\alpha\mu M^2 k_g}{2d\sqrt{\rho}} + \frac{\alpha\mu M^2}{2L\sqrt{\rho}} - \frac{\alpha\mu M^2 P y}{\sqrt{\rho}} \quad (18)$$

Les différents stades d'écroutissage peuvent être caractérisés, grâce à l'utilisation de l'équation (19) obtenue par le produit des expressions (13) et (18).

$$\sigma\theta = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta} \sigma + \frac{\alpha^2 \mu^2 M^3 b}{2} \left\{ \frac{k_g}{d} + \frac{1}{L} \right\} - \alpha^2 \mu^2 b M^3 P y \quad (19)$$

L'annihilation de deux dislocations par glissement dévié ne se réalise que lorsque ce mécanisme de déformation se généralise, c'est-à-dire lors du troisième stade d'écroutissage. Avant, ce phénomène et sa probabilité d'apparition P sont négligeables. Il est possible de simplifier la relation (19) en stade II, comme le montre l'équation (20), [46, 81]:

$$\sigma\theta = \Delta_{II}\sigma + (\sigma\theta)_0 \quad (20)$$

Cette équation permet de décomposer ce deuxième stade d'écroutissage en deux termes, Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ respectivement définis par les relations (21) et (22). Ces deux paramètres sont identifiables simplement par méthode graphique avec Δ_{II} la pente du stade II et $(\sigma\theta)_0$ son ordonnée à l'origine, comme illustré sur la figure 37.

$$\Delta_{II} = \frac{\alpha\mu M^2}{2\beta} \quad (21)$$

Le premier terme Δ_{II} , caractérisant l'écroutissage latent [27], provient des interactions entre les dislocations. Le second terme $(\sigma\theta)_0$ est dû à la contribution des joints de grains, la présence de précipités ou de surfaces libres, selon les caractéristiques microstructurales et dimensionnelles des échantillons utilisés.

$$(\sigma\theta)_0 = \frac{\alpha^2\mu^2 M^3 b}{2} \left\{ \frac{k_g}{d} + \frac{1}{L} \right\} \quad (22)$$

Selon le signe de ce terme $(\sigma\theta)_0$, trois cas peuvent être différenciés [27] comme le montre la figure 37 :

- $(\sigma\theta)_0 < 0$: cas du monocristal réel traduit par un adoucissement provoqué par les effets de surface sur l'écroutissage. Ce phénomène se traduit par l'annihilation des dislocations mobiles au niveau des surfaces libres.
- $(\sigma\theta)_0 = 0$: cas du monocristal idéal de grandes dimensions et pur. Dans ce cas, il n'existe, à priori aucun élément durcissant et seuls les mécanismes de déformation participent à l'écroutissage.
- $(\sigma\theta)_0 > 0$: cas du polycristal où la contribution des joints de grains à l'écroutissage est due aux GND et est accompagnée de celle des structures de dislocations initiales. Dans ce cas la présence de joints de grains durcit le matériau et la valeur de $(\sigma\theta)_0$ dépend de la taille de grains. Concernant la contribution des surfaces libres, elle peut être considérée comme négligeable.

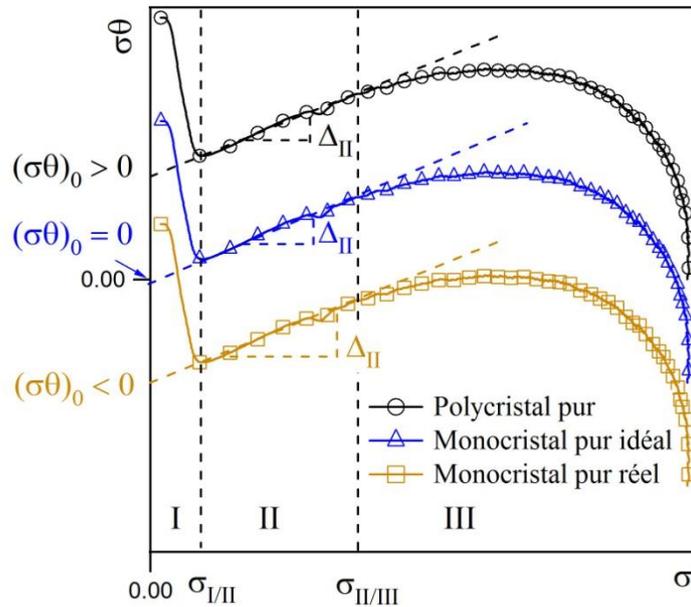


Figure 37 : Illustration du paramètre $(\sigma\theta)_0$ selon le caractère monocristallin ou polycristallin et détermination de Δ_{II} .

3.1.2.2 Etude des paramètres d'érouissage

L'évolution du produit entre le taux d'érouissage et la contrainte en fonction de celle-ci est présentée pour des échantillons de cuivre (Figure 38 (a)) et de nickel (Figure 38 (b)) ayant des rapports t/d variables. La comparaison de ces courbes est plus facile lorsqu'elles sont normalisées par la limite d'élasticité qui varie selon la taille de grains, comme présentée sur la figure 38 (c) et sur la figure 38 (d), respectivement pour le cuivre et pour le nickel. Comme l'indique l'équation (20), le stade II est bien linéaire, confirmant l'absence de glissement dévié. Ce stade est défini dans une gamme de contraintes comprises entre $\sigma_{I/II}$ et $\sigma_{II/III}$ et pour des déformations associées comprises entre $\varepsilon_{I/II}$ et $\varepsilon_{II/III}$, dont la détermination est explicitée en annexe A.3.2.

Les valeurs de $\sigma_{I/II}$ semblent être dépendantes de la taille de grains (Figure 38 (a) et Figure 38 (b)) du fait de la dépendance à la taille de grains de la limite d'élasticité. En effet, une fois rapportée à σ_e , cette contrainte de passage entre le stade I et le stade II présente sensiblement la même valeur, légèrement supérieure à un.

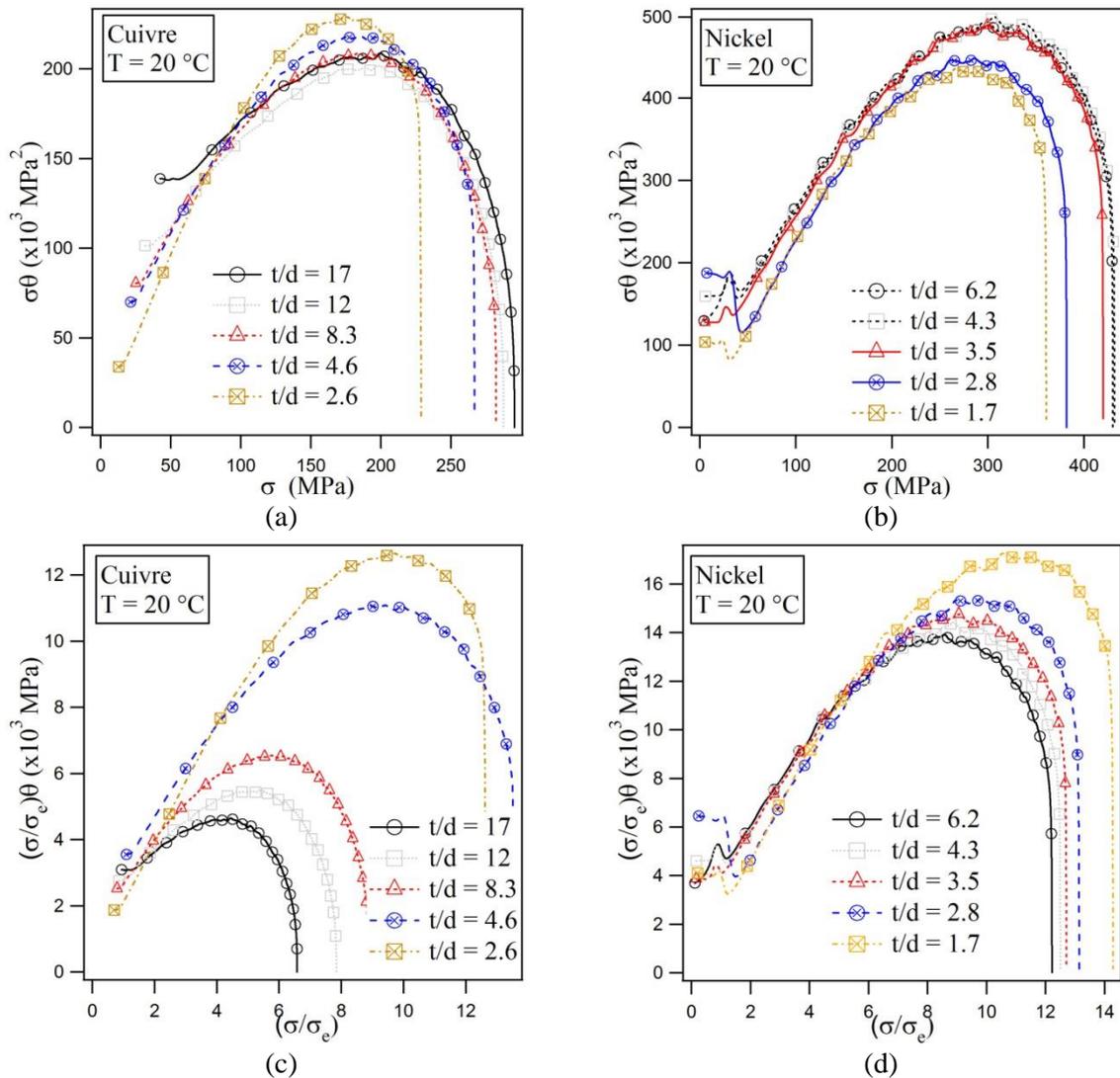


Figure 38 : Evolution de $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour le cuivre (a) et le nickel (b) possédant différents nombres de grains dans l'épaisseur. (c) et (d) représentent les mêmes courbes pour des valeurs de contraintes normalisées par la limite d'élasticité σ_e de chaque échantillon.

La mise en place du stade III, caractérisée par $\sigma_{II/III}$, semble elle aussi être sensible à la taille de grains. Plus la taille de grains est élevée, plus l'apparition de ce troisième stade est retardée. L'évolution de $\sigma_{II/III}$ est illustrée en fonction de la taille de grains (Figure 39 (a)) et du rapport t/d (Figure 39 (b)). Contrairement aux résultats de Feaugas *et al.* [26], $\sigma_{II/III}$ croît lorsque la taille de grains augmente. La figure 39 (b) montre, dans le cas du cuivre que si le nombre de grains dans l'épaisseur est supérieur à 6, la contrainte de passage du stade II au stade III varie peu. Cependant, si t/d est inférieur à 6 une forte augmentation de $\sigma_{II/III}$ est observée. Concernant les résultats sur nickel, la transition attendue autour de 4 grains dans l'épaisseur est moins marquée, tout au moins sur la plage de t/d étudiée. Keller *et al.*[45], rapportent des valeurs de $\sigma_{II/III}$ sensiblement moins élevées mais du même ordre de

grandeur, et surtout la présence d'une transition lorsque l'échantillon possède moins de quatre grains dans l'épaisseur.

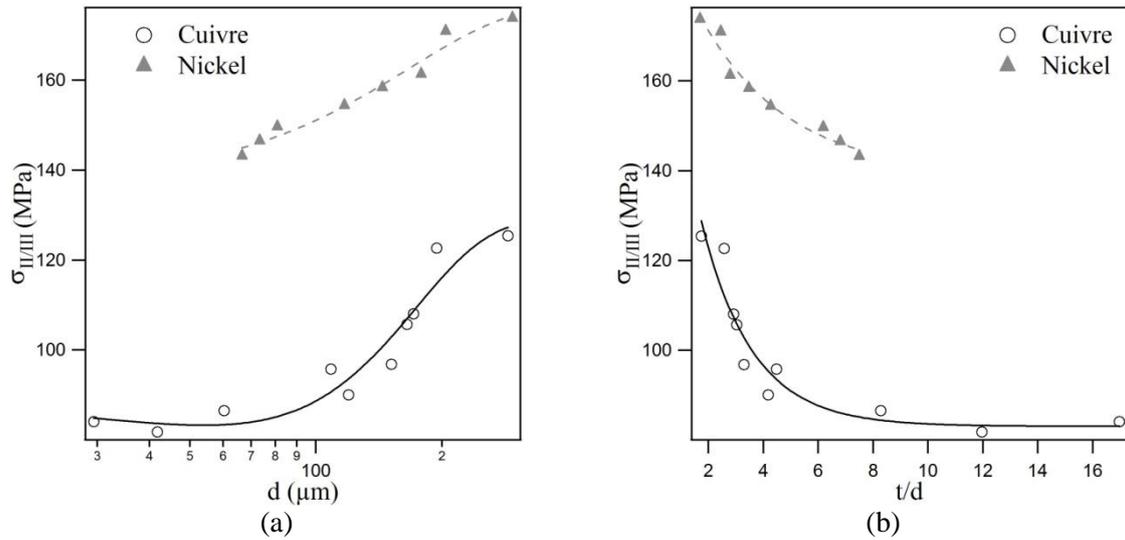


Figure 39 : Evolution de la contrainte de passage du deuxième au troisième stade d'écroutissage $\sigma_{II/III}$ en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).

La figure 40 présente l'évolution de la déformation à laquelle intervient cette transition, en fonction de la taille de grains (Figure 40 (a)) et du rapport t/d (Figure 40 (b)). Contrairement à $\sigma_{II/III}$ la différence entre les échantillons possédant un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à $(t/d)_c$ et les autres est plus marquée pour le nickel que pour le cuivre.

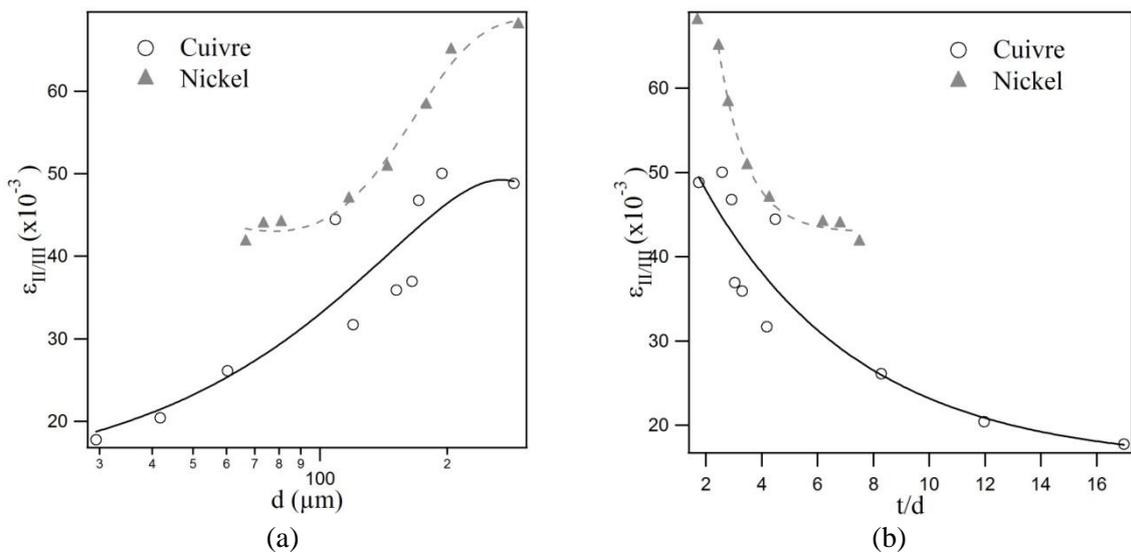


Figure 40 : Evolution de la déformation de passage du stade II au stade III en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).

De la même façon, la longueur en déformation du stade II peut être étudiée. Ce paramètre est calculé en faisant la différence entre $\varepsilon_{IV/III}$ et $\varepsilon_{I/II}$. La figure 41 montre que la longueur du stade II est fortement dépendante de la taille de grains (Figure 41 (a)). $\Delta\varepsilon_{II}$ décroît de manière monotone avec le rapport t/d sans présenter de transition nette autour de $(t/d)_c$ (Figure 41 (b)).

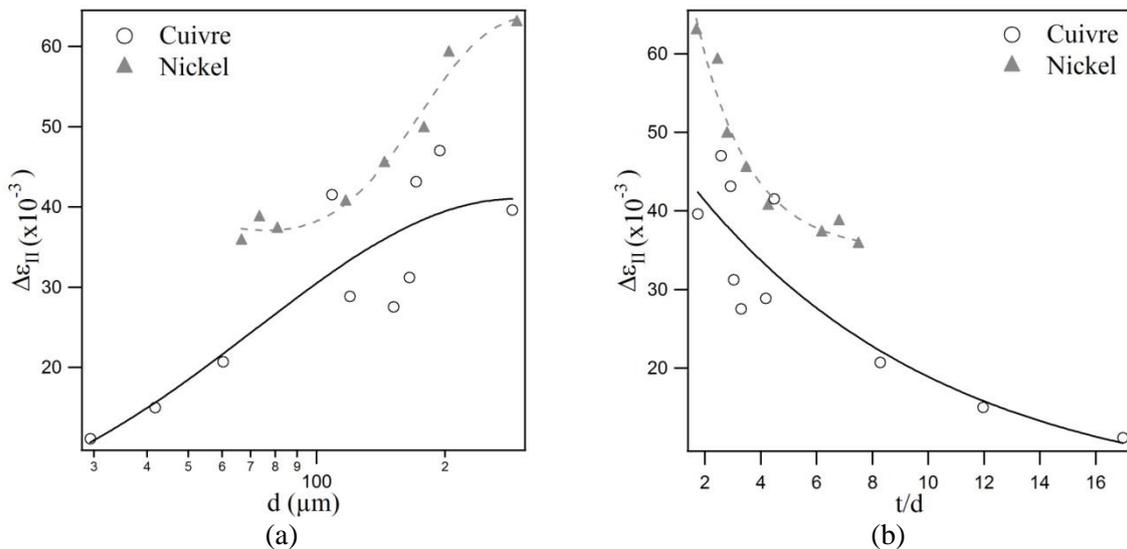


Figure 41 : Evolution de la longueur en déformation du stade II d'écrouissage $\Delta\varepsilon_{II}$ en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).

L'évolution de l'écrouissage latent, provenant des interactions entre les dislocations, en fonction de la taille de grains et du rapport t/d est présentée figure 42. Δ_{II} augmente avec un accroissement de la taille de grains jusqu'à 200 μm . Pour les tailles de grains supérieures à 200 μm , le paramètre Δ_{II} semble se stabiliser autour d'une valeur proche de 2000 MPa. Ce comportement et ces valeurs sont semblables à ceux trouvés par Keller *et al.* [45] pour le nickel et par Rudloff *et al.* [81] pour l'alliage Ni20wt.%Cr. La figure 42 (b) montre que le rapport t/d n'influence pas le taux d'écrouissage latent. Δ_{II} décroît linéairement avec le nombre de grains dans l'épaisseur et ne présente pas de transition autour du rapport $(t/d)_c$. A l'aide de l'équation (21), il est possible de déterminer pour chaque rapport t/d la valeur de β qui est le rapport entre le libre parcours moyen entre les dislocations et l'espacement moyen entre elles. Pour calculer ce paramètre, les valeurs des constantes prises sont les suivantes : $\alpha = 0,3$, valeur généralement reportée en stade II [24, 26, 64] dans le cas d'une approche simplifiée, $\mu_{\text{Cu}} = 42,2 \text{ GPa}$ [21, 75] et $\mu_{\text{Ni}} = 70,8 \text{ GPa}$ [67] et $M = 3$ valeur identique pour les deux matériaux, obtenue expérimentalement par EBSD. Pour le cuivre, les valeurs de β sont comprises entre 28 et 59 alors que pour le nickel elles sont comprises

entre 45 et 61. Les valeurs minimales correspondent aux faibles rapports t/d et inversement pour les valeurs maximales. Ces valeurs sont dans la gamme de celles reportées pour les matériaux CFC [27, 80].

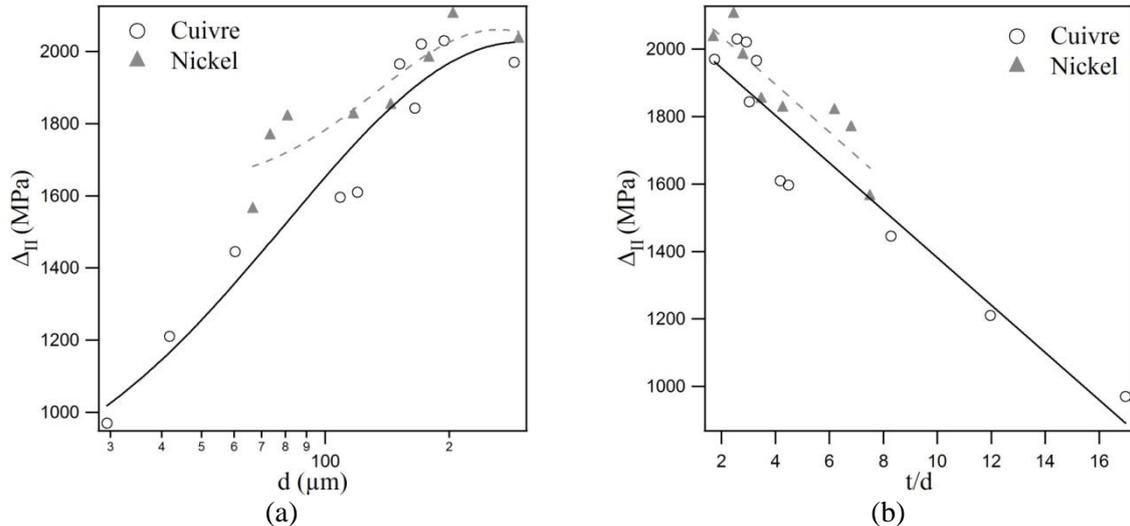


Figure 42 : Evolution du taux d'érouissage latent Δ_{II} lors du stade II en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).

La seconde contribution à l'érouissage due à la contribution des joints de grains, la présence de précipités ou de surfaces libres, est représentée en fonction du rapport t/d sur figure 43. L'équation (22) prédit une évolution linéaire de $(\sigma\theta)_0$ avec l'inverse de la taille de grains, mais aussi une valeur nulle lorsque la taille de grains devient infinie et que l'échantillon ne possède pas de dislocations rémanentes dues à la mise en forme. Dans ce cas, la figure 37 indique un comportement monocristallin idéal. Pour des échantillons possédant plus de six grains dans l'épaisseur pour le cuivre et quatre pour le nickel, cette évolution linéaire est bien respectée. Si la régression linéaire est extrapolée à des tailles de grains infinies, la valeur de $(\sigma\theta)_0$ reste positive (de l'ordre de 18000 MPa^2 pour le cuivre et de 52000 MPa^2 pour le nickel) confirmant le caractère polycristallin de ces échantillons. Ces valeurs positives indiquent surtout la présence d'un facteur durcissant supplémentaire aux joints de grains. Comparativement la valeur pour l'alliage Ni20wt.%Cr [81] est beaucoup plus élevée, de l'ordre de 100000 MPa^2 , du fait de la présence d'atomes de chrome en substitution. Ceci peut permettre de rapporter la contribution durcissante supplémentaire à la présence de quelques impuretés dans nos matériaux. En utilisant l'équation (22), la pente permet de déterminer le facteur géométrique k_g . Les valeurs de α , M et μ sont les mêmes que pour le calcul de β . Les vecteurs de Burgers utilisés sont 0,256

nm pour le cuivre et 0,271 nm pour le nickel. Pour le cuivre la valeur calculée de k_g est égale à 4,1 et pour le nickel $k_g = 1,7$. On rappelle que Sevillano [20] annonce une valeur de $3\pi/2 \approx 4,7$ pour des grains sphériques déformés à 0,006 alors que la valeur de Narutani [80] est de 0,6 pour du nickel. Les valeurs obtenues sont donc du même ordre de grandeur.

Pour des échantillons possédant moins de six grains dans l'épaisseur pour le cuivre et quatre pour le nickel, une déviation par rapport à la linéarité est observée. Cette déviation est caractérisée par une augmentation de la pente accompagnée d'une diminution de l'ordonnée à l'origine modifiant les constantes calculées précédemment. L'extrapolation de cette évolution à des tailles de grains infinies donne des valeurs de $(\sigma\theta)_0$ de -16300 MPa^2 pour le cuivre et de -35500 MPa^2 pour le nickel. La diminution de cette valeur par rapport à la valeur théorique due à la présence de joints de grains montre la présence d'un phénomène adoucissant au niveau de l'écroutissage. De plus, comme dans le cas d'un monocristal pur, les valeurs négatives peuvent être attribuées à la présence de surfaces libres. Il semble donc qu'un effet de surface apparaisse et provoque un adoucissement pour les échantillons avec un nombre de grains inférieur à $(t/d)_c$. De la même manière que précédemment, la régression linéaire permet de déterminer une valeur de k_g égale à 6,4 pour le cuivre et 8,1 pour le nickel.

Mecking [27] apporte un terme supplémentaire à l'équation (22) faisant intervenir un paramètre s comme le montre la relation (23) :

$$(\sigma\theta)_0 = \frac{\alpha^2 \mu^2 M^3 b}{2} \left\{ \frac{k_g}{d} + \frac{1}{L} - \frac{1}{s} \right\} \quad (23)$$

Cet auteur justifie l'ajout de ce paramètre s par le fait que le libre parcours moyen n'est pas seulement défini par les interactions entre les dislocations mais aussi par la présence de barrières ou de puits correspondant respectivement aux joints de grains et aux effets de surface. Lorsque la contribution est durcissante (cas des joints de grains), le signe est positif alors qu'il est négatif lorsque la contribution est adoucissante (cas des effets de surfaces). La participation des joints de grains à l'écroutissage étant déjà intégrée via le terme k_g/d , le terme $1/s$ correspond alors aux effets de surface.

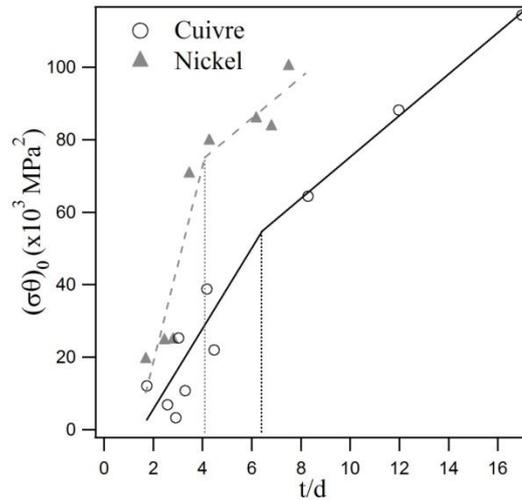


Figure 43 : Evolution de $(\sigma\theta)_0$ en fonction du rapport t/d . $(\sigma\theta)_0$ est l'ordonnée à l'origine du stade II des courbes $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte.

3.1.3 Origine de la modification du comportement

L'étude précédente montre que le comportement mécanique est modifié si le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique. Cette modification semble être due à des effets de surface présents dans les échantillons multicristallins. Afin de confirmer ce résultat, une étude des structures de dislocations est menée par Microscopie Electronique à Transmission (MET).

Un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin sont choisis pour limiter le nombre d'observations à réaliser. Pour le cuivre, des lames minces sont prélevées à cœur, soit à 200 μm de la surface, pour un polycristal comportant 17 grains dans l'épaisseur et pour un multicristal avec un rapport t/d égal à 2,6. Pour le nickel, les résultats présentés sont issus des travaux de thèse de Keller [14]. Le polycristal comporte 14 grains dans l'épaisseur alors que le multicristal n'en possède que 2,5. De plus des lames minces ont été prélevées à cœur ainsi qu'en surface (à 50 μm du bord). La préparation de ces échantillons est décrite en annexe A.1.2.

Avant le prélèvement, les échantillons ont été déformés à différents niveaux de déformation. Ces déformations, les stades d'écrouissage auxquels elles correspondent et le diamètre moyen des cellules de dislocations sont regroupés dans le tableau 5.

Matériaux	t/d	Déformation	Stade	Diamètre moyen des cellules (μm)	
				Cœur	Surface
Nickel [14]	2,5	0,025	II	2,3	6,5
		0,1	III	1,25	1,58
		0,24	Rupture	0,86	0,97
	14	0,03	II	1,25	1,37
		0,1	III	0,85	0,94
		0,26	Rupture	0,77	0,8
Cuivre	2,6	0,01	II	2,1	
		0,03	II	0,9	
		0,092	III	0,72	
		0,12	III	0,54	
	17	0,012	II	1,2	
		0,02	II	0,625	
		0,11	III	0,45	

Tableau 5 : Comparaison des diamètres moyens des cellules de dislocations pour un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin, pour les deux matériaux d'étude et pour différents états de déformation.

La figure 44 illustre les structures des cellules de dislocations observées pour les échantillons de cuivre polycristallin (Figure 44 (a-b)) et multicristallin (Figure 44 (c-d)) déformés respectivement en stade II et en stade III. Les structures de dislocations sont assez similaires, seul le diamètre des cellules est affecté par la déformation et le nombre de grains dans l'épaisseur.

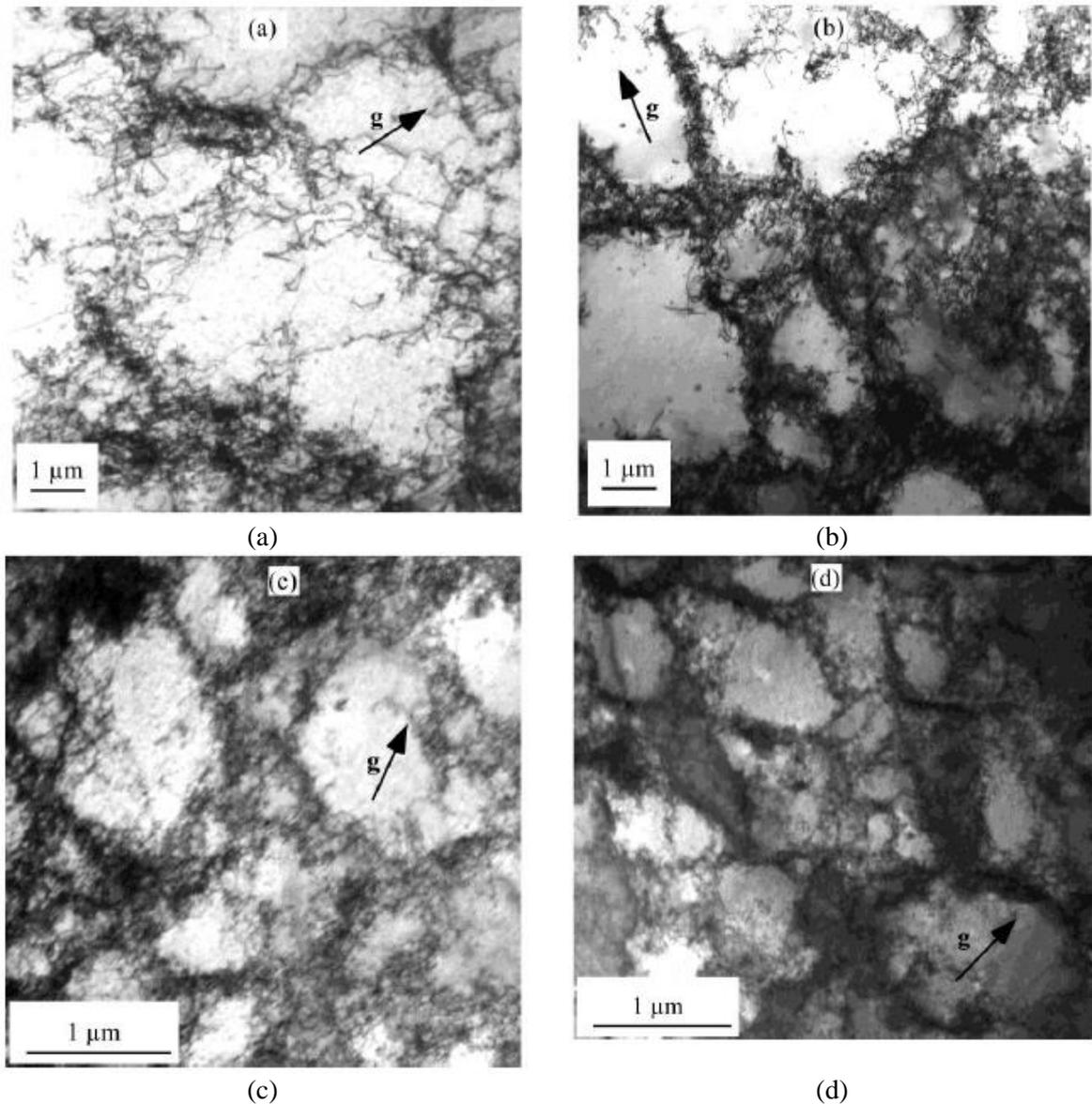
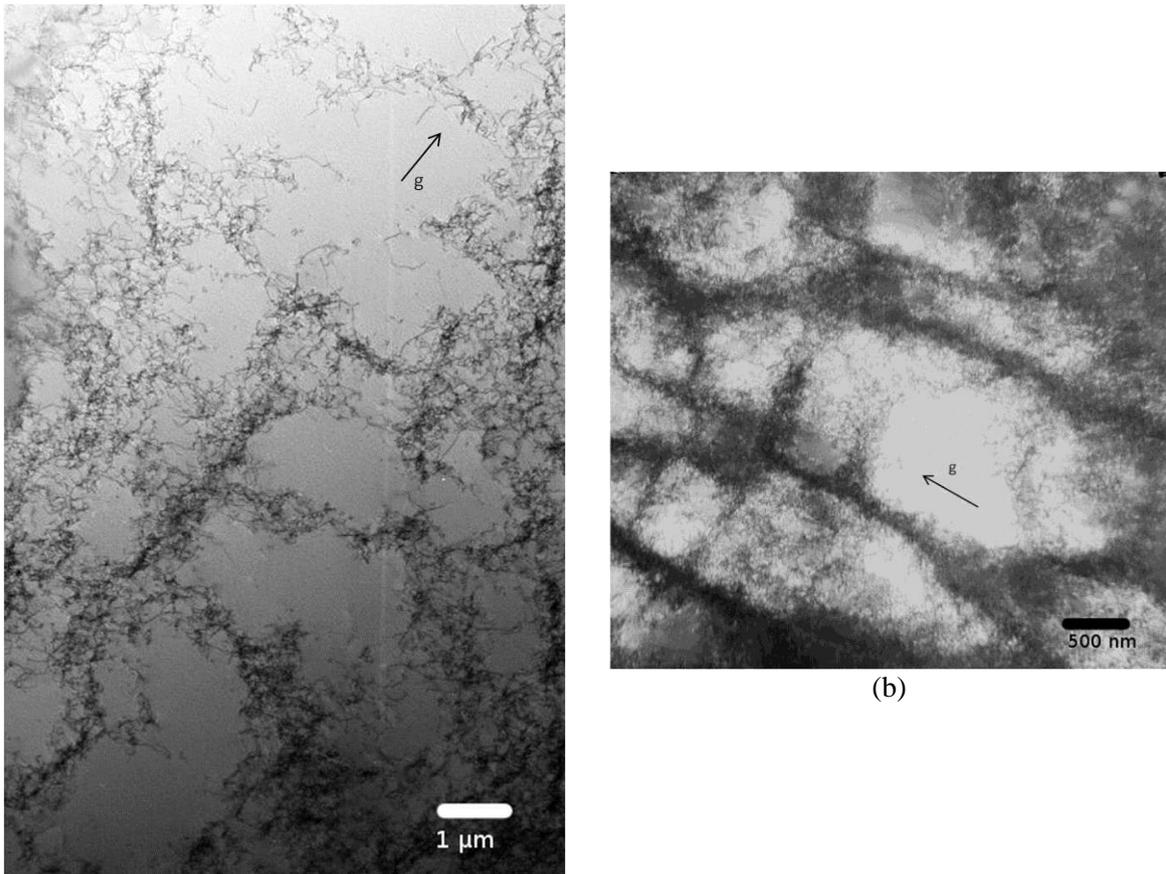


Figure 44 : Structures typiques de cellules de dislocations observées sur des échantillons de cuivre avec deux rapports t/d [82]. (a) $t/d = 2,6$, stade II - $\bar{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, (b) $t/d = 2,6$, stade III - $\bar{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, (c) $t/d = 17$, stade II - $\bar{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, (d) $t/d = 17$, stade III - $\bar{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$.

Huang *et al.* [83, 84] observent trois types de cellules différentes dans des échantillons de cuivre polycristallin déformés en traction. Ces structures peuvent être identifiées connaissant la désorientation locale entre les grains et l'orientation relative entre le grain observé et la direction de traction. Nos observations ne montrent seulement que deux types de structures correspondant majoritairement à des cellules équiaxes formées par l'activation de nombreux systèmes de glissement et à minima des cellules divisées en blocs séparés par des joints non-cristallographiques. La figure 45 (a) illustre le premier type de cellules alors que la figure 45 (b) présente le second.



(a)

Figure 45 : Structures de dislocations observées à cœur dans des échantillons de nickel. (a) cellules équiaxes $\bar{g} = [111]$ et (b) cellules divisées en blocs séparés par des joints non cristallographiques $\bar{g} = [200]$.

La figure 46 montre les structures de dislocations pour un échantillon multicristallin de nickel ($t/d = 2,5$) déformé à 0,025 à cœur (Figure 46 (a)) et 50 μm sous la surface (Figure 46 (b)) [50]. Contrairement aux observations sur des monocristaux [5, 85] et sur des polycristaux [7, 18] de cuivre, aucune différence de structures entre le cœur et la surface ne semble apparaître. Fourie [7] a montré la présence d'un adoucissement surfacique sur environ 90 μm d'épaisseur. Ces résultats sont complétés par l'étude de Miyazaki *et al.* [18] qui montrent sur des polycristaux de cuivre de haute pureté déformés à 1 % en traction, la présence de deux types de structures de dislocations. Les structures présentes à cœur sont réparties au sein du grain entier alors que les dislocations présentes dans les grains en surface sont majoritairement situées au niveau des joints de grains. Les observations de la figure 46 montrent que chaque zone présente une structure en cellules bien définie.

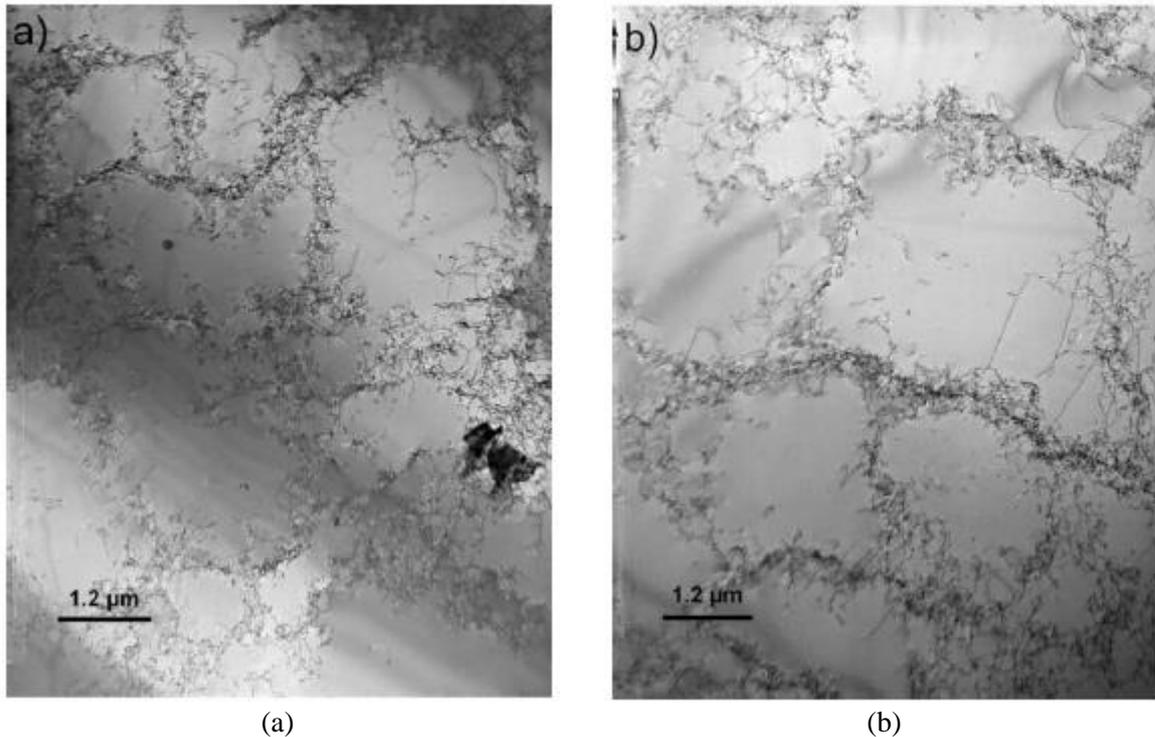


Figure 46 : Structures de dislocations pour un échantillon multicristallin de nickel ($t/d = 2,5$) déformé en stade II - $\bar{g} = [111]$. (a) lame prélevée à cœur, (b) lame prélevée en surface [50].

L'étude seule de la structure des cellules de dislocations ne permettant pas de noter de différences flagrantes entre le cœur et la surface des échantillons, il est nécessaire de s'intéresser au diamètre moyen de ces cellules. Dans un premier temps, l'analyse de la taille des cellules est réalisée en fonction de la déformation sur les échantillons de cuivre prélevés à cœur (Figure 47 (a)). Comme dans de précédentes observations sur du nickel [50], le diamètre moyen des cellules décroît avec la déformation. Cependant le diamètre des cellules pour l'échantillon polycristallin est toujours plus faible que celui observé pour l'échantillon multicristallin. De plus la différence de taille de cellules est plus importante lors du stade II et tend à s'amenuiser en stade III. Cette différence de taille de cellules entre les deux échantillons semble liée à la réduction du rapport t/d . Dans un second temps, l'analyse de la taille de cellules est réalisée sur les échantillons polycristallin et multicristallin de nickel prélevés dans les deux différentes zones (Figure 47 (b)). La comparaison des tailles de cellules à cœur confirme les observations réalisées sur le cuivre. Le diamètre des cellules en surface décroît plus rapidement avec la déformation que celui des cellules à cœur. Pour le polycristal, la taille de cellules entre le cœur et la surface est sensiblement identique. Au contraire, dans le cas du multicristal, un gradient de diamètre moyen des cellules de dislocations est présent. Ce gradient tend à diminuer lorsque la

déformation augmente. La différence de taille de cellules est de 180 % en stade II et est réduite à 25 % en stade III.

En comparaison avec la littérature, la taille de grains semble influencer la taille des cellules de dislocations, comme l'ont montré plusieurs travaux [86-88]. Dans le cas de l'aluminium et du nickel [87, 88], l'effet de taille de grains ne se dégage pas clairement du fait de la grande dispersion de la taille des cellules. Cependant cet effet est confirmé par des travaux pour du nickel [50]. Concernant le cuivre, Gracio *et al.* [86] ont calculé les tailles moyennes de cellules avec majoritairement des cellules divisées en blocs rendant difficile la comparaison avec nos résultats qui ont été réalisés sur des cellules plutôt équiaxes. Des mesures effectuées à partir de cellules équiaxes et d'autres divisées en blocs séparés par des joints non cristallographiques [89] montrent une certaine insensibilité de la taille des cellules à la taille de grains pour des valeurs de d comprises entre 8 et 60 μm .

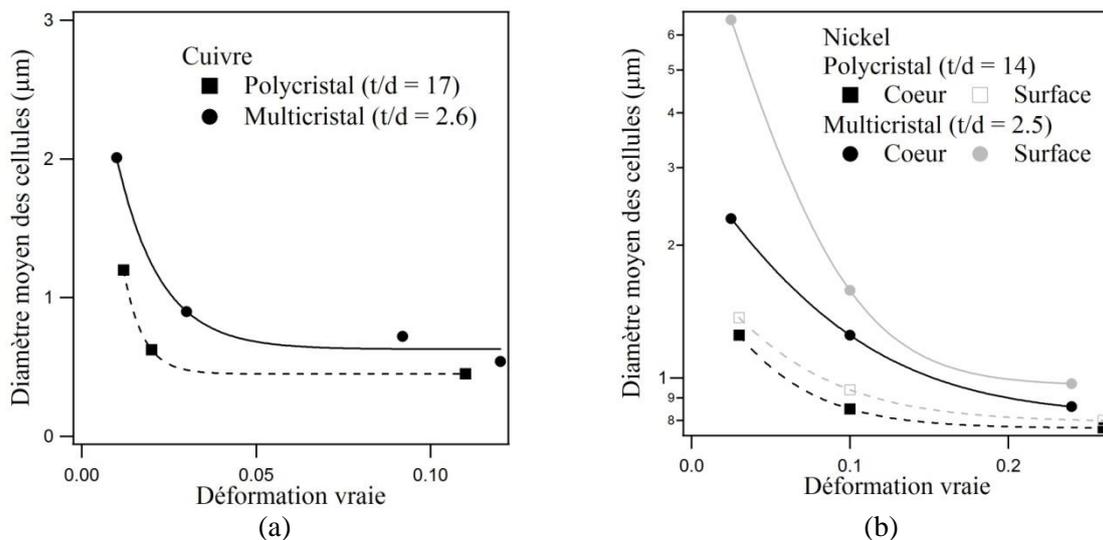


Figure 47 : (a) Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations à cœur pour deux échantillons de cuivre avec des rapports t/d de 2,6 et 17 en fonction de la déformation. (b) Comparaison entre le diamètre moyen des cellules à cœur et en surface en fonction de la déformation pour deux échantillons de nickel ($t/d = 14$ et $t/d = 2,5$) [14].

Les différences de tailles de cellules pour les différentes déformations et pour les deux types d'échantillons existent toujours lorsque la dispersion est prise en compte. Cette dispersion de taille de cellules est analysée à l'aide de la répartition statistique de ces cellules. La figure 48 montre que cette répartition est représentée par une loi statistique de type gaussienne centrée autour de 0,75 fois la taille moyenne des cellules. La dispersion de la taille des cellules est élevée, entre 30 % et 50 %, mais Keller *et al.* [50] ont montré à

l'aide d'une analyse de variance que notre technique de mesure de taille de cellules était représentative des échantillons et que la différence entre les diamètres moyens des cellules étaient significatifs, du fait des forts indices de confiance, entre 80 % et 99 % des moyennes calculées.

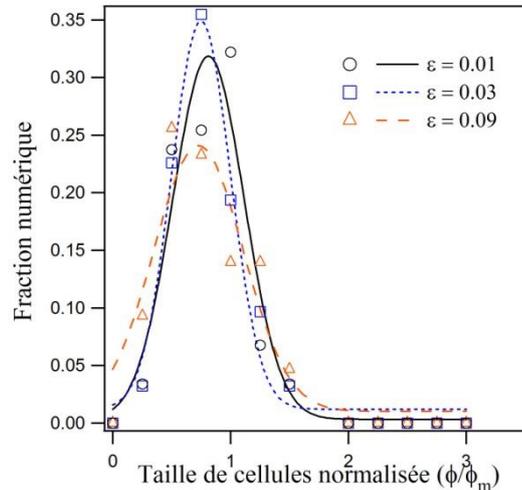


Figure 48 : Répartition statistique des tailles de cellules pour un échantillon de cuivre multicristallin déformé à plusieurs niveaux.

L'application du formalisme de Kuhlmann-Wilsdorf [52] qui exprime le niveau de contrainte comme inversement proportionnel au diamètre moyen des cellules de dislocations (cf. équation (9) page 38), permet de traduire le gradient de taille de cellules entre le cœur et la surface par un gradient de contrainte. Ce gradient de contrainte est illustré de façon schématique sur la figure 49 par une contrainte en surface plus faible qu'à cœur dans le cas du multicristal. La contrainte du polycristal reste identique dans l'épaisseur et supérieure à la contrainte à cœur du multicristal. Dans le cas multicristallin, la présence du gradient de contrainte dans l'épaisseur coïncide avec l'hypothèse de la présence d'effets de surface liée à la valeur négative du paramètre $(\sigma\theta)_0$ étudié dans le paragraphe précédent.

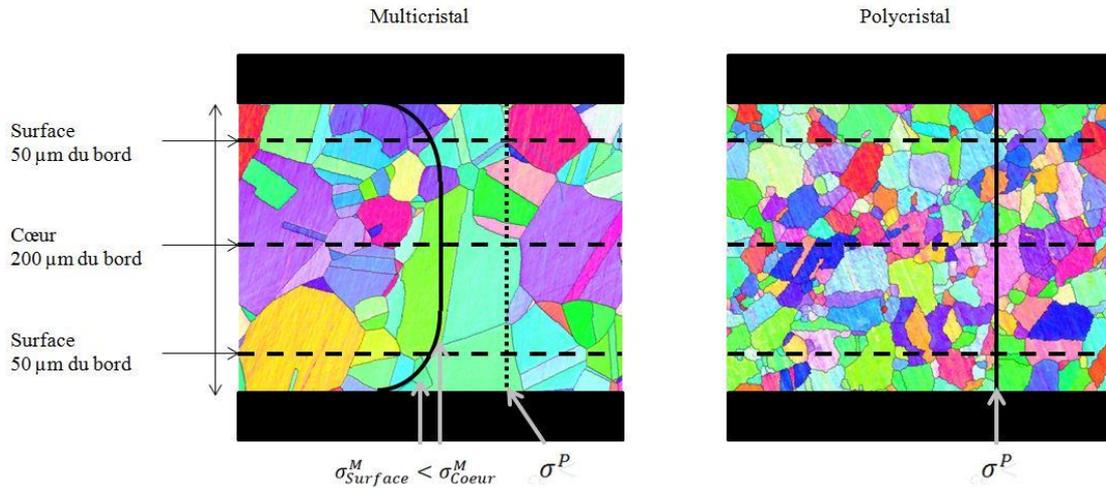


Figure 49 : Illustration schématique du gradient de contrainte dans l'épaisseur pour un multicristal qui est à l'origine de la modification du comportement par rapport à un polycristal.

Cet adoucissement en surface a fait l'objet d'étude sur les monocristaux essentiellement par Mughrabi [85, 90] et Fourie [4-6]. Fourie [4] a mis en évidence ce gradient de contrainte au sein d'un monocristal orienté en glissement simple, le long du vecteur de Burgers du système primaire, pour une profondeur L_E inférieure à 2 mm. Cette étude a été développée grâce à une technique de découpe d'un monocristal précontraint pour différents niveaux de déformation. Ce gradient de contrainte est illustré par la figure 50 pour ces différentes déformations.

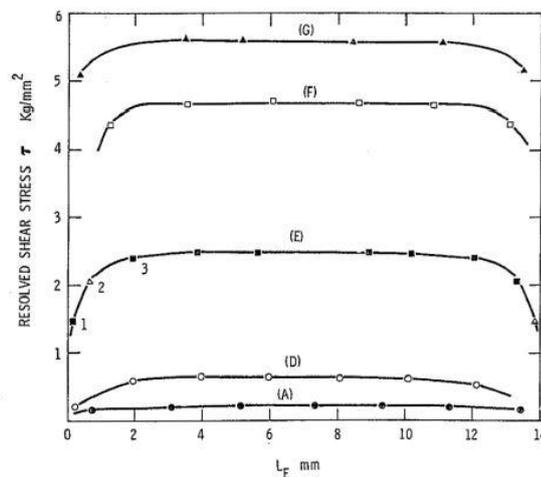


Figure 50 : Illustration des effets de surface présents dans un monocristal prédéformé à 0 (A), 0,058 (B), 0,21 (C), 0,32 (D) et 0,53 (E), [4].

En développant la même étude que sur les monocristaux, Fourie [7] a montré l'existence d'un adoucissement surfacique dû à la présence d'un gradient de contrainte. Cependant il

affirme que ce gradient de contrainte est plus faible et plus localisé que celui existant dans les monocristaux.

3.1.4 Synthèse

L'étude du comportement mécanique à température ambiante de polycristaux de cuivre et de nickel d'épaisseur 500 μm et de tailles de grains variables, sollicités en traction, a permis de mettre en avant les résultats suivants :

- Le comportement mécanique est modifié lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est réduit en deçà d'une valeur critique dépendante de la déformation ainsi que de l'énergie de faute d'empilement.
- Cette modification entraîne une diminution du niveau de contrainte par rapport à celui attendu par la loi de Hall-Petch si le rapport t/d est supérieur à la valeur critique. La gamme de t/d dans laquelle cette loi est vérifiée est qualifiée de polycristallin, alors que celle où le niveau de contrainte est réduit est qualifiée de multicristallin.
- L'étude de l'érouissage a montré une augmentation de la contrainte d'activation du stade III, de la longueur en déformation du stade II et une diminution de la contribution des joints de grains à l'érouissage pour les multicristaux par rapport aux caractéristiques des polycristaux.
- L'étude de l'origine de la modification du comportement réalisée par la caractérisation des structures et des tailles de cellules de dislocations a permis de mettre en évidence un gradient de contrainte dans l'épaisseur d'un échantillon multicristallin à contrario d'un échantillon polycristallin.

3.2. Influence du trajet de chargement

Comme il a été spécifié dans le chapitre précédent, le nombre de grains dans l'épaisseur d'une tôle est un paramètre industriel crucial. Ce rapport t/d est une variable d'ajustement afin de garantir un produit mince possédant des propriétés mécaniques identiques à celles d'un matériau massif. L'étude du comportement mécanique en traction a montré qu'il existe une transition polycristal-multicristal à partir d'un certain $(t/d)_c$ et d'une certaine déformation plastique ε_c . La question qui se pose est de savoir si ces deux variables critiques sont ajustables et c'est pourquoi une étude à température ambiante de l'influence du trajet de chargement est menée.

3.2.1 Rappels bibliographiques

La création de pièces de faible épaisseur par différents procédés de mise en forme comme l'emboutissage, l'hydroformage, le découpage, l'extrusion... est largement utilisée dans différents secteurs industriels. Les méthodes de conception des pièces macroscopiques sont souvent appliquées pour définir des procédés de microformage. Néanmoins, beaucoup de problèmes mécaniques apparaissent, souvent liés aux effets de taille. Le système de micro-formage peut être divisé en quatre parties : matériau, procédé, outils et machines/équipements. Les problèmes observés en microformage sont fortement associés à la miniaturisation des pièces à emboutir ou de l'outillage. Classiquement, les industriels ont un besoin incontournable de pouvoir estimer rapidement les déformations admissibles d'une pièce ainsi que sa limite de sécurité. Ces informations sont généralement obtenues grâce aux Courbes Limites de Formage (CLF).

Récemment, des travaux concernant les effets de taille liés à la miniaturisation ont été réalisés pour le microformage [11, 68, 69, 71, 72]. Les résultats révèlent, comme en traction uniaxiale une forte modification du comportement mécanique. Molotnikov *et al.* [69] montrent l'influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur le rapport limite d'emboutissage (Limit Drawing Ratio LDR). La figure 51 illustre les résultats de ces essais

Swift¹ sur du cuivre avec des tailles de grains de 24 μm (Figure 51 (a)) et 0,21 μm (Figure 51 (b)) et pour deux épaisseurs différentes 0,2 mm et 0,4 mm. La figure 51 (c) montre la forte augmentation du rapport limite d'emboutissage lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est réduit. Les valeurs expérimentales sont représentées par les points noirs et des valeurs issues de la simulation numérique par les points blancs.

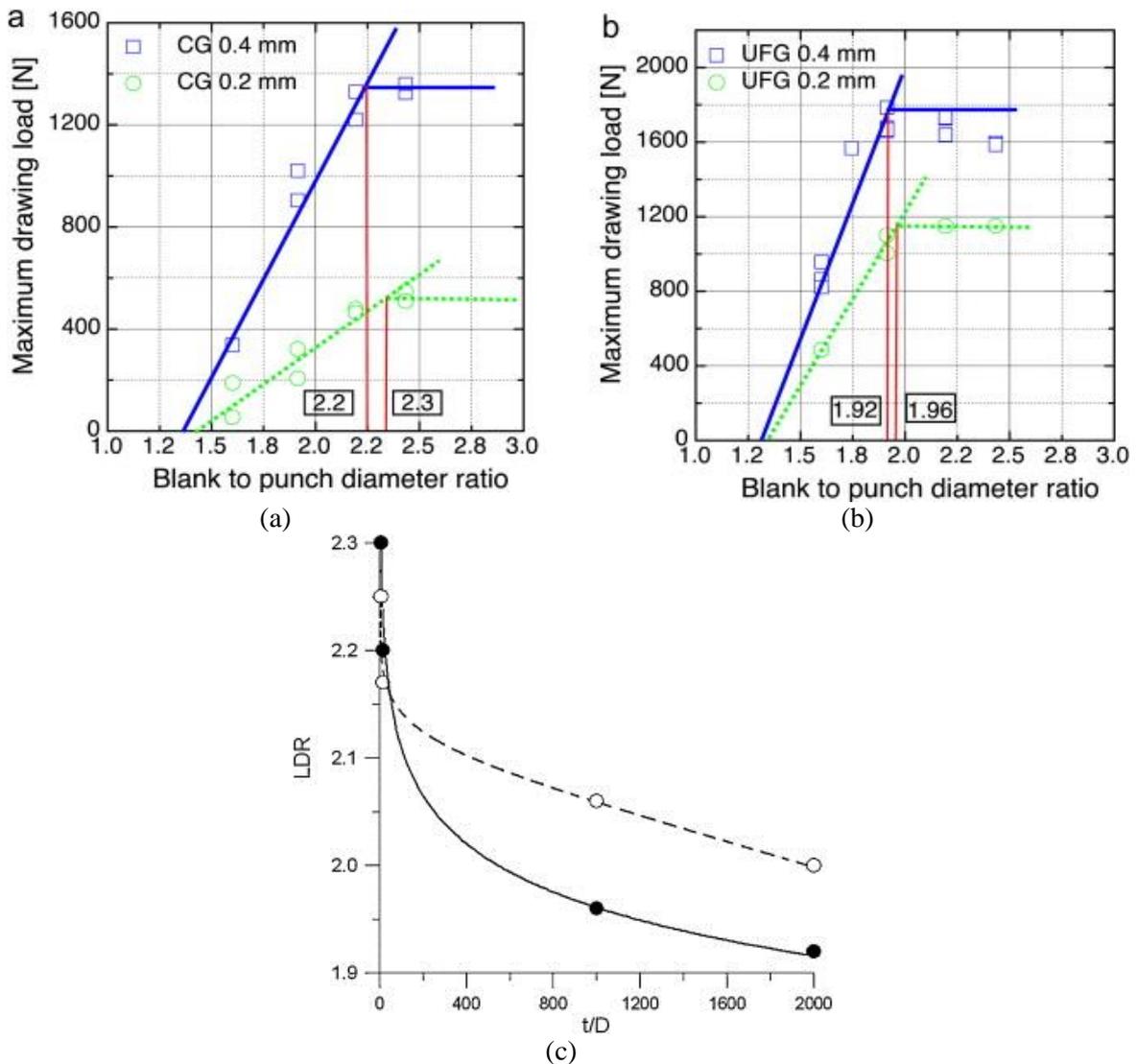


Figure 51 : Influence de la taille de grains et de l'épaisseur ($t = 0,2 \text{ mm}$ et $t = 0,4 \text{ mm}$), (a) $d = 24 \mu\text{m}$ et (b) $d = 0,21 \mu\text{m}$ et du rapport t/d (c) sur le rapport limite d'emboutissage [69].

Fu *et al.* [71, 91] montrent l'influence de la taille de grains et de l'épaisseur sur le comportement mécanique lors d'essais d'emboutissage. La figure 52 présente des essais sur trois tailles de grains différentes et une épaisseur de 400 μm . Le nombre de grains dans

¹ L'essai Swift permet de former un godet cylindrique et de rechercher la plus grande taille de flan circulaire qui peut s'emboutir sans rupture. Le rapport entre le diamètre de ce flan et le diamètre du poinçon utilisé désigne le rapport limite d'emboutissage (LDR).

l'épaisseur modifie fortement le comportement mécanique notamment pour les grandes déformations. De plus, en réalisant des études avec des poinçons de tailles différentes, ces auteurs ont noté que le comportement mécanique était affecté par les frictions à l'interface poinçon/flan.

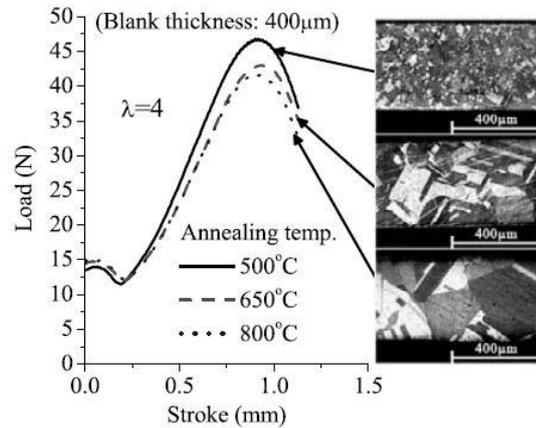


Figure 52 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur le comportement mécanique lors d'essais d'emboutissage [30, 71, 91]. (Stroke correspond au déplacement de poinçon remis à l'échelle par le diamètre du poinçon utilisé).

La figure 53 (a), issue de l'étude bibliographique de la thèse de Sene [92] met en évidence que le niveau de la courbe limite de formage diminue avec l'épaisseur pour un acier doux d'épaisseurs comprises entre 0,92 mm et 2 mm. Des essais sur l'aluminium et sur le cuivre ont confirmé ces résultats pour des épaisseurs allant jusqu'à 25 µm [11]. La figure 53 (b) montre quant à elle, l'effet de la taille de grains sur la formabilité de l'aluminium 1050 d'épaisseur 500 µm. Une augmentation de la taille de grains a un effet néfaste sur le niveau de la CLF.

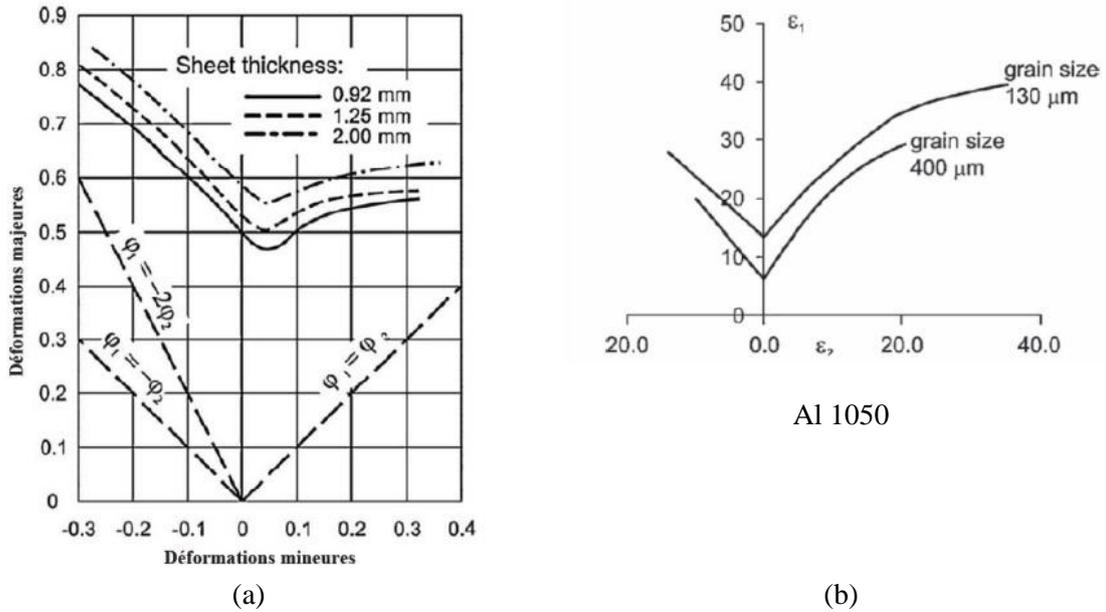


Figure 53 : Influence de l'épaisseur (a) et de la taille de grains (b) sur les courbes limites de formage [92].

L'effet du nombre de grains dans l'épaisseur est étudié sur du CuZn30 par Shuaib [93]. Les différents trajets de chargement et les différentes épaisseurs analysés sont présentés sur la figure 54 (a). Les résultats montrent que la formabilité diminue avec une réduction de l'épaisseur et du rapport t/d [68, 93]. Ces résultats sont en accord avec les simulations numériques sur du nickel [94], figure 54 (b). Cependant ces résultats sur le nickel montrent qu'un chargement biaxial présente des déformations admissibles indépendantes du nombre de grains dans l'épaisseur. La conclusion de ces travaux est donc que les chargements fortement biaxiaux semblent plus appropriés pour la mise en forme de produits minces.

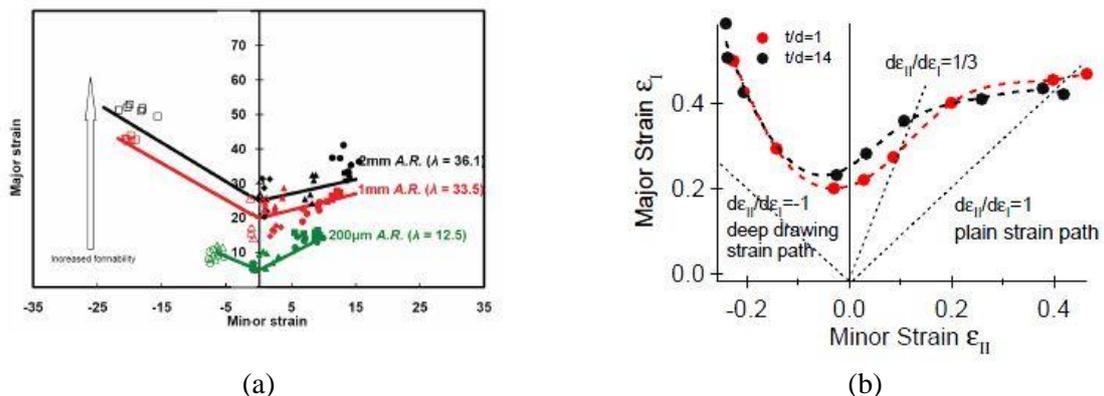


Figure 54 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur les courbes limites de formage. (a) Etude réalisée sur du CuZn30 [93] et (b) sur du nickel [94].

3.2.2 Choix des essais

Afin d'étudier les effets de taille pour différents chargements complexes, des essais type Nakazima sont mis en œuvre suivant la méthodologie décrite dans le paragraphe 2.3.3. Trois essais mécaniques différents sont réalisés pour couvrir un large spectre de trajets de chargement. Le premier correspond à un essai conventionnel de traction uniaxiale. Les deux autres essais sont des essais Nakazima correspondant à des essais d'emboutissage avec un poinçon hémisphérique et avec différentes géométries de flans permettant d'avoir différents trajets de chargements. Comme l'illustre la figure 31 (page 60), le poinçon utilisé est de diamètre 20 mm. Le rapport entre ce diamètre et l'épaisseur des tôles utilisées est assez grand (supérieur à 10, valeur classiquement utilisée lors de l'étude de produits minces [95]) pour supposer un état de contraintes planes ($\sigma_{III} = 0$) et que l'essai n'entraîne pas de gradient de contrainte dans l'épaisseur. Les expérimentations sont réalisées à une vitesse de déplacement de poinçon de 1 mm/s (minimum possible sur la machine). La force de serre-flan est de 3000 N pour minimiser au maximum le glissement du flan entre le serre-flan et la matrice.

Pour le premier essai Nakazima, un flan à encoches est utilisé dans le but d'obtenir des conditions de déformation plane, c'est-à-dire avec une déformation mineure ε_{II} nulle. Pour optimiser la géométrie de cette éprouvette à encoches, des simulations numériques ont été réalisées par M. Ben Bettaieb à l'aide du code par éléments finis Lagamine, développé à l'université de Liège [96, 97]. La largeur de l'échantillon notée w varie d'une simulation à l'autre entre 12,5 mm et 20 mm, et les autres dimensions du flan sont gardées identiques. En première approximation, la symétrie de l'expérience permet de ne modéliser qu'un quart du flan avec la partie extérieure maintenue dans les différentes directions pour prendre en compte les effets de serrage. Le flan est défini comme un matériau tridimensionnel déformable alors que le poinçon est lui considéré comme un solide indéformable. Le maillage du flan est réalisé avec des éléments à huit nœuds et est affiné près du centre où le matériau subit les plus grandes déformations. Trois éléments sont utilisés pour mailler l'épaisseur de la tôle. La figure 55 (a) illustre les flans de largeurs variables accompagnés de leurs maillages. Le déplacement vertical du poinçon est imposé à 5 mm. La figure 55 (b) présente les résultats numériques prédits pour les différentes largeurs analysées dans un graphique représentant les différents trajets de chargement (déformation majeure ε_I en fonction de la déformation mineure ε_{II}). Les résultats montrent que la géométrie optimale

pour obtenir les conditions souhaitées de déformation plane ($\varepsilon_{II} = 0$) est obtenue pour une largeur de flan $w = 18$ mm.

Pour le second essai Nakazima le flan choisi est un flan circulaire de diamètre 40 mm afin d'obtenir les conditions de déformation de l'expansion biaxiale équilibrée ($\varepsilon_I = \varepsilon_{II}$).

Les mesures de déformations sont réalisées pour tous les essais par la technique de corrélation d'images en utilisant le logiciel Aramis[®]. L'acquisition des images est faite par une caméra CCD haute résolution pour une représentation 2D des essais de traction et par deux caméras similaires pour des mesures de déformations 3D pendant les essais Nakazima. Les déformations majeures et mineures sont calculées à l'aide de la déformation de facettes de tailles (1,2 x 1,2) mm² avec un recouvrement entre elles de 1 mm. La résolution de ces mesures de déformations est d'environ 200 μm. La déformation dans l'épaisseur ε_{III} est évaluée en considérant le principe d'incompressibilité plastique qui implique la relation (24) :

$$\varepsilon_I + \varepsilon_{II} + \varepsilon_{III} = 0 \quad (24)$$

Afin d'obtenir les trajets de chargement désirés les mesures expérimentales sont effectuées au centre de l'échantillon. Cette zone constitue notre région d'intérêt (ROI).

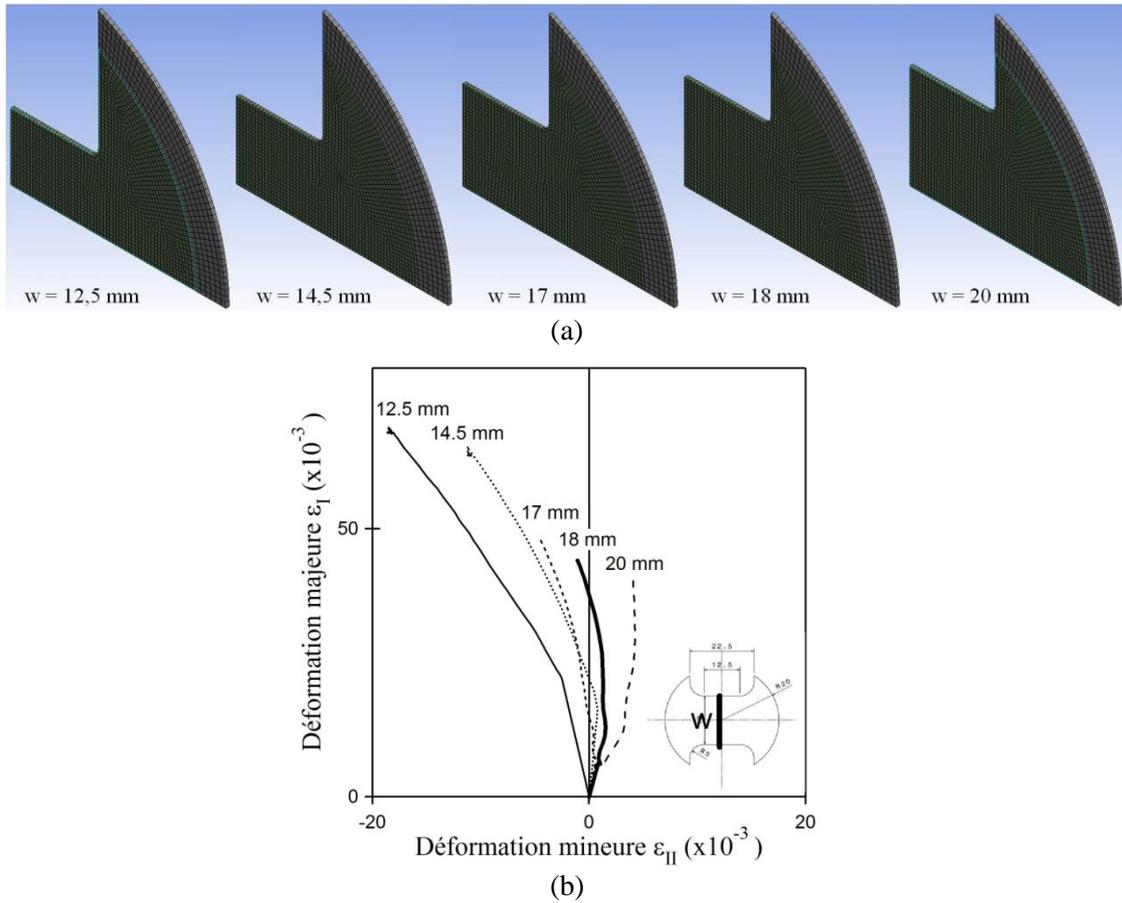


Figure 55 : Illustration des différents flans maillés (a). Simulations par éléments finis du trajet de chargement de différents flans à largeurs w variables (b).

3.2.3 Résultats expérimentaux

3.2.3.1 Trajets de chargement pour les différents essais mécaniques

Les tenseurs des déformations plastiques théoriques des essais réalisés sont rappelés :

- pour un essai de traction uniaxiale (25) :

$$\bar{\varepsilon}^{\text{II}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_I & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{II} = \frac{-\varepsilon_I}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{III} = \frac{-\varepsilon_I}{2} \end{pmatrix} \quad (25)$$

- pour un essai en déformation plane (26) :

$$\bar{\bar{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_I & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{II} = 0 & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{III} = -\varepsilon_I \end{pmatrix} \quad (26)$$

- pour un essai d'expansion biaxiale équilibrée (27) :

$$\bar{\bar{\varepsilon}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_I & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{II} = \varepsilon_I & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{III} = -2\varepsilon_I \end{pmatrix} \quad (27)$$

Les trajets de chargement sont caractérisés par le paramètre β défini comme le rapport entre la déformation mineure ε_{II} et la déformation majeure ε_I . A l'aide des différents tenseurs des déformations décrits précédemment les valeurs théoriques β_{th} peuvent être calculées pour chaque type d'essai. Une valeur de -0,5 caractérise l'essai de traction, une valeur de 0 pour la déformation plane et une valeur de 1 pour l'expansion biaxiale équilibrée. Les valeurs de β sont déterminées sur toute la plage de déformation plastique.

Les trajets de chargement expérimentaux pour différents rapports t/d sont présentés pour le cuivre (Figure 56 (a)) et pour le nickel (Figure 56 (b)). Pour la traction et pour l'expansion biaxiale équilibrée, le chargement est proportionnel indépendamment du niveau de déformation. Concernant la déformation plane, l'essai commence par une étape d'expansion due aux effets combinés du contact sphérique entre le poinçon et la tôle et de la faible limite élastique des deux matériaux recuits. Aux déformations plus élevées le trajet de chargement tend vers une déformation mineure nulle comme souhaitée pour l'essai en déformation plane.

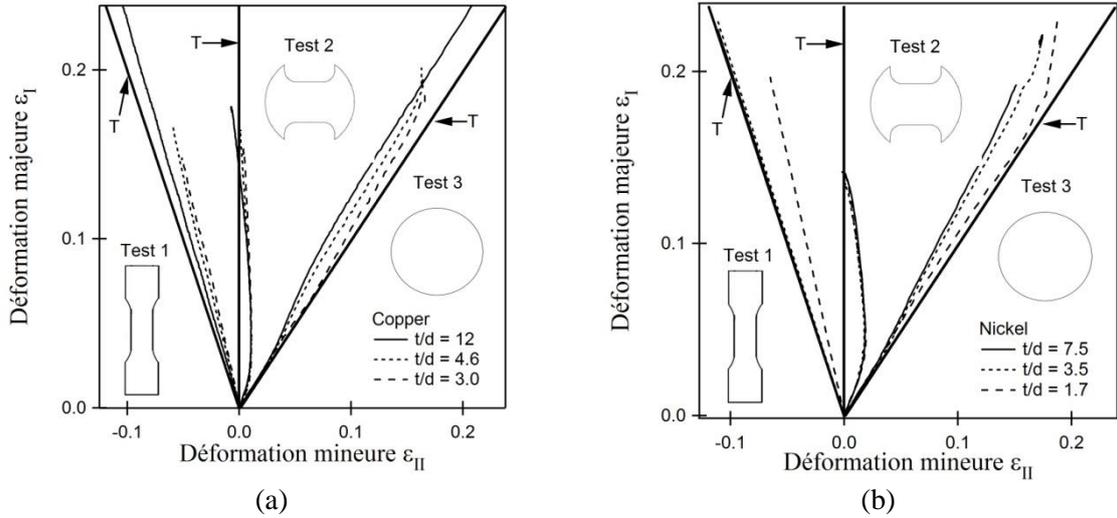


Figure 56 : Influence du rapport t/d sur le trajet de chargement expérimental pour le cuivre (a) et pour le nickel (b) et pour chaque essai. T correspond au trajet de chargement théorique.

Le tableau 6 présente les valeurs expérimentales de β pour chaque type d'essai sur les échantillons avec des rapports t/d variables et pour les deux matériaux. La valeur moyenne de β pour les différents rapports t/d , nommée $\bar{\beta}$, est aussi présentée dans le tableau et comparée à la valeur théorique.

L'effet du nombre de grains dans l'épaisseur semble plus marqué pour l'expansion biaxiale que pour la traction et la déformation plane. Cette variation peut être due à des effets intrinsèques associés aux modifications des propriétés du matériau, tels que ceux décrits dans les chapitres précédents, mais aussi à l'apparition progressive d'une anisotropie plastique normale lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est réduit. Afin d'étudier ces deux effets distincts, l'anisotropie plastique normale moyenne \bar{r} est introduite par l'équation (28) :

$$\bar{r} = \frac{\overline{\epsilon_{II}}}{\overline{\epsilon_{III}}} \quad (28)$$

où $\overline{\epsilon_{II}}$ et $\overline{\epsilon_{III}}$ sont les déformations plastiques moyennées sur toute la partie plastique du trajet de chargement. En utilisant l'équation (24) et en considérant une isotropie planaire, du fait que les échantillons ne présentent pas de texture dans le plan de la tôle, l'anisotropie plastique normale moyenne peut être obtenue simplement avec l'essai de traction réalisé parallèlement à la direction de laminage à l'aide d'extensomètres virtuels positionnés dans

le sens longitudinal (parallèle à DL pour obtenir ε_I) et dans le sens transverse (parallèle à DT pour obtenir ε_{II}), disponibles sur le logiciel Aramis.

	t/d	Traction $\beta_{rh} = -0,5$		Déformation plane $\beta_{rh} = 0$		Expansion biaxiale équilibrée $\beta_{rh} = 1$	
		β	$\bar{\beta}$	β	$\bar{\beta}$	β	$\bar{\beta}$
Cuivre	17	-0,45	-0,39	0,16	0,17	0,91	0,88
	12	-0,43		0,11		0,86	
	8,3	-0,40		0,14		0,91	
	4,6	-0,36		0,19		0,89	
	3,0	-0,32		0,20		0,96	
	2,6	-0,38		0,21		0,76	
Nickel	7,5	-0,50	-0,45	0,16	0,17	0,86	0,84
	6,8	-0,50		0,17		0,72	
	6,2	-0,49		0,14		0,85	
	4,3	-0,49		0,15		0,94	
	3,5	-0,49		0,14		0,85	
	2,8	-0,43		0,21		0,81	
	2,4	-0,39		0,19		0,76	
	1,7	-0,33		0,17		0,94	

Tableau 6 : Valeurs numériques du paramètre β caractéristiques du trajet de chargement pour les deux matériaux et pour les différents rapports t/d. β_{rh} correspond à la valeur théorique et $\bar{\beta}$ correspond à la valeur moyenne.

3.2.3.2 Effets de taille sur les propriétés mécaniques

La figure 57 présente des exemples de cartographies des champs d'iso-déformations mesurées par corrélation d'images pour l'état de déformation plane et pour l'expansion biaxiale. Ces cartographies sont données pour le cuivre et le nickel et pour deux rapports t/d représentatifs situés de part et d'autre de $(t/d)_c$. La distribution maximale de déformation est localisée au centre du flan représenté en rouge sur les cartographies. C'est dans cette ROI que la valeur de déformation est relevée. Lorsque le niveau de déformation augmente, les isovaleurs de déformations apparaissent de manière circulaire pour l'essai biaxial et deviennent progressivement elliptiques dans le cas de la déformation plane.

Afin de prendre en compte l'effet de l'anisotropie plastique normale citée précédemment, la déformation plastique équivalente ε_{eq} est calculée à l'aide du critère de Hill [98, 99] pour des conditions de contraintes planes et pour l'anisotropie plastique normale pure, comme le décrit l'équation (29) :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{1 + \bar{r}}{\sqrt{(1 + 2\bar{r})}} \sqrt{(\varepsilon_I^2 + \varepsilon_{II}^2 + \frac{2\bar{r}}{1 + \bar{r}} \varepsilon_I \varepsilon_{II})} \quad (29)$$

Les valeurs calculées des déformations plastiques équivalentes sont présentées sur la figure 57 pour les deux matériaux et leurs rapports t/d respectifs.

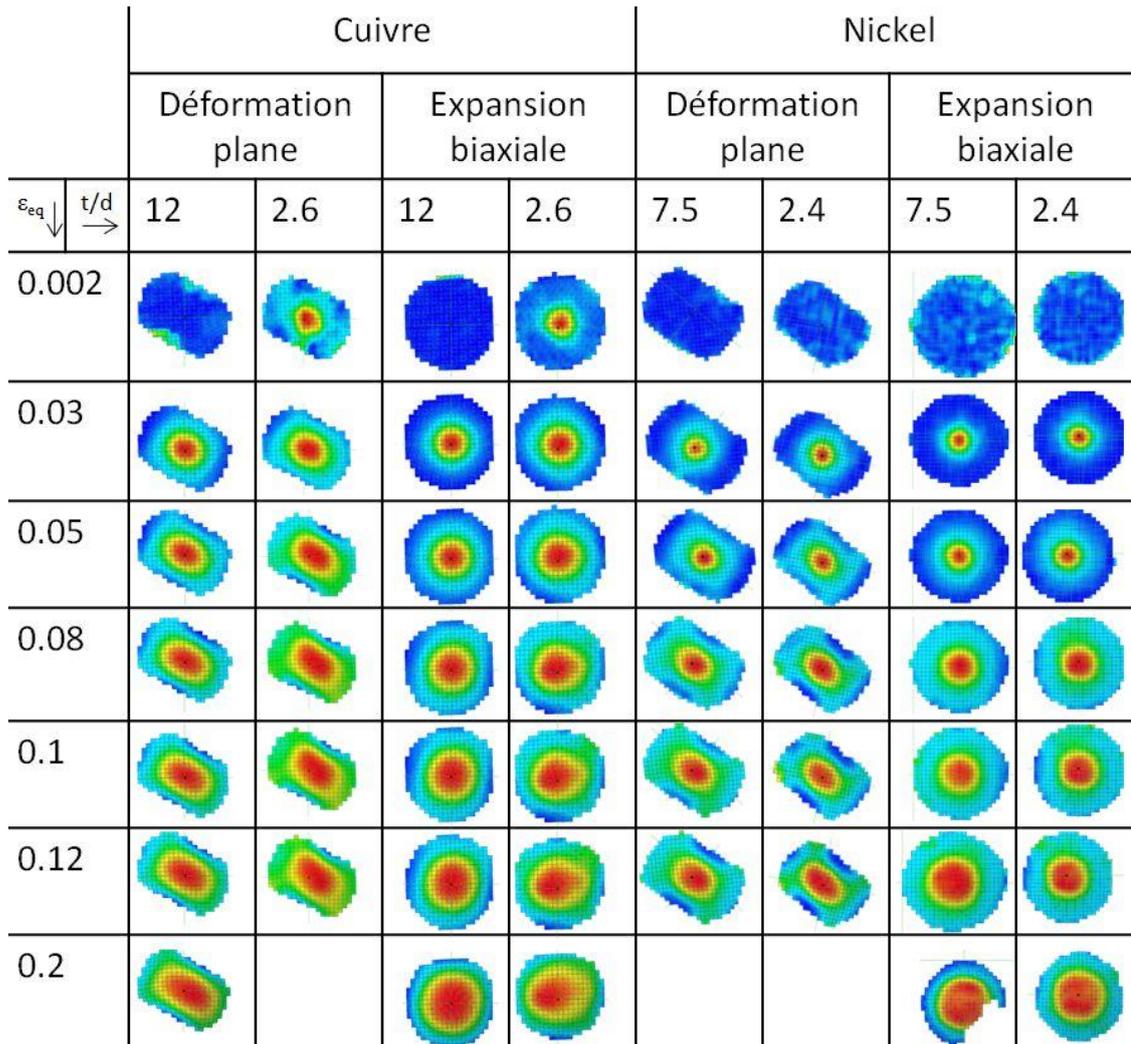


Figure 57 : Exemples de cartographies d'iso-déformations pour la déformation plane et l'expansion biaxiale, obtenues par la technique de corrélation d'image pour le cuivre et pour le nickel. Les valeurs de t/d présentées sont situées de part et d'autre du rapport (t/d)_c. ε_{eq} est la déformation plastique équivalente calculée dans la ROI avec le critère de Hill.

La figure 58 montre la force appliquée par le poinçon sur le flan en fonction du déplacement du poinçon pour trois valeurs de t/d, pour les deux chargements complexes, pour le cuivre (Figure 58 (a)) et pour le nickel (Figure 58 (b)). L'observation de ces courbes montre que la force croît lorsque la taille de grains est affinée. Pour les déplacements de poinçon importants, un gap peut être observé entre les courbes obtenues pour des rapports

$t/d < (t/d)_c$ et celles obtenues pour les rapports $t/d > (t/d)_c$. Cependant cette sensibilité au nombre de grains dans l'épaisseur est moins prononcée dans le cas du nickel que dans le cas du cuivre.

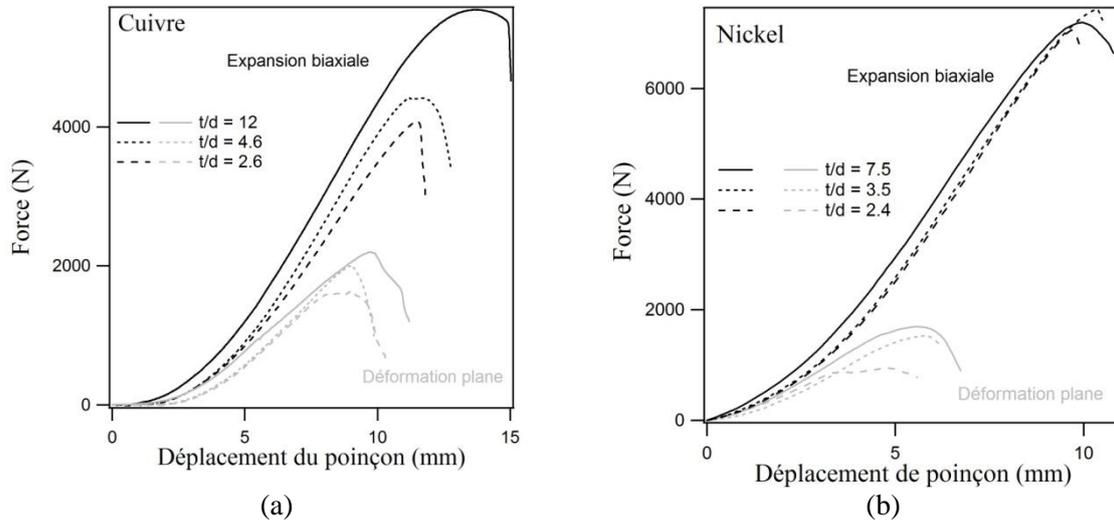


Figure 58 : Courbes force-déplacement correspondantes aux essais Nakazima pour trois rapports t/d . En gris est présenté l'essai de déformation plane et en noir l'essai d'expansion biaxiale. (a) pour le cuivre et (b) pour le nickel.

La force de poinçon est mesurée à différents niveaux de déformations plastiques équivalentes dans la ROI des différents échantillons. A ces niveaux de déformations correspondent des déplacements de poinçon et grâce aux courbes de la figure 58 il est possible d'obtenir la force pour ces différents niveaux (Annexe A.3.3). La figure 59 présente la force à différents niveaux de ε_{eq} en fonction du nombre de grains dans l'épaisseur pour l'essai de déformation plane (Figures 59 (a-b)) et pour l'expansion biaxiale (Figures 59 (c-d)). Comme il a été observé lors de l'étude de la loi de Hall-Petch, deux stades distincts sont identifiés à partir d'un niveau de déformation équivalente critique ε_{eq}^c . Pour les deux matériaux et quel que soit le trajet de chargement, la transition entre les stades apparaît pour une même valeur de $(t/d)_c$ d'environ quatre pour le nickel et d'environ six pour le cuivre.

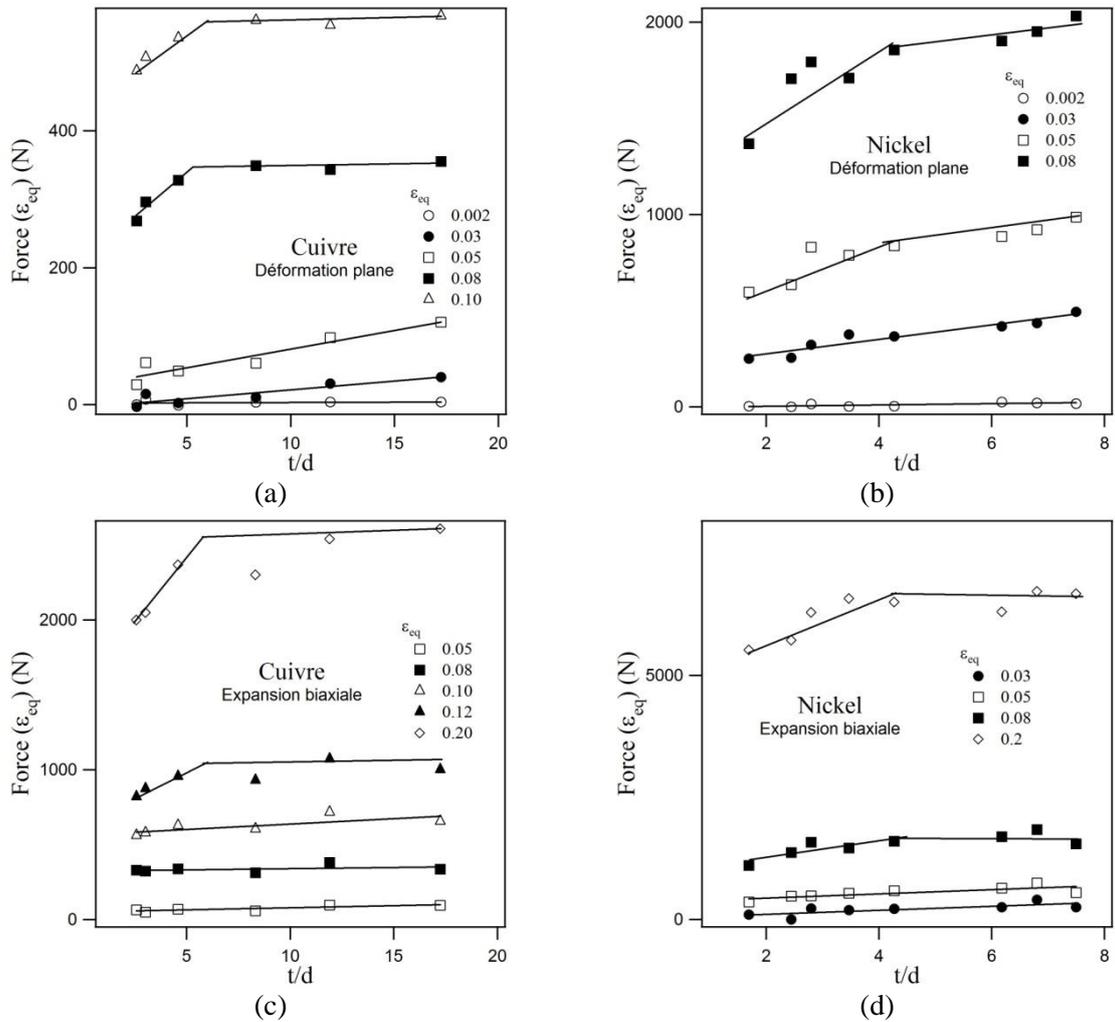


Figure 59 : Force de poinçonnage en fonction du rapport t/d pour différents niveaux de déformations plastiques équivalentes. Essai de déformation plane pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). Essai d'expansion biaxiale pour le cuivre (c) et pour le nickel (d).

Cependant la déformation équivalente critique ϵ_{eq}^c varie avec le trajet de chargement. La figure 60 montre que ϵ_{eq}^c est plus importante pour le chargement biaxial que pour le chargement en déformation plane qui elle-même est plus importante que dans le cas de la traction uniaxiale.

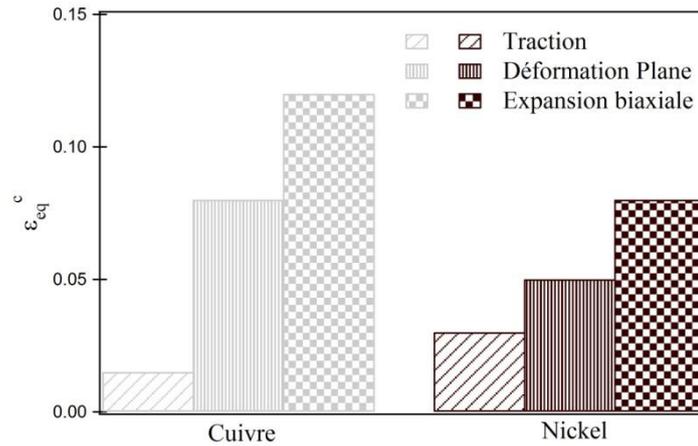


Figure 60 : Evolution de la déformation équivalente critique ϵ_{eq}^c avec le chargement pour les deux matériaux.

La figure 61 présente la différence de force entre la plus haute et la plus basse valeur de rapport t/d pour un niveau de déformation plastique équivalente de 0,012. L'effet de réduction de force entre un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin est plus prononcé pour les chargements complexes du fait de l'augmentation du paramètre β qui entraîne une sollicitation plus intense de l'épaisseur. Les effets de taille affectent les mécanismes de déformation dans l'épaisseur de la tôle et par conséquent ont un impact sur l'anisotropie plastique normale. En outre, l'effet du chargement sur l'adoucissement du comportement est fortement influencé par l'énergie de faute d'empilement. Pour le cuivre, avec une γ_{EFE} faible comparée à celle du nickel, l'effet du chargement sur l'adoucissement est plus prononcé.

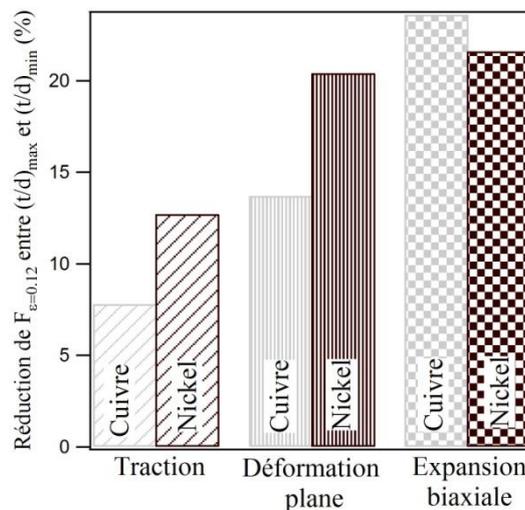


Figure 61 : Influence du chargement sur la réduction de force entre les échantillons avec le plus haut et le plus bas rapport t/d pour une déformation plastique équivalente de 0,012.

Afin de quantifier la variation d'épaisseur des échantillons, des sections longitudinales des flans sont réalisées après une déformation plastique $\varepsilon_{eq} = \varepsilon_{eq}^c$ mesurée au centre de la ROI. Ces sections sont illustrées par la figure 62 (a). Des mesures d'épaisseur à intervalles réguliers sont réalisées selon le positionnement schématisé sur la figure. Comme il était prévisible le maximum de réduction d'épaisseur se localise pour tous les échantillons au centre du flan déformé, dans la ROI. La variation maximale d'épaisseur est présentée pour les deux matériaux, les deux chargements complexes et pour les différents rapports t/d, sur la figure 62 (b).

L'évolution de \bar{r} , calculée à l'aide de l'équation (28), en fonction du nombre de grains dans l'épaisseur est présentée sur la figure 62 (c) pour les deux matériaux. L'anisotropie plastique normale est fortement affectée par le rapport t/d, en accord avec les travaux de Kals *et al.* [100]. La modification de cette anisotropie plastique normale est beaucoup plus prononcée dans le cas du nickel que dans le cas du cuivre.

La réduction d'épaisseur apparaît de façon plus importante pour les échantillons les plus anisotropes ainsi que pour les chargements ayant un fort caractère biaxial.

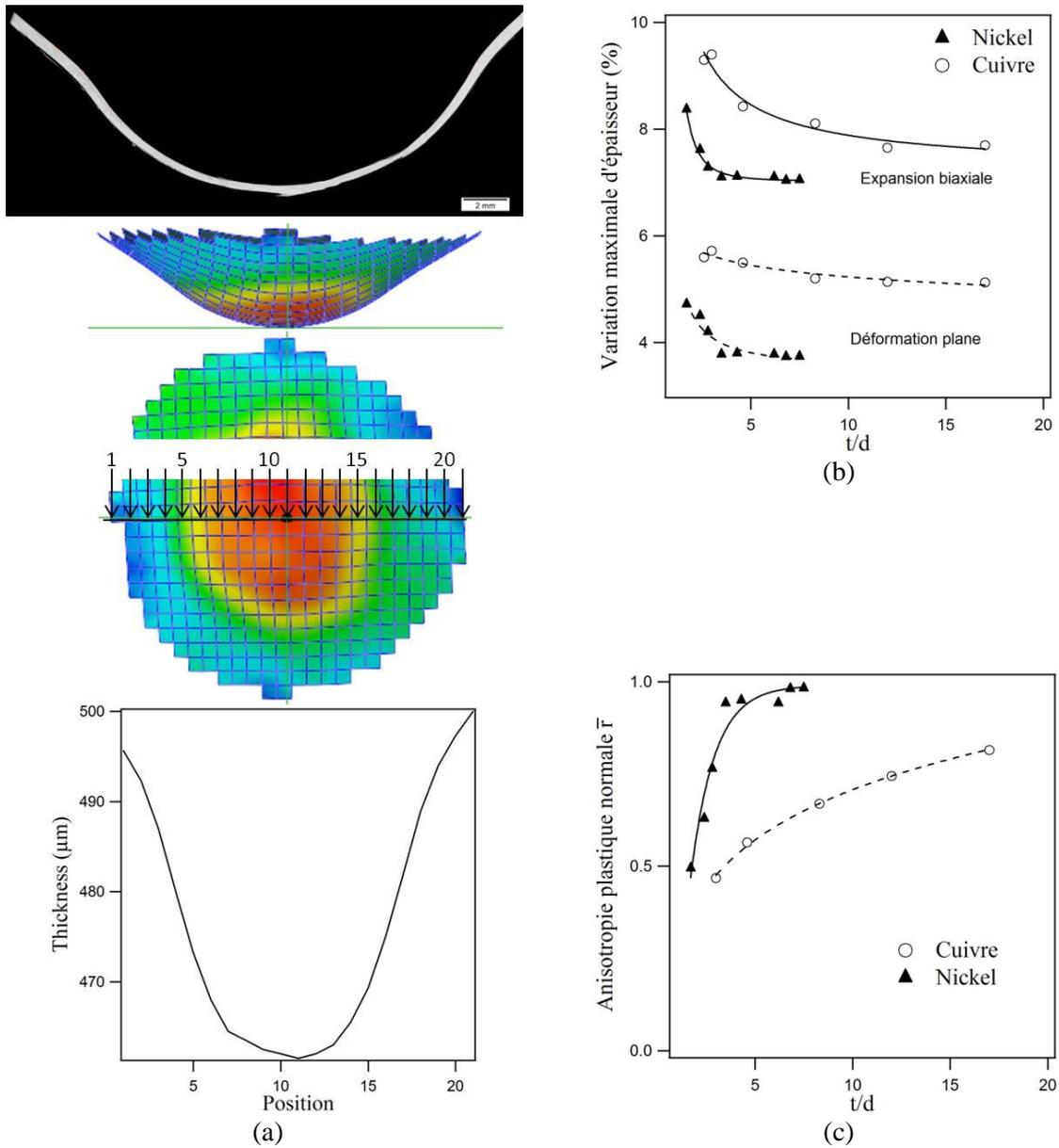


Figure 62 : Illustration de la méthodologie de mesure de réduction d'épaisseur (a). Influence du rapport t/d sur la variation maximale d'épaisseur pour les échantillons déformés au niveau critique de déformation plastique équivalente (b). Evolution de l'anisotropie plastique normale \bar{r} en fonction du rapport t/d (c).

3.2.4 Analyse des résultats

3.2.4.1 Influence du taux de triaxialité

Le rapport $(t/d)_c$ est indépendant du trajet de chargement et peut être considéré comme la limite du domaine polycristallin. Ce paramètre permet d'assurer un processus de déformation fiable. La détérioration des propriétés mécaniques apparaît pour un niveau critique de déformation équivalente ε_{eq}^c qui est fortement dépendant du trajet de chargement. Le trajet de chargement est représenté par le paramètre β qui est fonction des composantes du tenseur des déformations. En prenant en compte l'expression du taux de triaxialité η défini par l'équation (30), il est possible d'analyser nos résultats à l'aide de ce paramètre.

$$\eta = \frac{\sigma_h}{\sigma_{eq}} \quad (30)$$

σ_h représente la contrainte hydrostatique et σ_{eq} est la contrainte équivalente représentative du tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$. Dans le cas de déformations en contrainte plane, le tenseur des contraintes peut être exprimé par l'équation (31) :

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_I & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{II} = \alpha\sigma_I & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{III} = 0 \end{pmatrix} \quad (31)$$

où σ_I et σ_{II} sont les contraintes principales. Le paramètre α est défini comme le rapport entre σ_{II} et σ_I . La contrainte hydrostatique σ_h utilisée dans l'équation (30) peut s'écrire en fonction de ce paramètre α comme le montre l'équation (32) :

$$\sigma_h = \frac{1}{3} Tr(\bar{\sigma}) = \frac{\sigma_I}{3} (1 + \alpha) \quad (32)$$

Les valeurs théoriques du taux de triaxialité η pour les trois essais réalisés sont : $\eta = 1/3$ pour la traction monotone, $\eta = (1/3)^{1/2}$ pour la déformation plane et $\eta = 2/3$ pour

l'expansion biaxiale équilibrée. Ces valeurs peuvent être considérées comme des valeurs théoriques, calculées avec le formalisme de von Mises dans l'hypothèse d'un matériau aux propriétés mécaniques parfaitement isotrope ($\bar{r} = 1$). Cependant, pour prendre en compte l'anisotropie normale plastique développée par nos échantillons, il est nécessaire d'utiliser la contrainte équivalente de Hill [101], exprimée par l'équation (33) :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma_I^2 - \frac{2\bar{r}}{1+\bar{r}}\sigma_I\sigma_{II} + \sigma_{II}^2} \quad (33)$$

En se plaçant dans le cas des déformations en contrainte plane, d'un chargement proportionnel et en utilisant la surface de charge de Hill pour l'anisotropie plastique normale pure et les lois associées, il est possible de relier le trajet de chargement au taux de triaxialité. Pour ce faire, le paramètre α est exprimé en fonction de \bar{r} et de β (équation 34) comme il est rappelé dans les travaux de Marciniak *et al.* [101].

$$\alpha = \frac{\sigma_{II}}{\sigma_I} = \frac{\bar{r} + \beta(1 + \bar{r})}{1 + \bar{r}(1 + \beta)} \quad (34)$$

En combinant les équations (30), (33) et (34), le taux de triaxialité η peut être écrit en fonction du paramètre α . Cette relation est décrite par l'équation (35) :

$$\eta = \frac{1 + \alpha}{3 \times \sqrt{1 + \frac{2\bar{r}}{1 + \bar{r}}\alpha + \alpha^2}} \quad (35)$$

Le tableau 7 répertorie les valeurs expérimentales de $\bar{\eta}$ qui représente la moyenne de η pour tous les rapports t/d, et l'erreur relative $\Delta\eta$ par rapport à la valeur théorique η_{th} . Le taux de triaxialité n'affecte pas le rapport $(t/d)_c$ et prend des valeurs proches des valeurs théoriques. Par conséquent, l'anisotropie due à la présence d'un faible nombre de grains dans l'épaisseur de la tôle, n'affecte sensiblement pas l'état de contrainte mécanique mais modifie considérablement la réponse du matériau en termes de déformations plastiques équivalentes.

	Cuivre			Nickel		
	Traction	Déformation Plane	Expansion Biaxiale Equilibrée	Traction	Déformation Plane	Expansion Biaxiale Equilibrée
$(t/d)_c$	6			4,2		
ε_{eq}^c	0,015	0,08	0,12	0,03	0,05	0,08
$\bar{\eta}$	0,33	0,55	0,60	0,33	0,58	0,64
η_{th}	1/3	$(1/3)^{1/2}$	2/3	1/3	$(1/3)^{1/2}$	2/3
$\Delta\eta$ (%)	0	5,2	9,3	0	1,1	4,4

Tableau 7 : Valeurs du nombre de grains critique dans l'épaisseur $(t/d)_c$ et leurs niveaux de déformations critique associés ε_{eq}^c . $\bar{\eta}$ est le taux de triaxialité moyen pour tous les rapports t/d , η_{th} est la valeur théorique du taux de triaxialité dans l'hypothèse d'un matériau isotrope et $\Delta\eta$ est l'erreur relative entre les deux valeurs.

3.2.4.2 Proposition d'une courbe de synthèse

Les résultats de cette partie révèlent que le nombre de grains dans l'épaisseur affecte fortement le comportement mécanique en micro-formage pour les produits minces de cuivre et de nickel. La figure 63 synthétise par une représentation originale les résultats les plus importants. En utilisant une représentation similaire à celle utilisée pour les Courbes Limites de Formage, les trajets de déformations expérimentaux sont représentés pour deux valeurs de t/d supérieures à $(t/d)_c$, (Figure 63 (a)) pour le cuivre et (Figure 63 (b)) pour le nickel, et pour deux valeurs de t/d inférieures à $(t/d)_c$, figures 63 (c-d). De plus, les isovaleurs ε_{eq}^c sont représentées par des ellipses dans le formalisme de Hill, pour chaque rapport t/d . L'intersection entre le trajet de chargement et ces isovaleurs délimite deux domaines qui sont illustrés pour le cuivre (Figure 63 (c)) et pour le nickel (Figure 63 (d)). La partie en gris clair est représentative du domaine polycristallin où la loi de Hall-Petch est respectée et le matériau se comporte comme un matériau massif. Pour $t/d > (t/d)_c$, ce stade est le seul qui existe comme le montrent les figures 63 (a-b). Lorsque $t/d < (t/d)_c$, un second domaine représenté en gris foncé est à prendre en compte. Il correspond au comportement multicristallin caractérisé par la réduction de force de la figure 61 qui résulte de la modification du comportement mécanique due aux effets de taille.

3.2. Influence du trajet de chargement

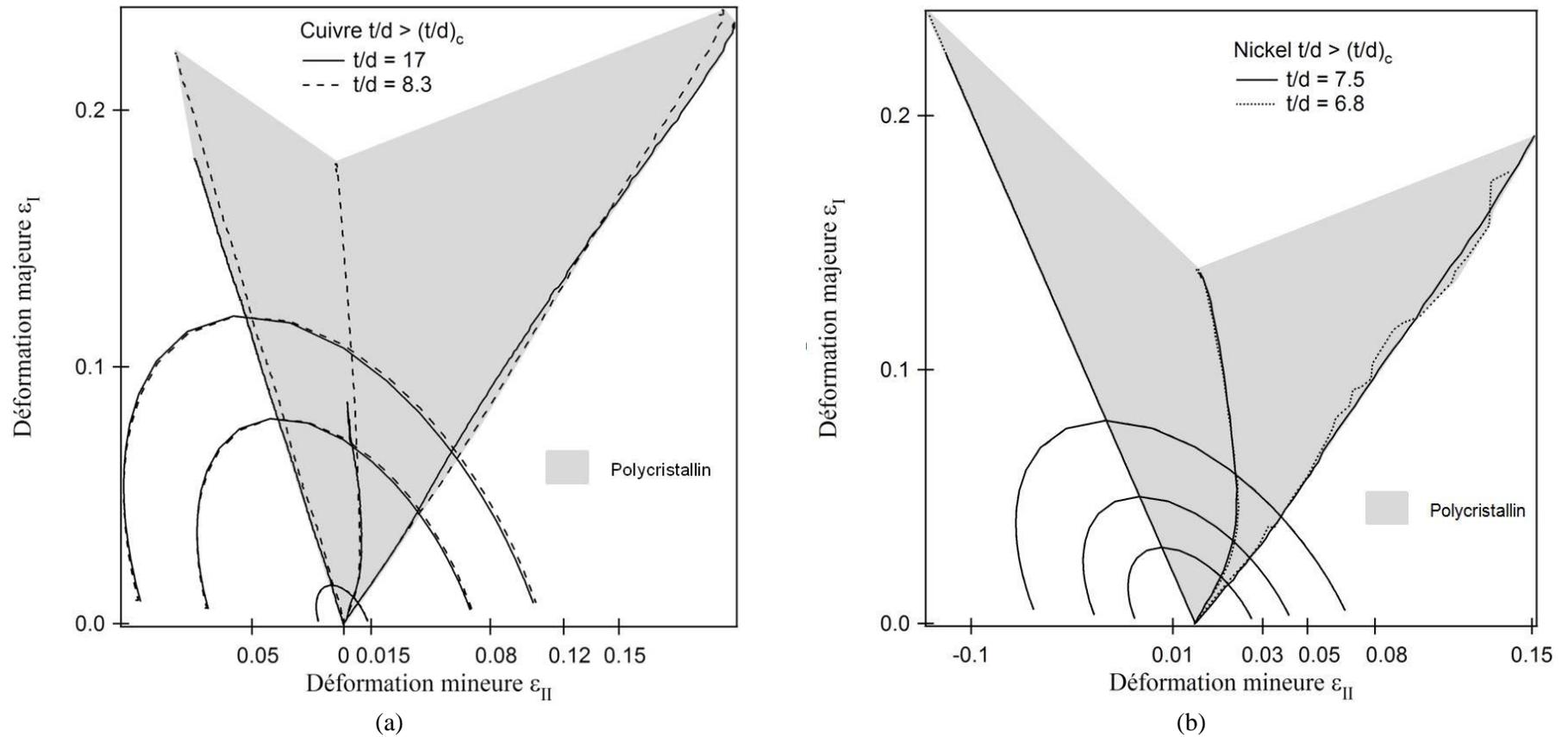
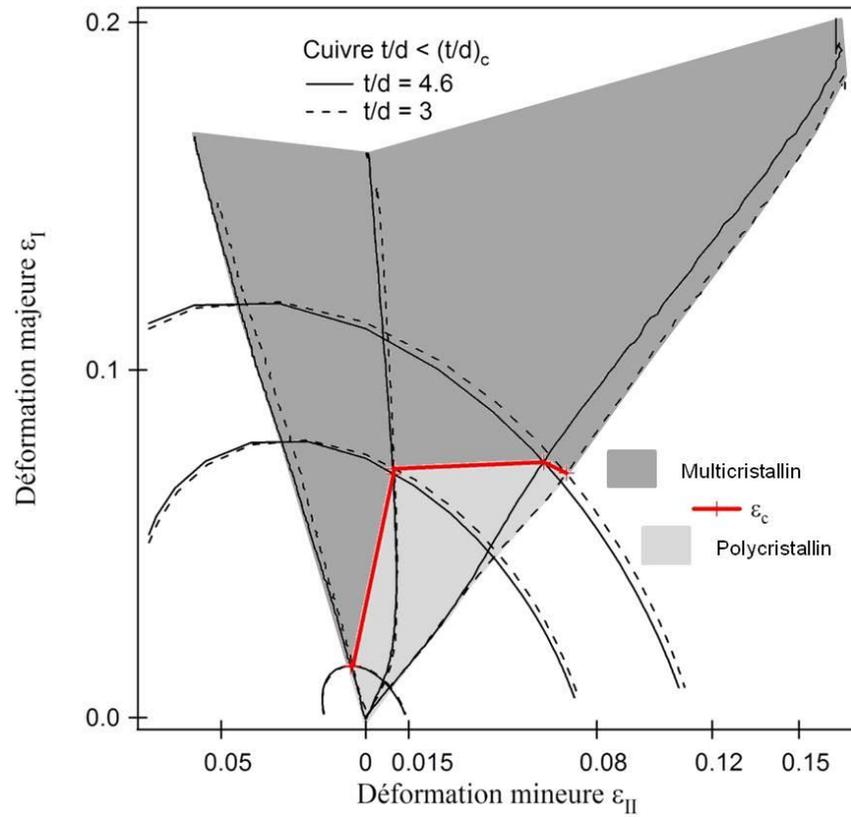
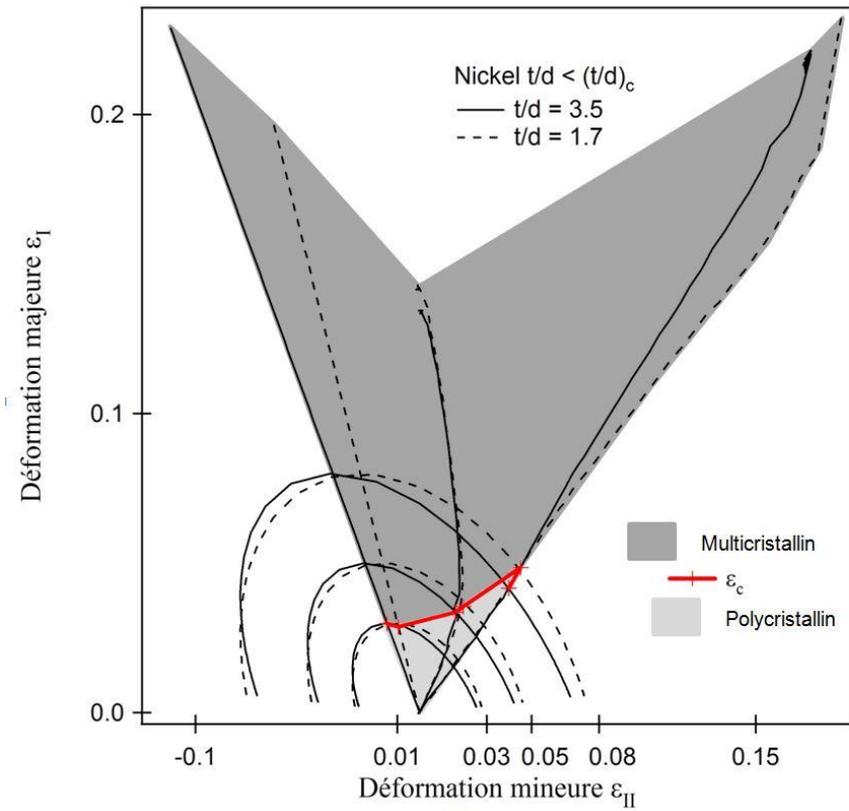


Figure 63 : Cartes des effets de taille basées sur les courbes limites de formage pour trouver les conditions optimales de microformage [102]. Cas de $t/d > (t/d)_c$ pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).

3.2. Influence du trajet de chargement



(c)



(d)

Figure 63 (suite) : Cartes des effets de taille basées sur les courbes limites de formage pour trouver les conditions optimales de microformage [102]. Cas de $t/d < (t/d)_c$ pour le cuivre (c) et pour le nickel (d).

3.2.5 Synthèse

L'étude des effets de taille durant le microformage concernant les polycristaux de cuivre et de nickel d'épaisseur 500 μm et de tailles de grains variables, sollicités à température ambiante a permis de mettre en avant les résultats suivants :

- D'un point de vue macroscopique, l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur peut être décrit avec l'évolution de l'anisotropie plastique normale.
- Une bonne corrélation entre le rapport t/d et la réduction maximale d'épaisseur peut être utilisée pour estimer la formabilité des produits minces.
- La modification du comportement mécanique apparaît lorsque $t/d < (t/d)_c$. Ce rapport critique est dépendant de l'énergie de faute d'empilement mais est indépendant du trajet de chargement.
- La transition apparaît pour un niveau de déformation critique équivalente ε_{eq}^c qui est dépendant de γ_{EFE} et du trajet de chargement.
- L'adoucissement provoqué par une réduction du nombre de grains dans l'épaisseur dépend du chargement.
- Les cartographies de la figure 63 ont permis d'intégrer la prise en compte des effets de taille sur des courbes CLF couramment utilisées dans le monde industriel.

4 Comportement mécanique en température

Pour cette seconde série d'essais, l'effet de la température sur le comportement mécanique en traction est étudié. Un intérêt particulier est porté sur l'influence de ce paramètre sur la transition polycristal – multicristal. L'étude de la loi de Hall et Petch et de l'écroutissage sont les outils utilisés pour essayer de comprendre comment la température peut modifier l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur sur le comportement mécanique.

4.1 Modification de la loi de Hall-Petch

L'apport des travaux à température ambiante montre l'importance du paramètre t/d au niveau industriel. Le but de ce chapitre est d'essayer de comprendre, à travers les mécanismes de déformation, si une mise en forme à des températures modérées peut permettre de minimiser la modification du comportement entre des polycristaux et des multicristaux. Sachant que cette modification entraîne une diminution du niveau de contrainte lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique, l'influence de la température sur ce rapport $(t/d)_c$ va constituer l'intérêt principal de ce chapitre. L'autre paramètre important est la déformation à laquelle intervient cette modification comportementale. Il s'avère donc nécessaire d'étudier l'influence de la température sur ce paramètre.

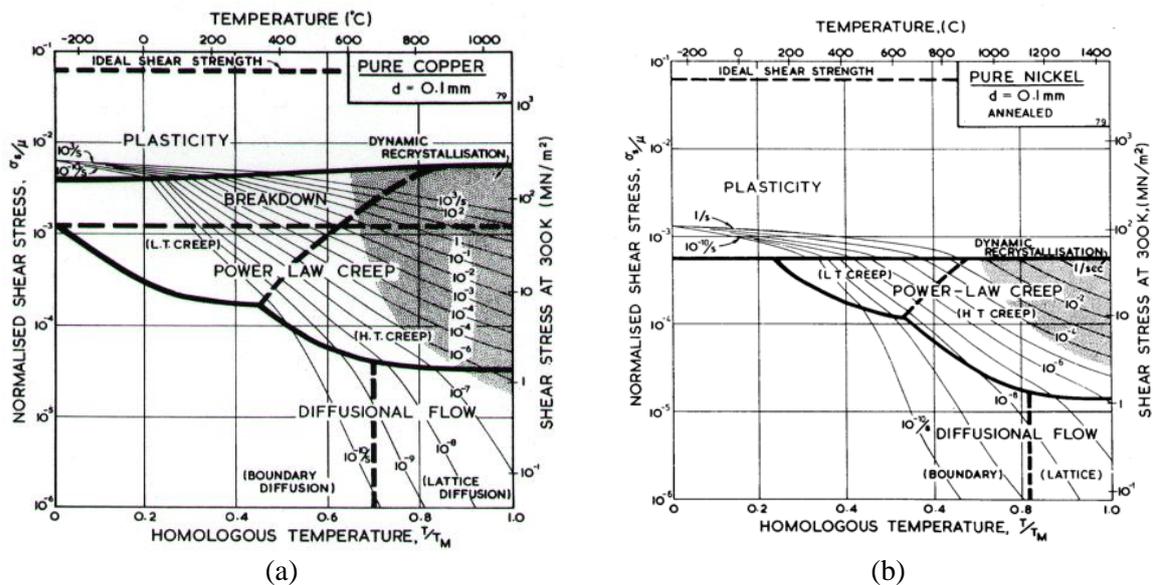


Figure 64 : Cartes d'Ashby relatant les modes de déformation selon la gamme de température pour le cuivre (a) et pour le nickel (b) [103].

L'analyse du comportement mécanique en température est réalisée sur des échantillons d'épaisseur constante $500 \mu\text{m}$ et de tailles de grains variables de façon similaire à l'étude à température ambiante. Les températures choisies sont comprises entre $-70 \text{ }^\circ\text{C}$ et $200 \text{ }^\circ\text{C}$. De plus, une étude à plus haute température (entre $300 \text{ }^\circ\text{C}$ et $500 \text{ }^\circ\text{C}$) est menée sur un échantillon polycristallin de cuivre ayant 17 grains dans l'épaisseur ainsi que sur un multicristal avec un rapport t/d de 2,6. Ces gammes de températures sont choisies pour une question de validité des lois d'érouissage. Classiquement, la plupart de ces lois,

s'appuyant sur l'évolution des structures de dislocations pour expliquer la variation du taux d'érouissage, sont valables jusqu'à des températures de l'ordre de la moitié de la température de fusion ($T_F(\text{Ni}) = 1455 \text{ °C}$ et $T_F(\text{Cu}) = 1085 \text{ °C}$). Les cartes d'Ashby de la figure 64 confirment que pour les températures choisies, les mécanismes de déformation des deux matériaux sont des mécanismes de plasticité [103].

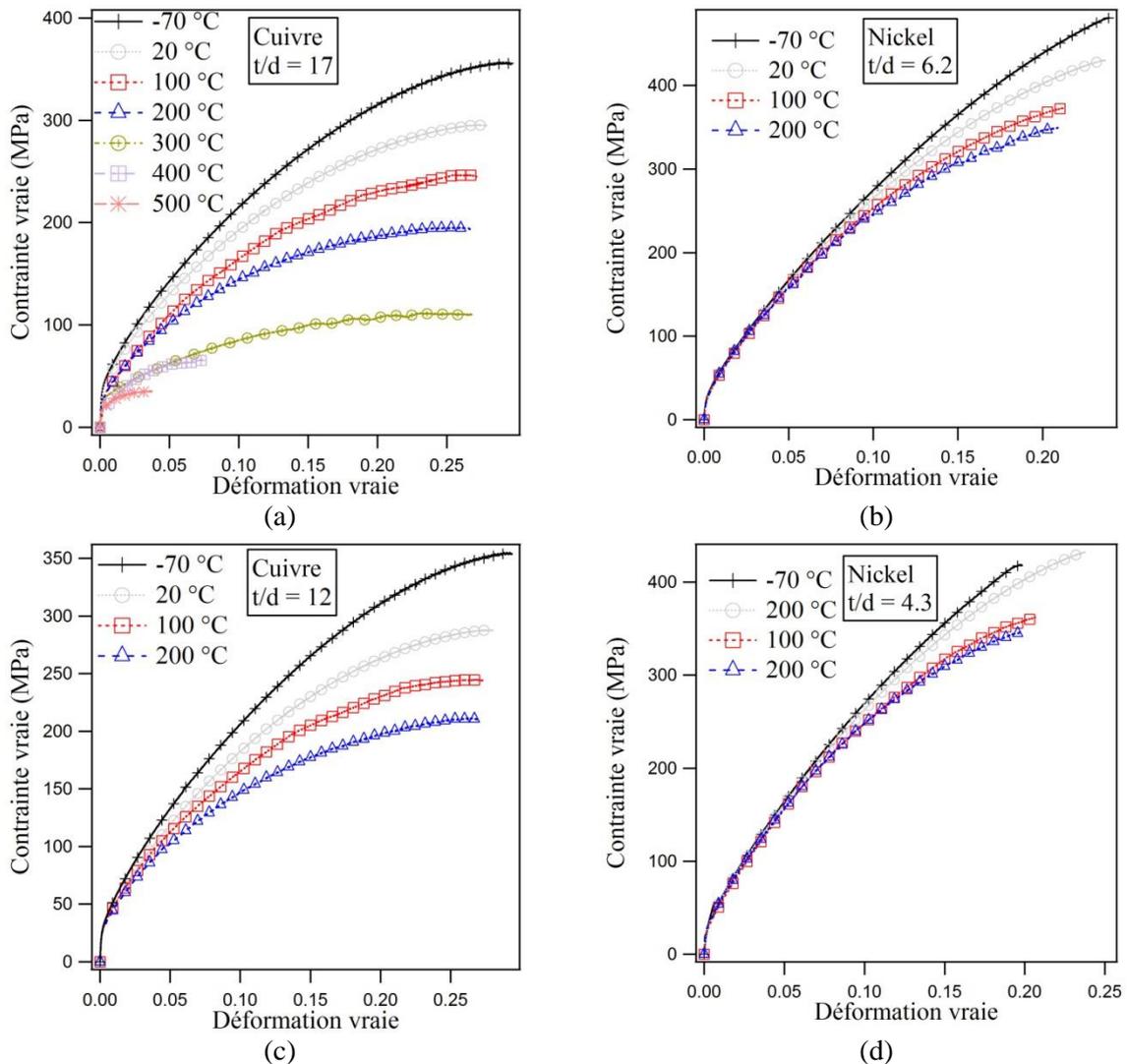
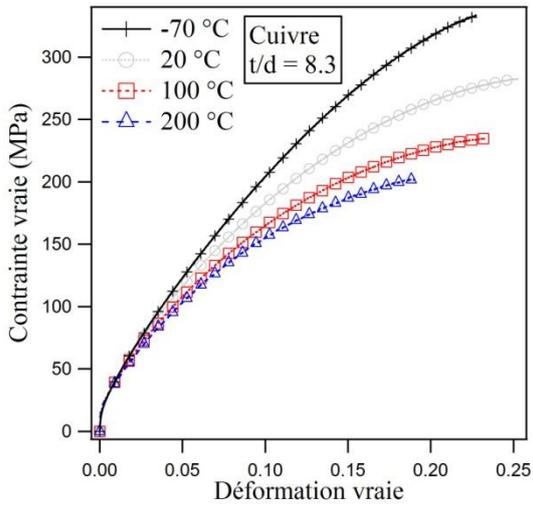
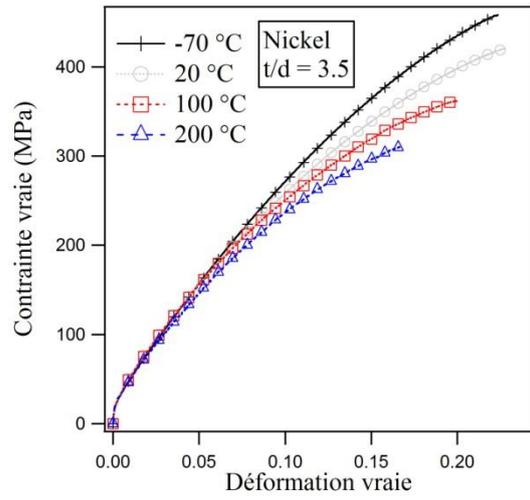


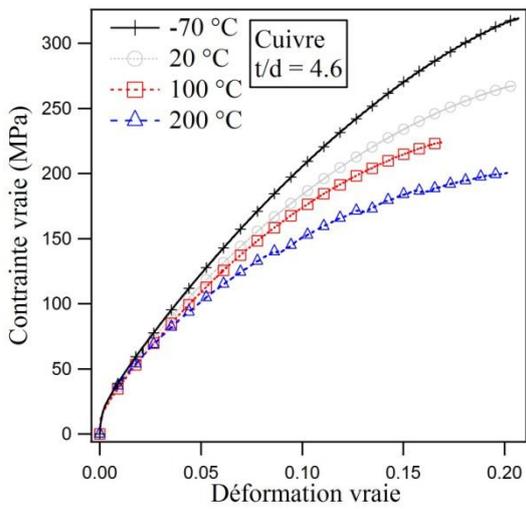
Figure 65 : Courbes de traction pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.



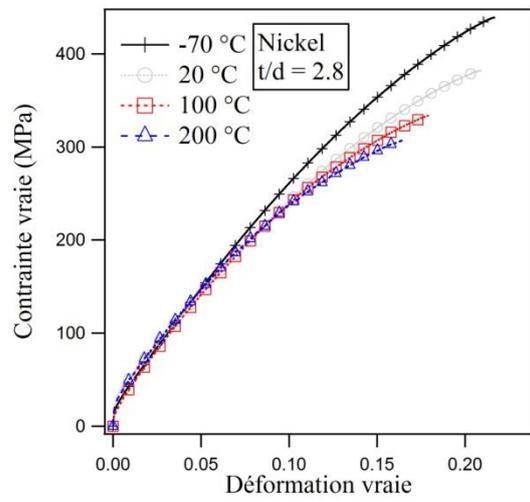
(e)



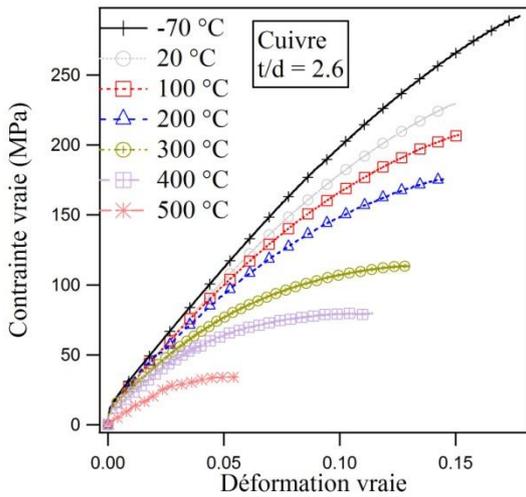
(f)



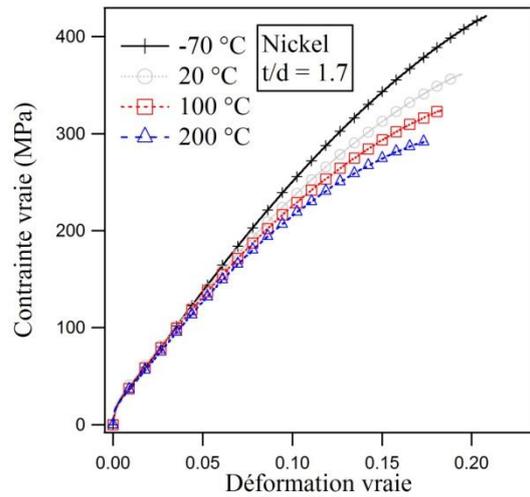
(g)



(h)



(i)



(j)

Figure 65 (suite): Courbes de traction pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.

La figure 65 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour les différentes températures, pour cinq rapports t/d et pour les deux matériaux. Une augmentation de la température provoque une diminution du niveau de contrainte quelle que soit la déformation, ainsi qu'une baisse de la déformation à rupture. L'effet de la température sur le niveau de contrainte paraît moindre dans le cas du nickel que du cuivre.

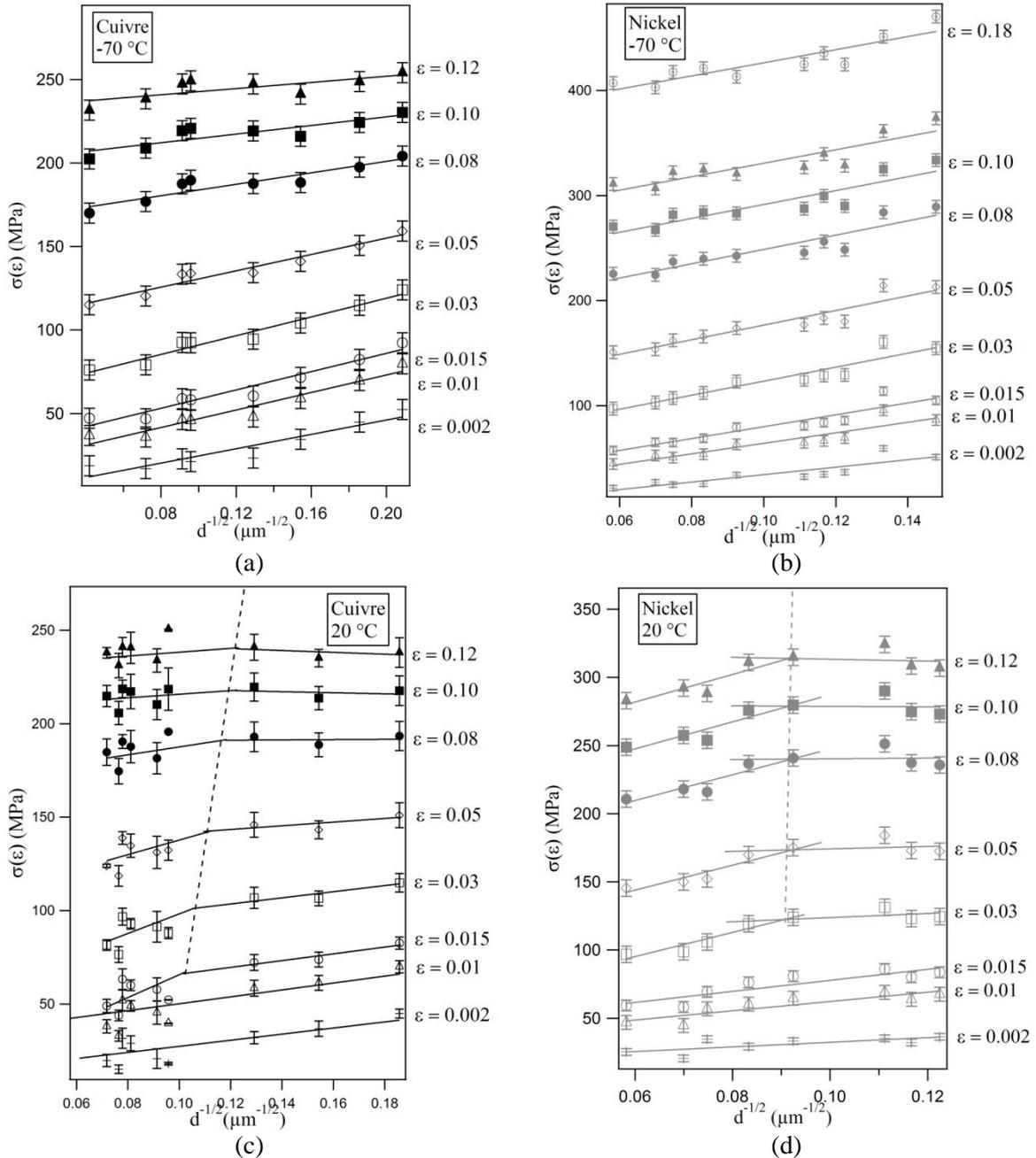


Figure 66 : Application de la loi de Hall-Petch à différents niveaux de déformations pour cinq températures comprises entre -70 °C et 200 °C pour le cuivre et le nickel.

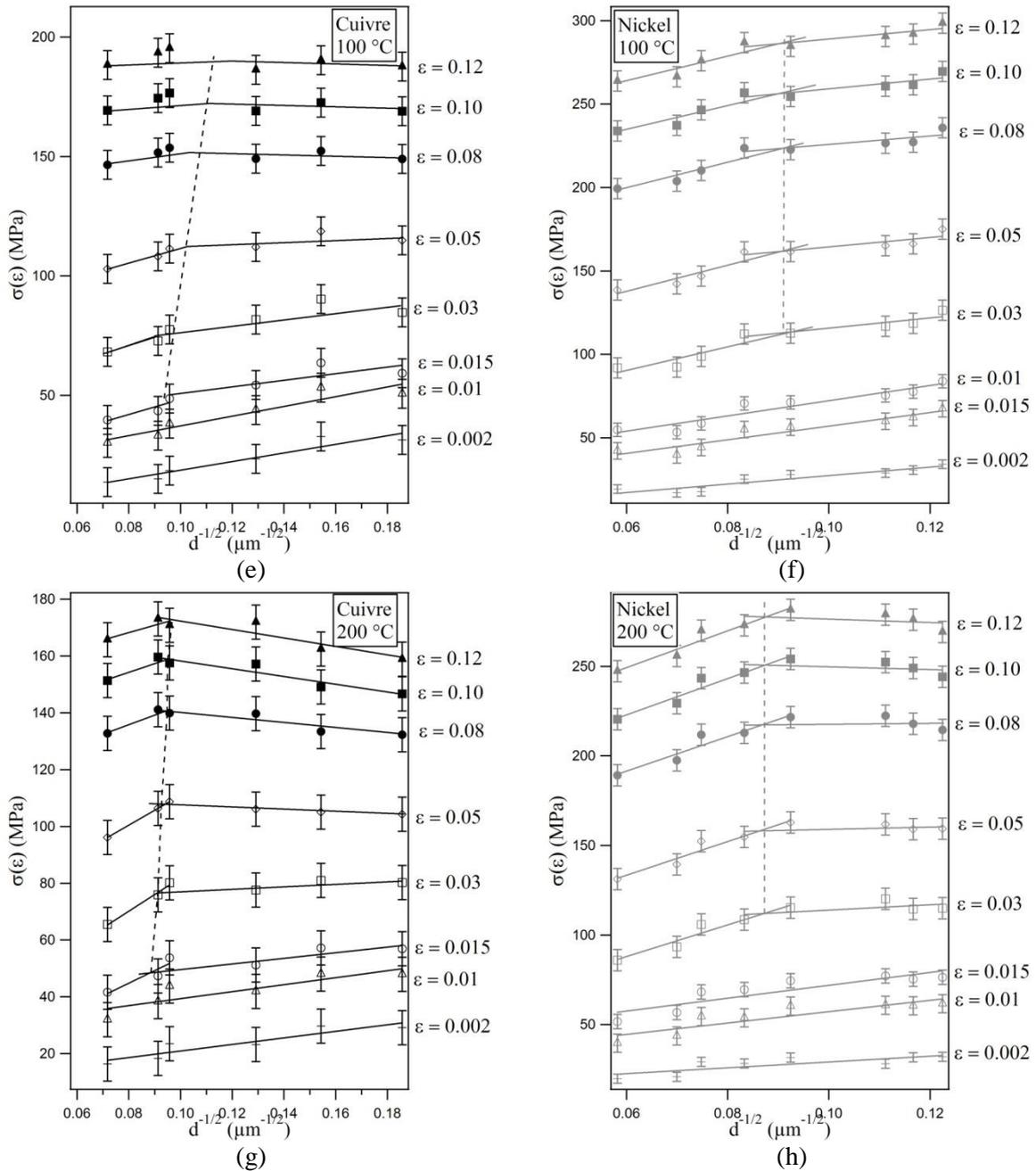


Figure 66 (suite) : Application de la loi de Hall-Petch à différents niveaux de déformations pour cinq températures comprises entre -70 °C et 200 °C pour le cuivre et le nickel.

L'effet de taille de grains sur le comportement mécanique est étudié entre -70 °C et 200 °C en utilisant le formalisme de Hall-Petch généralisé à plusieurs niveaux de déformation. La figure 66 présente l'application de ce formalisme pour les quatre températures et pour les deux matériaux d'étude.

L'adoucissement du comportement observé à température ambiante, pour un nombre de grains dans l'épaisseur inférieur à $(t/d)_c$, apparaît pour des températures supérieures à

20 °C. De plus quelle que soit la température, le niveau de déformation auquel survient l'adoucissement est le même que celui mis en évidence à l'ambiante (cf. $\epsilon_c(\text{Cu}) = 0,015$ et $\epsilon_c(\text{Ni}) = 0,03$). Cependant le rapport $(t/d)_c$ semble être modifié avec la température.

A -70 °C, la loi de Hall-Petch est respectée pour tous les niveaux de déformations et ne présente qu'un seul régime linéaire.

Afin de s'affranchir de l'évolution du module de cisaillement avec la température, les différents paramètres seront par la suite normalisés par $\mu(T)$. Il est rappelé que μ évolue avec la température selon la relation empirique ((12) page 58) donnée par Cai *et al.* [66].

La figure 67 donne l'évolution du paramètre k_{HP}^{P} pour le régime polycristallin en fonction de la déformation pour les différentes températures d'étude. Dans le cas du cuivre (Figure 67 (a)), la température provoque une diminution de ce paramètre, traduisant une diminution de la dépendance à la taille de grains du régime polycristallin. Cette diminution de la sensibilité est directement liée à l'activation thermique du glissement dévié et est observable pour tous les niveaux de déformation. Nos résultats montrent que la décroissance de k_{HP}^{P} est accrue lorsque la température augmente.

Dans le cas du nickel (Figure 67 (b)), la température n'a pas d'effet sur le paramètre k_{HP}^{P} pour les faibles déformations, jusqu'à $\epsilon = 0,015$. A partir d'une déformation de 0,03, la température réduit, comme dans le cas du cuivre la sensibilité à la taille de grains. La diminution de cette sensibilité à la taille de grains est de plus en plus forte lorsque la température augmente.

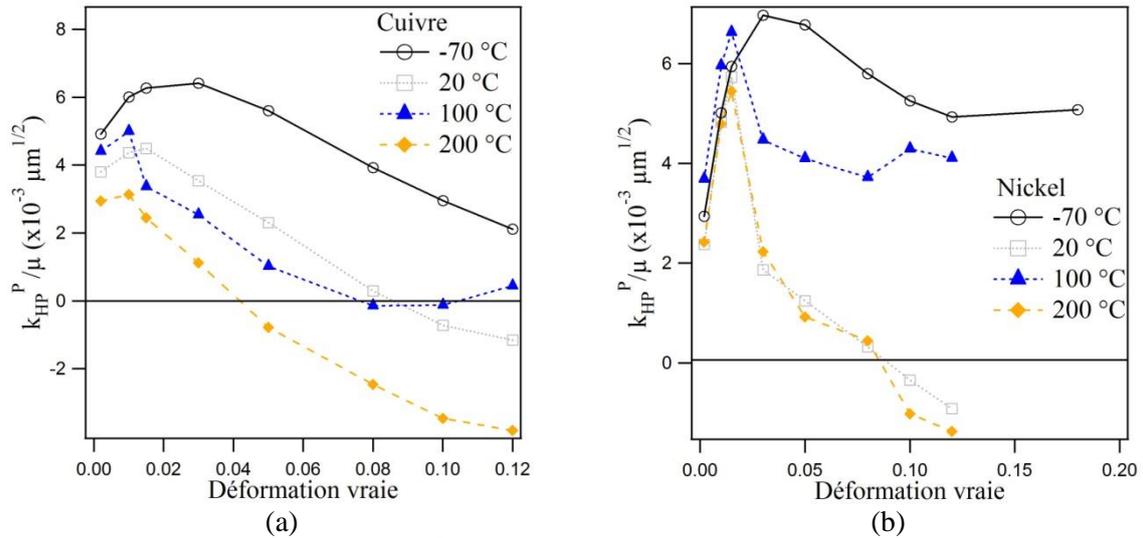


Figure 67 : Evolution du paramètre k_{HP}^P pour le domaine polycristallin (faibles tailles de grains) normalisé par μ avec la déformation pour différentes températures ((a) Cuivre, (b) Nickel)).

Les graphiques de la figure 68 présentent le rapport entre k_{HP}^M et k_{HP}^P pour le cuivre (Figure 68 (a)) et pour le nickel (Figure 68 (b)). L'augmentation de ce rapport est d'autant plus rapide que la température est élevée. La dépendance à la taille de grains du régime multicristallin n'étant quasiment pas affectée par la température, ce graphique montre que plus la température est élevée, plus la transition est marquée. Ce résultat amène à penser que plus la dépendance à la taille de grains est forte, moins les effets de surface seront visibles sans pour autant être absents.

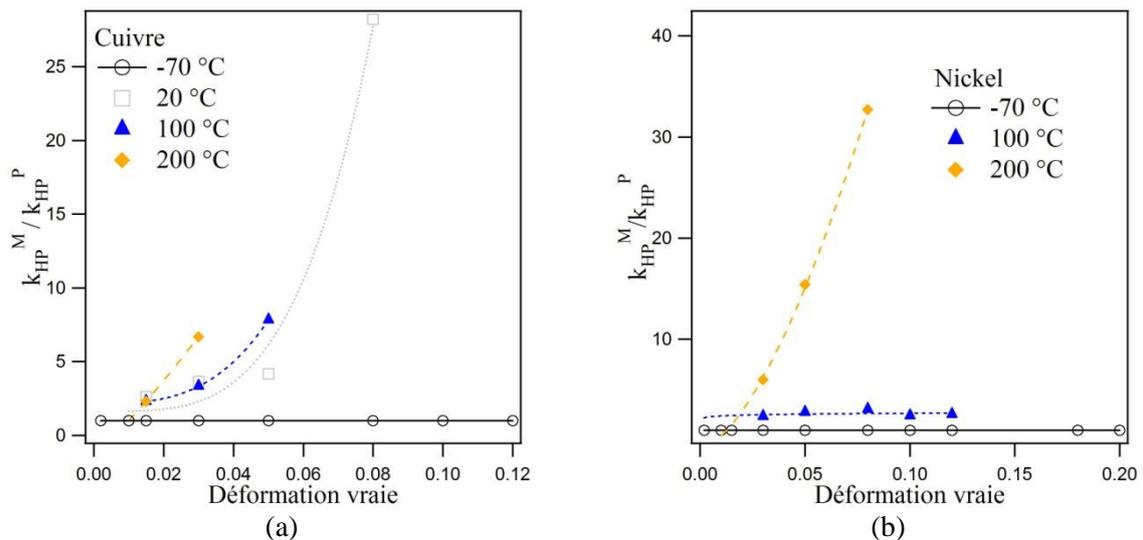


Figure 68 : Evolution du rapport k_{HP}^M / k_{HP}^P avec la déformation pour différentes températures ((a) Cuivre, (b) Nickel)).

La figure 69 présente l'évolution du rapport entre l'ordonnée à l'origine du régime multicristallin et celle du régime polycristallin pour les deux matériaux et pour les différentes températures. La présence des effets de surface qui adoucissent le comportement multicristallin apparaît quelle que soit la température. Ces effets se traduisent par une faible valeur du rapport σ_0^M / σ_0^P lorsque la transition polycristal/multicristal se met en place. A partir de ϵ_c , le rapport augmente, confirmant que la différence entre les échantillons polycristallins et les échantillons multicristallins se réduit. La réduction d'écart entre les deux types de comportement ne semble pas être affectée de manière significative par la température. Ce résultat permet de supposer que la température n'influence quasiment pas la prédominance des effets de surface.

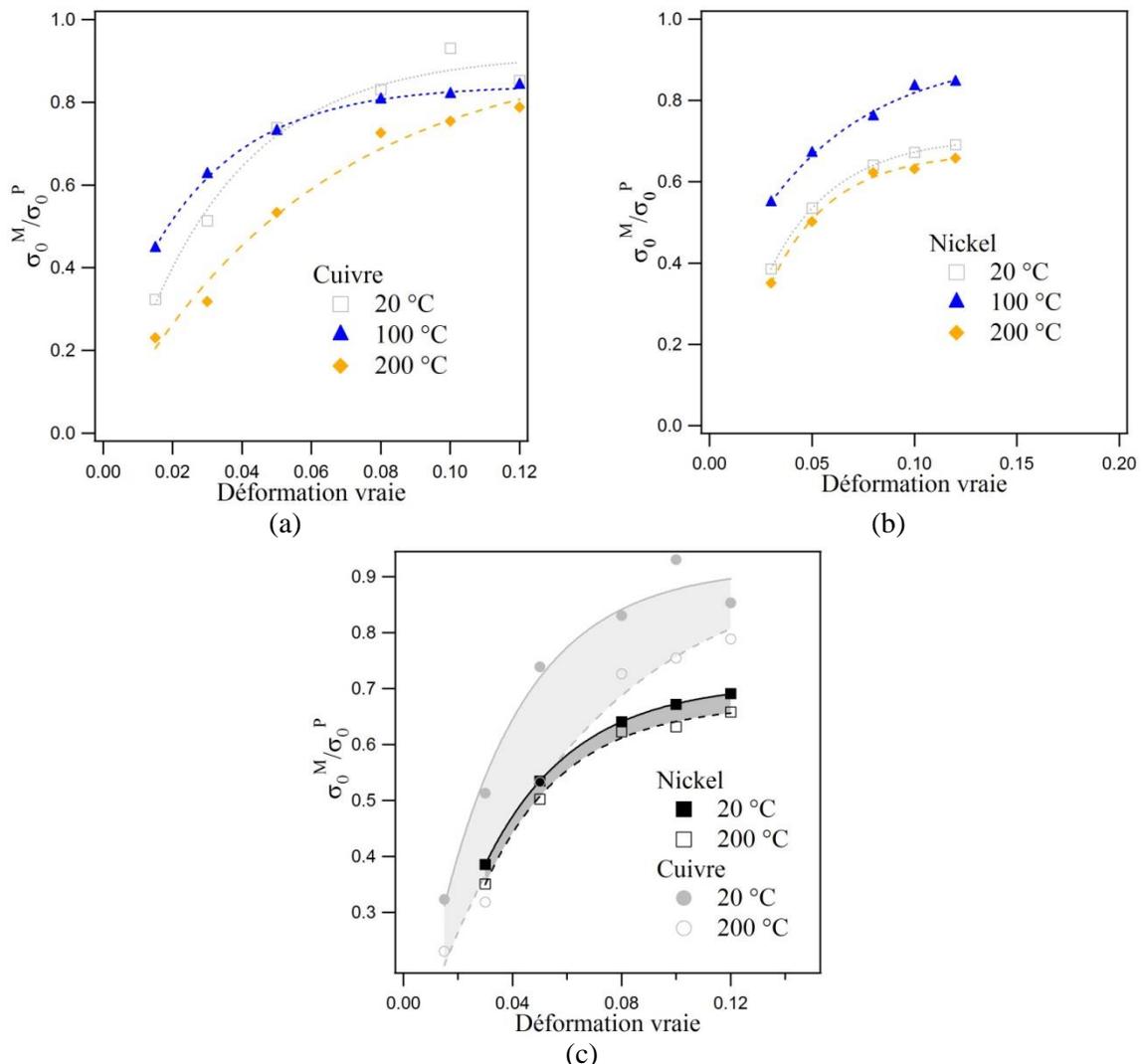


Figure 69 : Evolution du rapport entre σ_0^M et σ_0^P en fonction de la déformation pour les différentes températures d'étude : cas du cuivre (a) et cas du nickel (b). Comparaison entre le cuivre et le nickel à 20 °C et 200 °C (c)..

La figure 69 (c) compare l'effet de la température sur l'adoucissement responsable de la diminution de la contrainte macroscopique entre les deux matériaux. On observe que la température a plus d'effet sur le cuivre, matériau à faible énergie de faute, que sur le nickel.

L'influence de la déformation et de la température sur le rapport $(t/d)_c$ est présentée sur la figure 70. Concernant le cuivre (Figure 70 (a)), ce rapport croît de manière monotone avec la déformation. Cette croissance est de moins en moins importante lorsque la température augmente. Comparativement au cuivre, le rapport $(t/d)_c$ pour le nickel (Figure 70 (b)) reste constant avec la déformation.

La figure 70 (c) met en avant l'influence de la température sur le rapport $(t/d)_c$. Les valeurs présentées pour chaque température sont moyennées sur la plage de déformation. Pour le cuivre, une nette diminution de ce rapport $(t/d)_c$ est observée entre 20 °C et 200 °C. Dans le cas du nickel, la diminution du rapport $(t/d)_c$ avec la température est plus faible. Plusieurs études [16, 17, 55, 104-106] sur l'évolution de l'énergie de faute d'empilement en température ont montré que γ_{EFE} diminue avec la température dans le cas des matériaux purs. Les résultats de cette figure montrent que lorsque γ_{EFE} est augmentée par changement de matériau, le rapport $(t/d)_c$ diminue, tandis que lorsqu'elle est augmentée par diminution de la température, le rapport $(t/d)_c$ est augmenté.

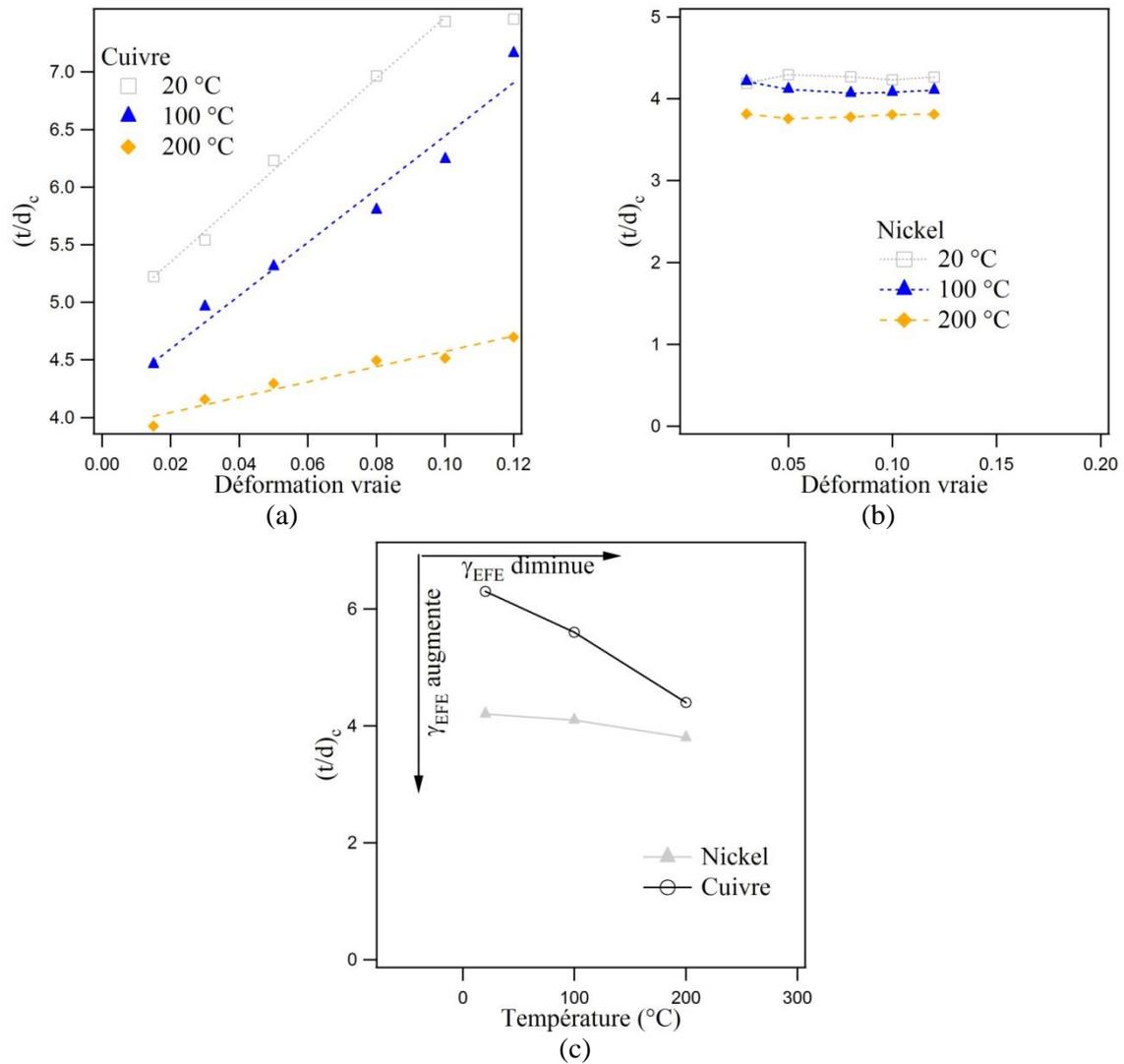


Figure 70 : Evolution du nombre de grains critique dans l'épaisseur à partir duquel la loi de Hall-Petch est modifiée en fonction de la déformation pour le cuivre (a) et pour le nickel (b) et en fonction de la température (c).

4.2 Modification de l'écrouissage

La figure 71 illustre la représentation de Mecking-Kocks, $\sigma\theta$ normalisé par μ^2 en fonction de la contrainte normalisée par μ , pour les différents échantillons de cuivre et de nickel et pour les différentes températures d'essais.

La première observation de ces graphiques montre le caractère athermique du stade II. La pente de ce stade II varie entre $10 \cdot 10^{-3}$ et $40 \cdot 10^{-3}$ selon les rapports t/d pour le cuivre et entre $22 \cdot 10^{-3}$ et $30 \cdot 10^{-3}$ pour le nickel. Ensuite l'apparition du stade III, apparaît prématurément pour les températures élevées au détriment du stade II, confirmant que ce stade est activé thermiquement.

Autre fait marquant, la disparition totale du deuxième stade d'écrouissage à partir de $400\text{ }^\circ\text{C}$ pour l'échantillon de cuivre comportant 17 grains dans l'épaisseur (Figure 71 (a)) alors qu'il est réduit mais toujours présent, dans les mêmes conditions pour l'échantillon multicristallin avec 2,6 grains dans l'épaisseur (Figure 71 (i)).

Indépendamment du rapport t/d , l'effet de la température sur l'écrouissage consiste en une prédominance du troisième stade associée à une disparition progressive du second. Cet effet est notamment plus prononcé pour les polycristaux que pour les échantillons multicristallins.

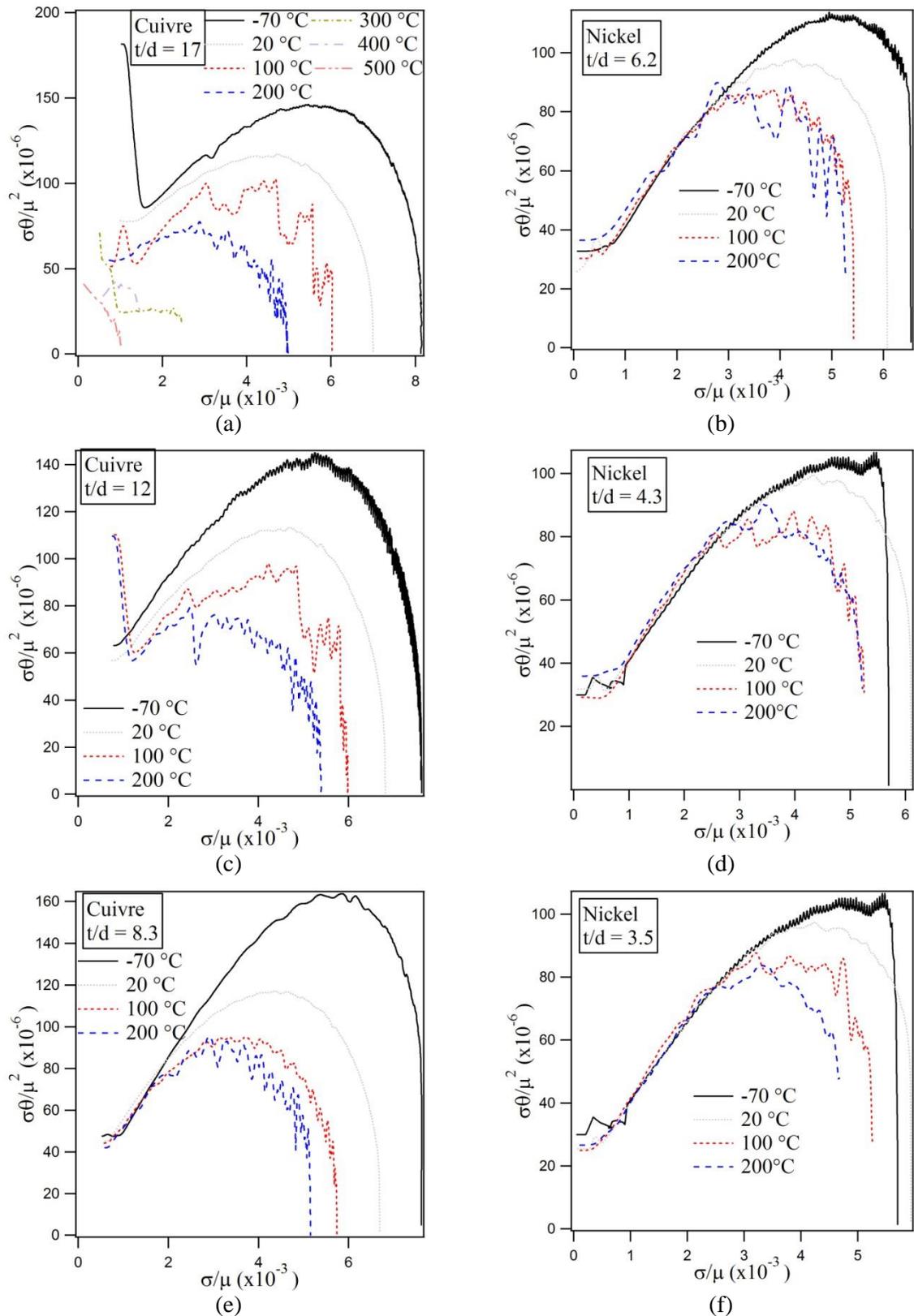


Figure 71 : Evolution de $\sigma\theta$ normalisé par μ^2 en fonction de la contrainte normalisée par μ pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.

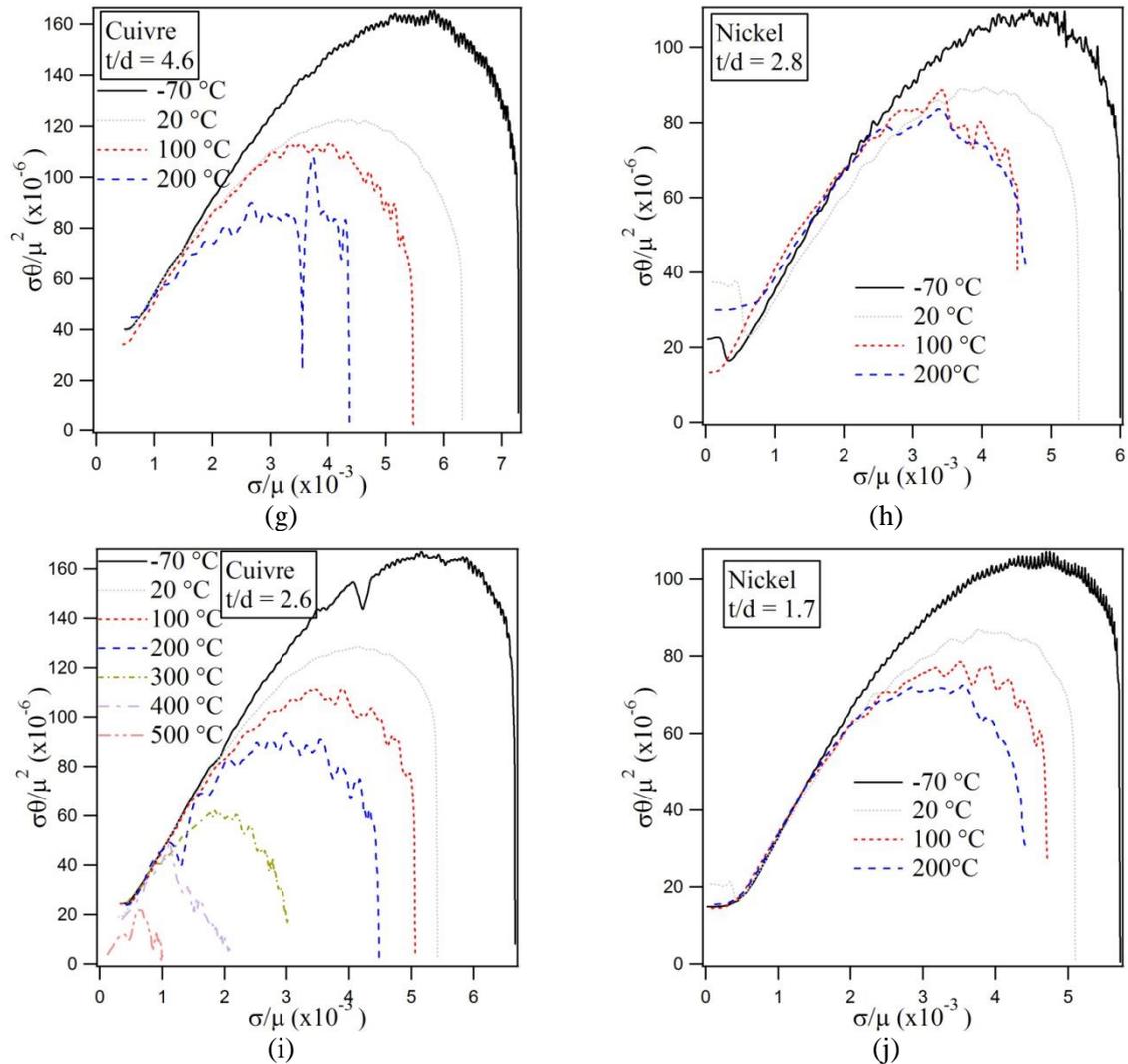


Figure 71 (suite) : Evolution de $\sigma\theta$ normalisé par μ^2 en fonction de la contrainte normalisée par μ pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.

La dépendance en température du comportement mécanique a été intensivement étudiée notamment pour les monocristaux et les polycristaux de cuivre par Chen *et al.* [31]. Nos résultats, en accord avec leurs principales observations, montrent que la modification du comportement avec un accroissement de la température est principalement liée à l'activation thermique qui contrôle les mécanismes comme le glissement dévié. Par conséquent, le stade II d'écroutissage disparaît progressivement comme l'illustre la figure 72 avec l'évolution de la longueur en déformation du stade II, $\Delta\varepsilon_{II}$, en fonction de la température pour les différents rapports t/d . La décroissance de ce paramètre avec la température semble indépendante du nombre de grains dans l'épaisseur dans le cas du cuivre (Figure 72 (a)). Concernant le nickel (Figure 72 (b)), $\Delta\varepsilon_{II}$ décroît de manière monotone pour les échantillons fortement polycristallins. Pour les échantillons

multicristallins, le passage de -70 °C à 20 °C favorise la mise en place du troisième stade, alors qu'entre 20 °C et 200 °C , $\Delta\varepsilon_{II}$ ne semble que peu affectée par la température.

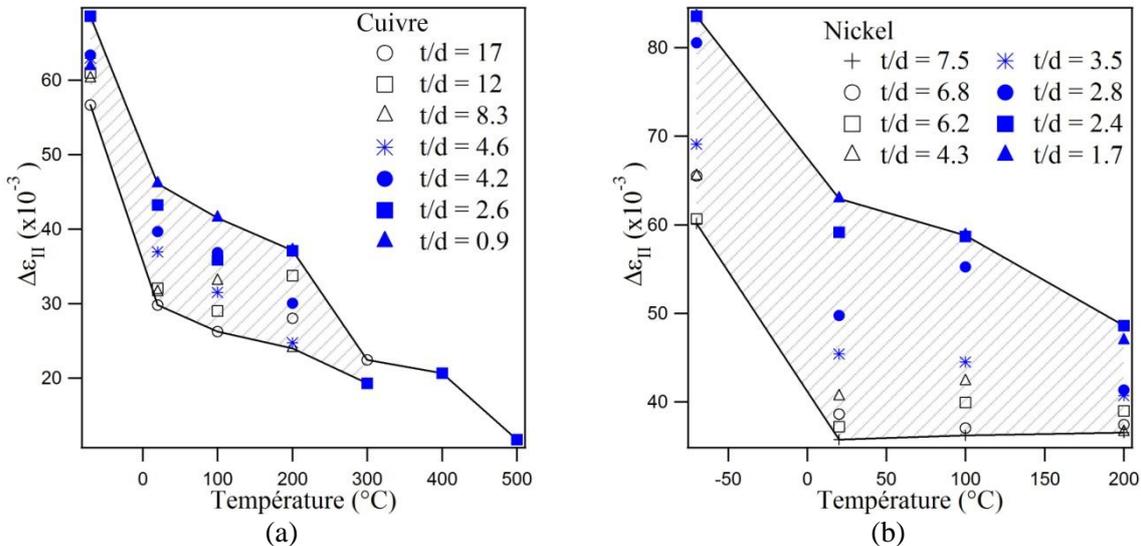


Figure 72 : Evolution de la longueur en déformation du stade II d'écroutissage $\Delta\varepsilon_{II}$ en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).

La figure 73 présente l'évolution de la contrainte de passage du stade II au stade III normalisée par le module de cisaillement μ en fonction de la température pour les différents rapports t/d des deux matériaux. Des observations similaires à celles réalisées lors de l'étude du paramètre $\Delta\varepsilon_{II}$ peuvent être formulées. L'étude de $\sigma_{II/III}/\mu$ confirme la prédominance du stade III au détriment du stade II, lorsque la température est augmentée. La décroissance de $\sigma_{II/III}/\mu$ avec la température est plus importante dans le cas des échantillons multicristallins que dans celui des polycristaux. Cette différence entraîne une valeur de contrainte de passage similaire entre ces deux types d'échantillons à 300 °C pour le cuivre et 200 °C pour le nickel. L'augmentation de la température, favorisant la mobilité des dislocations, permet de restreindre la formation des structures denses de dislocations, caractéristiques du durcissement en stade II et favorise la généralisation du glissement dévié provoquant une baisse de l'écroutissage en température. Le troisième stade d'écroutissage est donc fortement dépendant de la température.

La figure 73 (c) illustre $\sigma_{II/III}/\mu$ normalisée par la valeur à -70 °C pour un polycristal de cuivre et un de nickel en fonction de la température. Cette figure montre dans le cas du cuivre, que l'activation du glissement dévié devient plus facile pour des températures

supérieures à l'ambiante. Dans le cas du nickel, à température ambiante, le stade III s'active déjà facilement du fait de sa forte énergie de faute d'empilement.

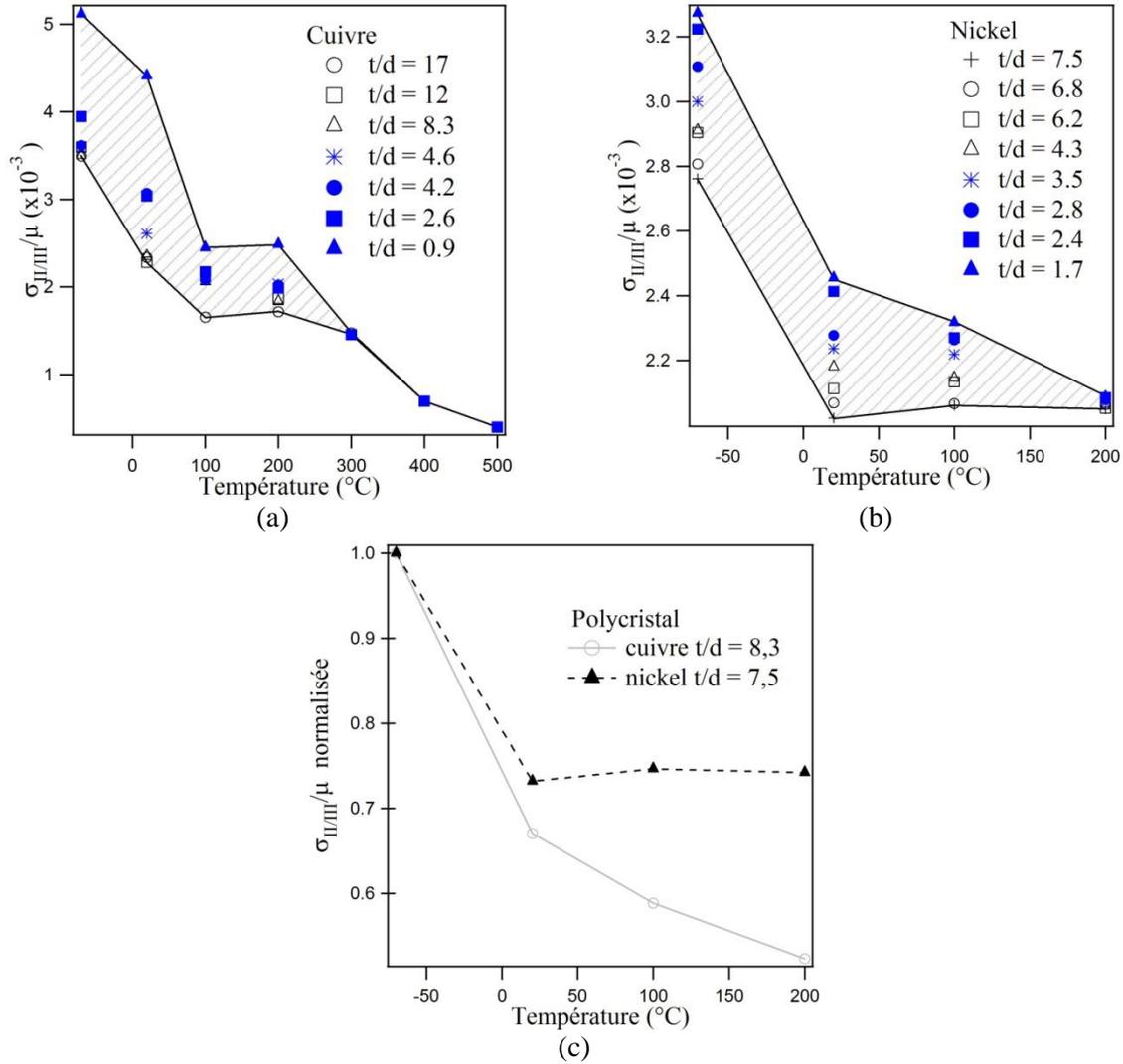


Figure 73 : Evolution de la contrainte de passage du stade II au stade III en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). $\sigma_{II/III}/\mu$ normalisée par la valeur à -70°C pour un polycristal de chaque matériau en fonction de la température (c).

Cette dépendance en température peut-être étudiée avec la formulation proposée par Nes et Mitchell [107, 108] comme le montre l'équation (36) :

$$\log \frac{\sigma_{II/III}}{\mu M} = \log \frac{\sigma_{II/III}^0}{M\mu_0} + \frac{kT}{\mu b^3} \log \left(\frac{\dot{\epsilon}}{MK\nu_D} \right) = \log \frac{\sigma_{II/III}^0}{M\mu_0} + \frac{T}{\mu} \times \text{Constante} \quad (36)$$

où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, ν_D la fréquence de Debye et K une constante matériau. La figure 74 (a) représente le logarithme du rapport $\sigma_{II/III}/\mu M$ en fonction de T/μ

pour le cas du cuivre avec différents rapport t/d . La dépendance en température du stade III est similaire pour les échantillons comprenant entre 12 et 2,6 grains dans l'épaisseur. L'échantillon avec un rapport t/d de 0,9 semble avoir une dépendance à la température légèrement différente. Néanmoins la valeur de la contrainte seuil à 0 K, $\sigma_{II/III}^0$ diffère quelque peu selon le rapport t/d . Si l'on raisonne en cisson résolue $\tau_{II/III}^0 = \sigma_{II/III}^0/M$, nous obtenons, comme le montre la figure 74 (b), trois régimes :

- Des valeurs faiblement dépendantes du rapport t/d pour les polycristaux égales à environ 70 MPa.
- Pour des multicristaux, des valeurs comprises entre 70 MPa et 90 MPa, qui augmentent lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est réduit.
- Nes [107] reporte une valeur $\tau_{II/III}^0 = 2,3 \times 10^{-3} \mu_0 = 113$ MPa pour un monocristal de cuivre. Pour un rapport t/d inférieur à un notre valeur expérimentale de $\tau_{II/III}^0$ est encore légèrement supérieure.

La comparaison entre nos valeurs expérimentales et celles données par Nes montrent que l'état multicristallin exhibe des propriétés entre celles du polycristal et du monocristal principalement à basse température, du fait de la prédominance du stade II due aux effets de surface retardant l'apparition du glissement dévié. La figure 73 montre qu'une augmentation de la température réduit progressivement cet effet et n'a aucune influence supplémentaire.

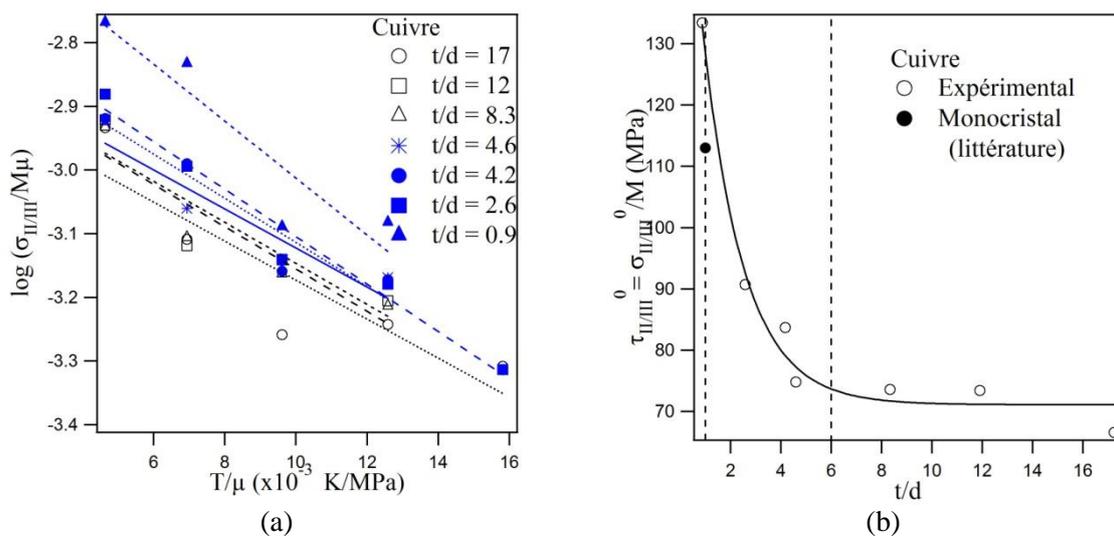


Figure 74 : Dépendance à la température de la contrainte de passage du stade II au stade III pour les différents échantillons de cuivre (a) et évolution de la cisson résolue avec le nombre de grains dans l'épaisseur (b). Le point du monocristal est issu des travaux de Nes [107].

4.3 Origine des mécanismes

L'écroissage latent Δ_{II} garde une valeur constante quelle que soit la température, confirmant le caractère athermique du second stade d'écroissage (figure 75). Δ_{II}/μ reste néanmoins fortement dépendant du nombre de grains dans l'épaisseur avec des valeurs variant entre $40 \cdot 10^{-3}$ et $10 \cdot 10^{-3}$ dans le cas du cuivre (Figure 75 (a)) et $30 \cdot 10^{-3}$ et $22 \cdot 10^{-3}$ dans le cas du nickel (Figure 75 (b)). En considérant l'équation (21) page 73, pour un rapport t/d donné, le paramètre β prend une valeur constante quelle que soit la température car la variation du paramètre M (déterminé par EBSD) et du paramètre α avec l'augmentation de la température est quasi-inexistante dans la gamme de température T/T_f comprise entre 0,1 et 0,5 [24]. L'application de l'équation (16) page 71 entraîne qu'une valeur constante du paramètre β avec la température implique que le libre parcours moyen des dislocations et la distance moyenne entre elles varient avec la température de manière similaire durant le deuxième stade d'écroissage.

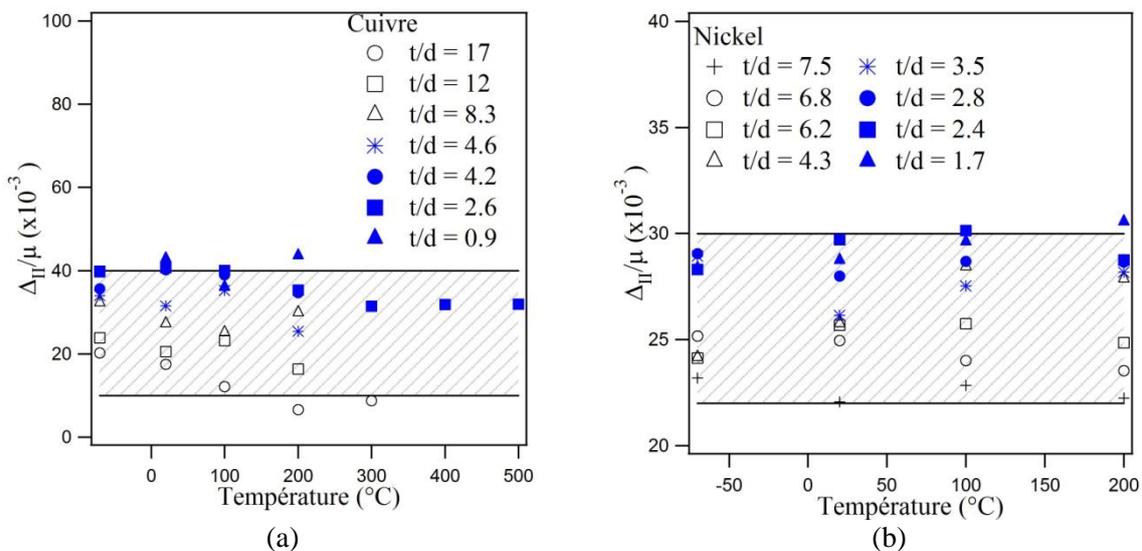


Figure 75 : Evolution du taux d'écroissage latent Δ_{II} lors du stade II en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).

L'écart de valeur de Δ_{II}/μ entre un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin, mis en évidence à température ambiante (figure 42 page 78) est maintenu indépendamment de la température. Cette différence est typiquement un effet de taille de grains comme le montrait précédemment les résultats sur le nickel [45] et sur l'alliage Ni-20wt.%Cr [81].

Ces résultats sont en accord avec le concept développé par Kuhlmann-Wilsdorf qui fait état d'une relation constante entre la distance moyenne entre les dislocations et la taille moyenne des cellules.

La figure 76 présente ce diamètre moyen des cellules de dislocations en fonction de la température pour un échantillon polycristallin et pour un échantillon multicristallin de nickel. L'étude de ces cellules de dislocations est réalisée en stade II et en stade III.

La taille des cellules lors du deuxième stade d'écroutissage reste constante avec la température ce qui peut être corrélé à une insensibilité à la température du libre parcours moyen des dislocations et de la distance entre elles. Dans ce stade le type de cellules est le même quel que soit l'échantillon et est indépendant de la température. Ces cellules sont équiaxes à faible densité de dislocations.

Lors du troisième stade d'écroutissage, le diamètre moyen des cellules augmente avec la température de manière plus importante pour le polycristal que pour le multicristal jusqu'à tendre vers une valeur commune à 200 °C. Cette augmentation de taille de cellules est à associer à celle de Λ et de l . Les cellules à forte densité de dislocations sont divisées en blocs et sont accompagnées de la présence de murs lorsque la température est de 200 °C.

Ces résultats sur le nickel lors du troisième stade d'écroutissage sont en bon accord avec l'étude réalisée sur le cuivre [82], présentée par la figure 77. Une étude statistique des cellules de dislocations en surface des échantillons permettrait d'évaluer l'évolution des gradients de contrainte en température.

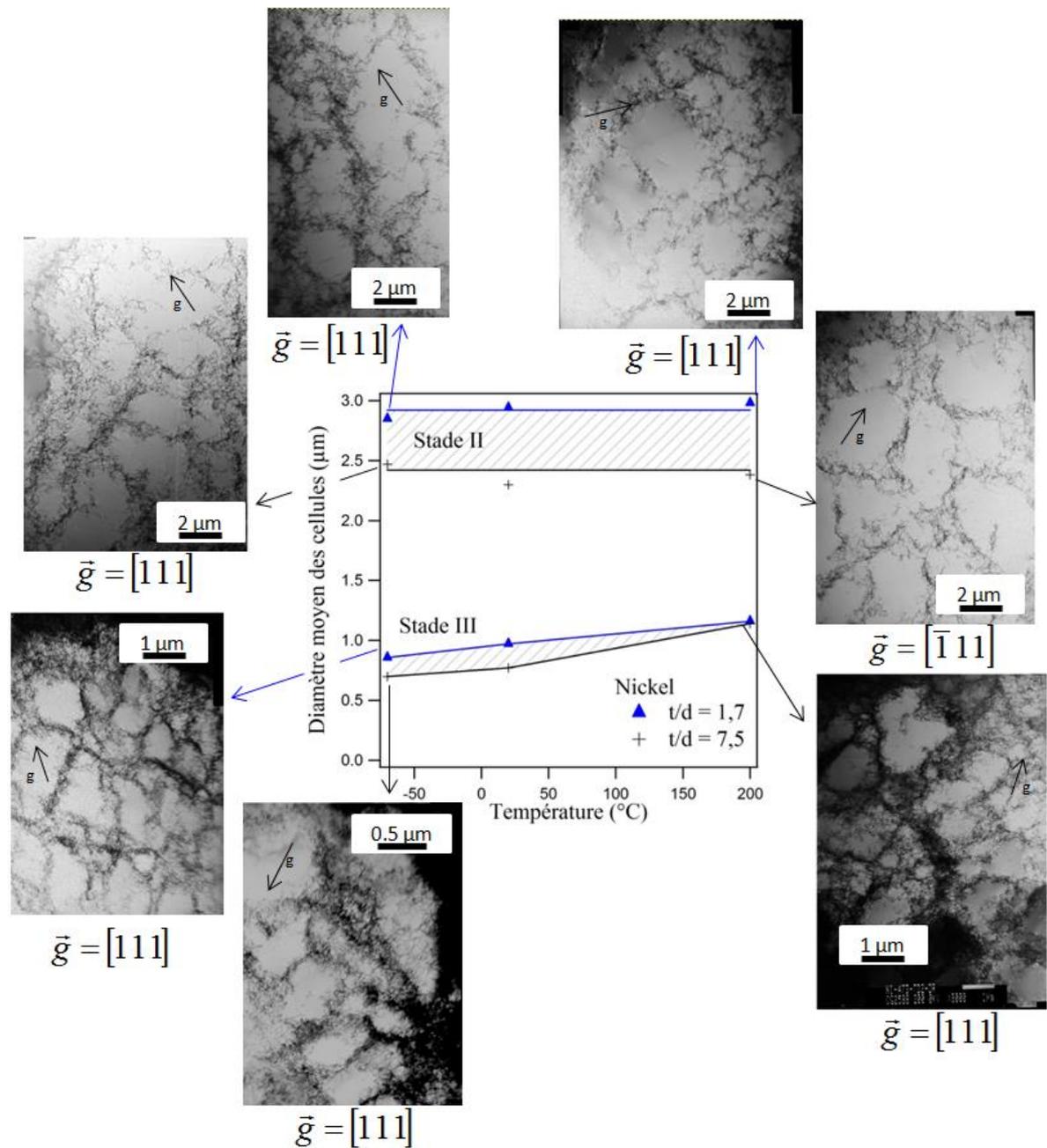


Figure 76 : Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations en fonction de la température pour un multicristal et un polycristal de nickel déformé en stade II et en stade III.

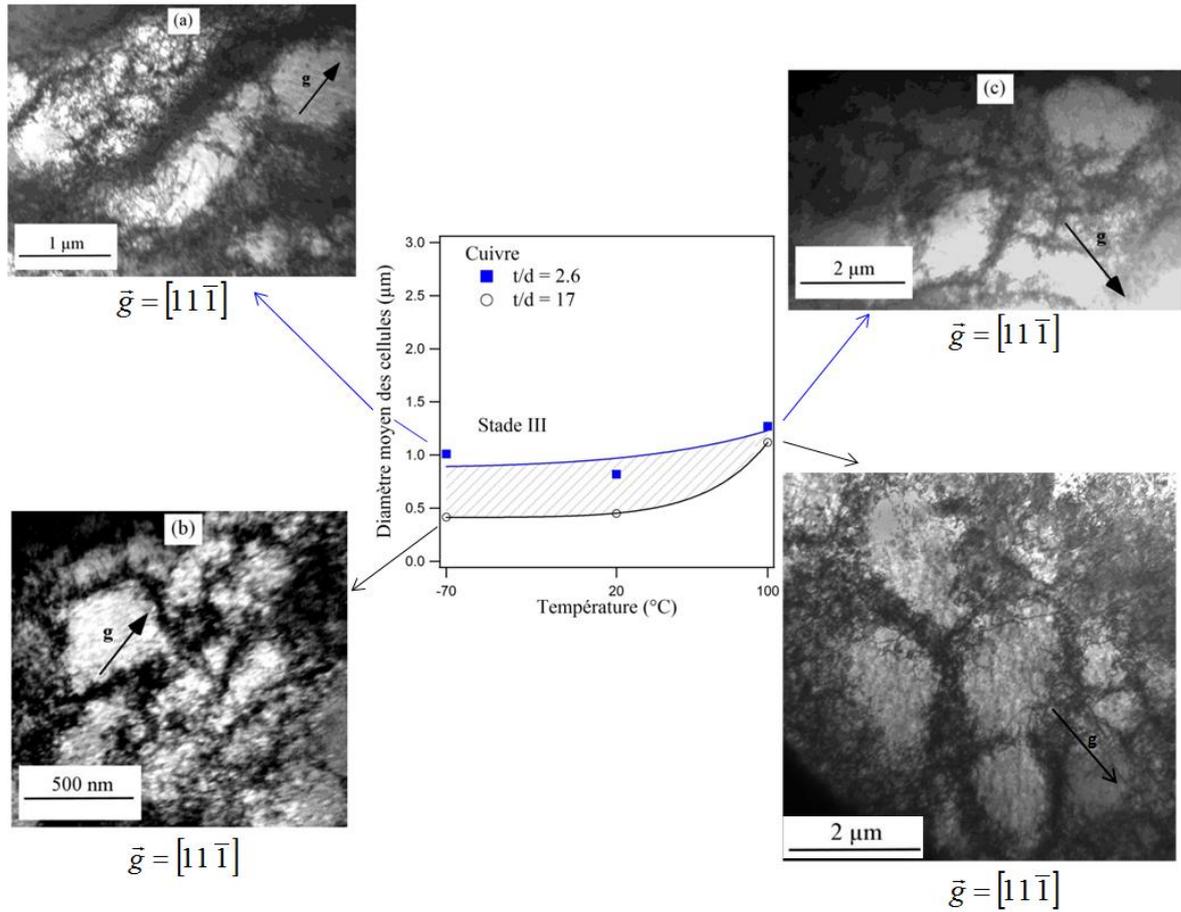


Figure 77 : Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations en fonction de la température pour un multicristal et un polycristal de cuivre déformé en stade III [82].

L'évolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de la température est présentée pour le cuivre (Figure 78 (a)) et pour le nickel (Figure 78 (b)). Concernant le cuivre, ce paramètre décroît fortement avec la température pour les échantillons polycristallins et n'est que très peu affecté pour les multicristaux. $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ tend vers une valeur similaire pour les deux types d'échantillons à haute température. Comme les structures initiales de dislocations sont identiques pour tous les échantillons, la décroissance de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec une augmentation de la température pour les polycristaux peut être due à deux phénomènes. Le premier est une décroissance de la dépendance à la taille de grains de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$. L'augmentation de la température induit généralement une baisse de la contrainte interne à longue distance laquelle est liée aux dislocations géométriquement nécessaires dues à l'activation prématurée du glissement dévié. Le second phénomène est la mise en place d'effets de surface dans les polycristaux provoquant un déficit de dislocations aux abords des surfaces libres. Il semblerait qu'une compétition entre ces deux mécanismes existe.

Concernant le nickel cette contribution ne semble pas dépendre de la température et ce quel que soit le type d'échantillon. Il est possible qu'il y ait compensation entre les mécanismes cités précédemment.

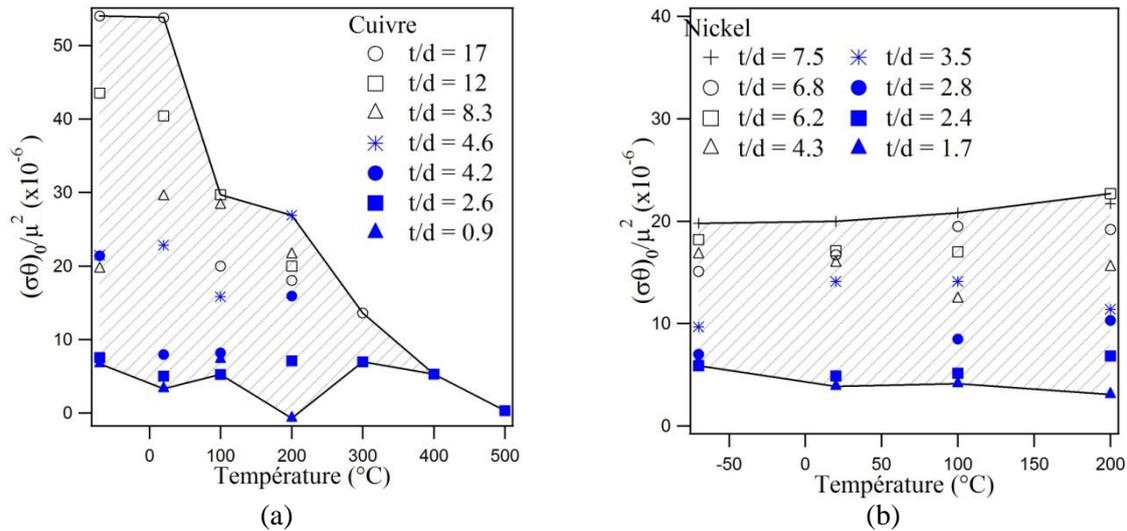


Figure 78 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).

Les résultats issus de la thèse de Rudloff [15] montrent que pour l'alliage Ni-20Cr à basse énergie de faute d'empilement ($\gamma_{\text{EFE}(\text{Ni-20Cr})} = 42 \text{ mJ.m}^{-2}$) l'influence de la température sur le paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ est identique pour les deux types d'échantillons au cas du cuivre.

4.4 Synthèse

L'étude du comportement mécanique en température de polycristaux de cuivre et de nickel d'épaisseur 500 μm et de tailles de grains variables, sollicités en traction, a permis de mettre en avant les résultats suivants :

- Comme à température ambiante, le comportement mécanique est modifié lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique qui dépend de la déformation et de l'énergie de faute d'empilement. Cependant le rapport $(t/d)_c$ diminue avec la température et ce de façon plus importante dans le cas des matériaux à faible énergie de faute d'empilement.
- Le niveau de déformation à partir duquel cette modification du comportement apparaît, reste identique quelle que soit la température.
- La dépendance à la taille de grains de la contrainte d'écoulement diminue fortement avec la température pour des polycristaux de faible énergie de faute d'empilement.

L'étude de l'écrouissage en température a permis de montrer les résultats suivants :

- Une prédominance du stade III d'écrouissage au détriment du stade II lorsque la température est augmentée.
- Le stade II est athermique quel que soit le nombre de grains dans l'épaisseur.
- La différence entre les échantillons polycristallins et les échantillons multicristallins s'amenuise avec la température, en accord avec une taille des cellules de dislocations identique en stade III pour les deux types d'échantillons.

5 Discussion

Dans cette dernière partie, les résultats expérimentaux sont discutés afin de comprendre l'origine de la modification du comportement liée à la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur. L'influence de la température, du taux de triaxialité et de l'énergie de faute d'empilement est abordée pour connaître le rôle de ces paramètres sur les mécanismes de déformation lors de la mise en forme des tôles minces. Des premiers résultats issus d'études en simulation numérique sont également présentés pour discuter des phénomènes physiques et ouvrir vers de nouveaux travaux sur cette problématique.

5.1 Modification du comportement à température ambiante

5.1.1 Influence de l'énergie de faute d'empilement

Les résultats du troisième chapitre sur le comportement mécanique à température ambiante du cuivre et du nickel permettent, par comparaison entre les deux matériaux, d'étudier l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur les mécanismes de déformation et sur les effets de taille.

5.1.1.1 Influence de l'énergie de faute d'empilement sur la constante k_{HP}

Haddou [109], en accord avec d'autres auteurs [33, 35, 74, 110], a comparé les résultats obtenus sur plusieurs matériaux métalliques afin de mettre en évidence l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur le paramètre k_{HP} . Les résultats montrent que plus γ_{EFE} est faible, plus k_{HP} est important (Figure 79). Johnston [111] explique cette évolution par une favorisation du glissement planaire pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement.

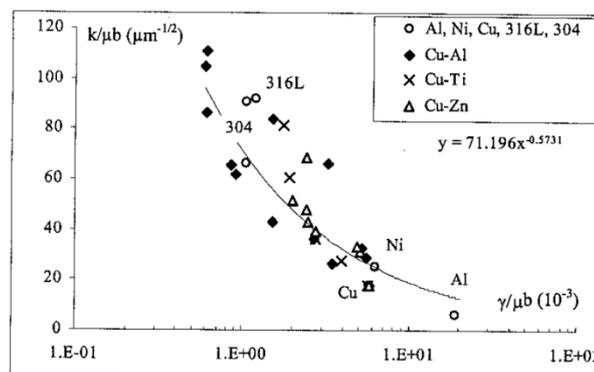


Figure 79 : Influence de l'énergie de faute d'empilement sur le coefficient de Hall-Petch normalisé par le produit entre le module de cisaillement μ et le vecteur de Burgers b pour une déformation de 0,002 [109].

Les valeurs très proches de $\gamma_{EFE}/\mu b$ ($6,5 \cdot 10^{-3}$ pour le nickel et $4,2 \cdot 10^{-3}$ pour le cuivre) entre les deux matériaux montrent une forte similitude entre les mécanismes de déformation. Nos résultats à température ambiante sont en accord avec ces travaux, malgré des valeurs un peu plus faible, puisque $k_{HP}/\mu b$ est égal 8,8 dans le cas du nickel et à 14,8

dans le cas du cuivre. Les travaux de Feugas [26], précisent que plus la valeur de $k_{HP}/\mu b$ est faible, plus le glissement multiple et le glissement dévié sont favorisés. Ceci confirme que malgré des mécanismes de déformation similaires pour nos deux matériaux d'étude, ces glissements s'activeront plus facilement pour le nickel que pour le cuivre.

5.1.1.2 Influence de l'énergie de faute d'empilement sur les paramètres d'écroutissage

Afin d'étudier l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur les paramètres d'écroutissage, nous avons choisi de normaliser les contraintes par le module de cisaillement comme l'a réalisé Feugas [26]. Cette normalisation est nécessaire afin de s'affranchir de la contribution de μ , dont les valeurs sont très différentes pour le cuivre et le nickel, sur les mécanismes de plasticité.

Les résultats de la figure 80 présentent les paramètres $\sigma_{I/III}$, Δ_{II} et $(\sigma\theta)_0$ normalisés. L'évolution des différents paramètres avec le nombre de grains dans l'épaisseur est similaire pour les deux matériaux. Cependant quelques différences quantitatives entre les deux matériaux sont notables, ce qui montre que l'énergie de faute d'empilement joue un rôle sur les effets de taille.

L'étude de $\sigma_{I/III}/\mu$ montre que la mise en place du stade III (Figure 80 (a)) est favorisée lorsque l'énergie de faute d'empilement est importante. Ces résultats sont cohérents avec le fait que les mécanismes de glissement sont prépondérants par rapport à la formation de faute d'empilement. L'influence de γ_{EFE} paraît plus importante lorsque le rapport t/d est inférieur au rapport critique.

La figure 80 (b) illustre l'évolution de Δ_{II} normalisé par le module de cisaillement avec le rapport t/d . Comme le montre la figure 42 (page 78) en accord avec différents auteurs [14, 26, 81], Δ_{II} présente un effet de taille de grains. La dépendance du taux d'écroutissage latent au nombre de grains dans l'épaisseur, obtenue par la pente de la courbe, est plus forte dans le cas du cuivre que dans celui du nickel. Les valeurs de Δ_{II}/μ sont nettement plus importantes pour le cuivre que pour le nickel montrant l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur Δ_{II} . La comparaison des résultats du nickel [14, 45] avec ceux d'un alliage de nickel-chrome [15] confirme cette tendance.

$$\frac{\Delta_{II}}{\mu} = \frac{\alpha M^2}{\Lambda \sqrt{\rho}} \quad (37)$$

En considérant pour l'expression de Δ_{II} (37), que α est identique pour les deux matériaux (les structures de dislocations en stade II sont les mêmes) et que M prend la même valeur pour le cuivre et pour le nickel (valeur vérifiée par EBSD confirmant que les deux matériaux sont isotropes), il est possible d'affirmer que l'énergie de faute d'empilement n'affecte que le produit $\Lambda\sqrt{\rho}$ où Λ est le libre parcours moyen des dislocations.

La normalisation de $(\sigma\theta)_0$ par μ^2 , traduite par l'équation (38), nous permet d'étudier l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur ce paramètre, dont les résultats sont présentés sur la figure 80 (c). Dans cette équation, on peut distinguer deux contributions :

- La contribution des joints de grains à l'écroûissage faisant intervenir le paramètre k_g .
- La contribution des dislocations initiales et des effets de surface représentée par le terme $(1/L - 1/s)$ où s caractérise les effets de surface.

$$\frac{(\sigma\theta)_0}{\mu^2} = \frac{\alpha^2 M^3 b}{2} \left\{ \frac{k_g}{d} + \frac{1}{L} - \frac{1}{s} \right\} \quad (38)$$

Dans un premier temps, la pente du domaine polycristallin étant différente entre le cuivre et le nickel, l'énergie de faute d'empilement semble affecter la contribution des joints de grains à l'écroûissage dans ce domaine. Comme lors de l'étude de la loi de Hall-Petch, plus l'énergie de faute d'empilement est importante plus la dépendance à la taille de grains est faible ($k_g^{\text{Cu}} > k_g^{\text{Ni}}$). D'après la définition de Sevillano [20], le paramètre k_g est un facteur géométrique semblant dépendre de la forme des grains. Les microstructures EBSD (Annexe A.2.2) présentent des grains de formes identiques. Cependant la proportion de joints de mâcles $\Sigma 3$, favorisés pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, est plus importante dans le cas du cuivre que dans celui du nickel. Cette proportion de mâcles, modifie la forme des grains, et peut être une explication à l'effet de γ_{EFE} sur le paramètre k_g .

Dans un second temps, la contribution des joints de grains à l'écroutissage pour les multicristaux semble être indépendante de γ_{EFE} .

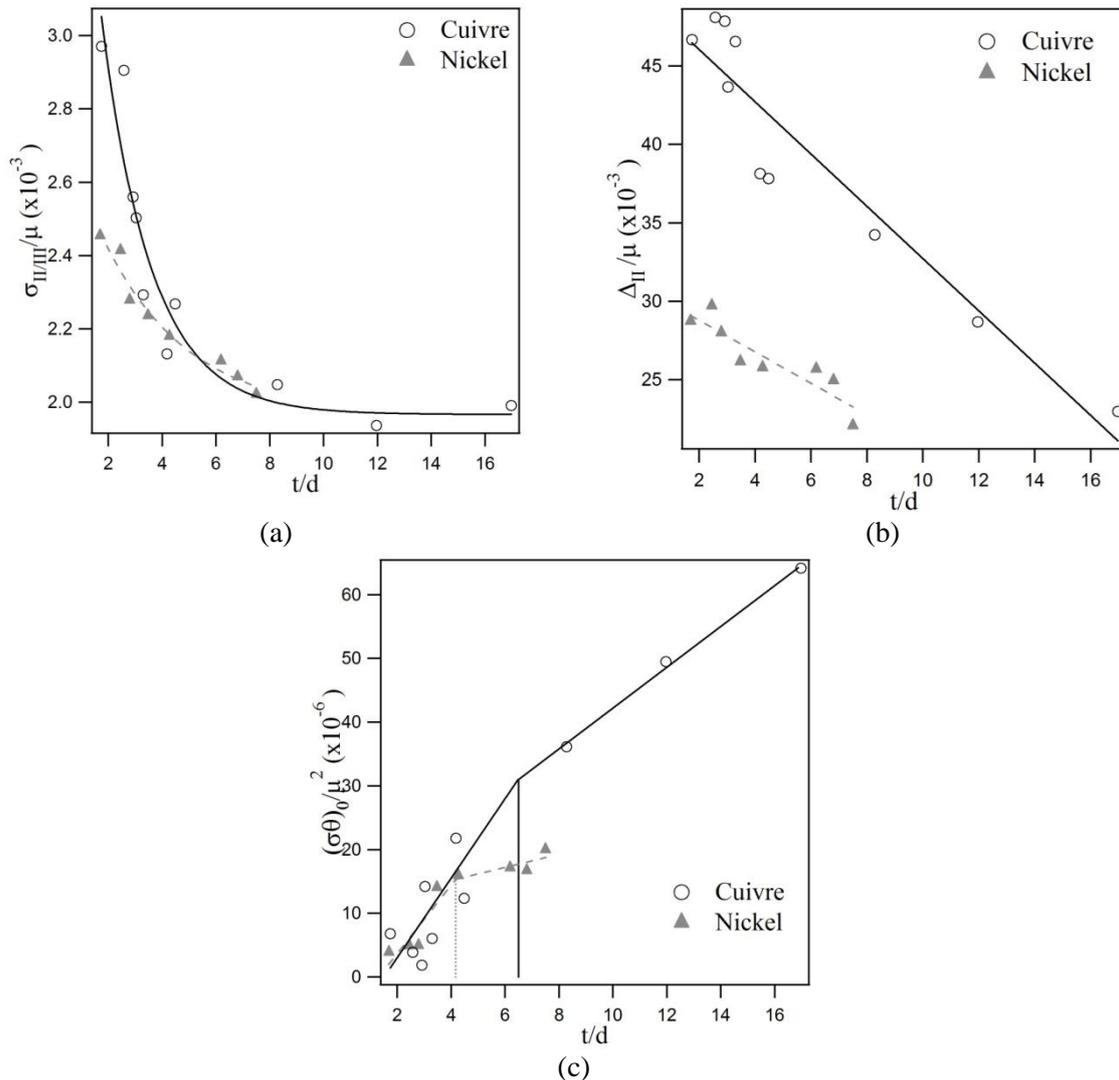


Figure 80 : Comparaison des paramètres d'écroutissage du cuivre et du nickel normalisés par leur module de cisaillement μ respectif : (a) $\sigma_{III/III}$, (b) Δ_{II} et (c) $(\sigma\theta)_0$ en fonction du rapport t/d .

5.1.2 Origine de la transition polycristal-multicristal

Pour essayer d'expliquer les mécanismes de transition entre le polycristal et le multicristal et donc l'adoucissement du comportement, des analyses statistiques en MET des caractéristiques des structures de dislocations à cœur et en surface ont précédemment été réalisées sur du nickel. Dans le cas des matériaux multicristallins, le diamètre moyen des cellules est systématiquement plus important en surface, ce qui traduit une modification des mécanismes de déformation en surface et une réduction du niveau de contrainte interne locale [50]. Il existe donc un gradient de contrainte qui se forme entre le cœur et la surface

qui explique l'adoucissement du comportement mécanique macroscopique. La mise en place de ces effets de surface entraîne la perte du caractère polycristallin des échantillons.

Ce gradient de contrainte dans l'épaisseur a été étudié dans de précédents travaux [112] à l'aide de simulations numériques couplées à un code de plasticité cristalline à gradient. Les résultats, présentés sur la figure 81 pour un échantillon de nickel avec un rapport $t/d = 2$, montrent que le niveau de contrainte est bien plus important au niveau du joint de grains du fait de la présence des incompatibilités de déformation, que près des surfaces libres. La présence de ce gradient de contrainte est due à un déficit de dislocations aux abords de ces surfaces libres.

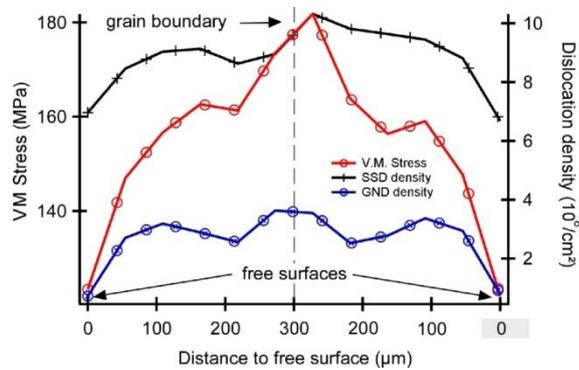


Figure 81 : Profils de contrainte équivalente de von Mises et des densités de dislocations à travers l'épaisseur pour un échantillon avec deux grains dans l'épaisseur [112].

Les résultats expérimentaux à température ambiante montrent que la transition polycristal/multicristal se fait pour un rapport $(t/d)_c$ de 4 pour le nickel et de 6 pour le cuivre. Cette différence, liée à l'énergie de faute d'empilement, peut être induite par des gradients des contraintes plus importants pour le cuivre que pour le nickel. Cependant, il serait nécessaire de le vérifier en réalisant des simulations et des analyses de taille de cellules en surface pour le cuivre.

5.1.3 Influence du taux de triaxialité

La mise en place d'essais d'emboutissage a permis de réaliser différents trajets de chargements. L'étude de l'influence du trajet de chargement permet d'analyser l'effet du taux de triaxialité sur les effets de taille. Ces effets de taille apparaissent quel que soit le chargement et l'adoucissement intervient dès lors que le nombre de grains est inférieur au rapport $(t/d)_c$. Cependant la modification du comportement n'apparaît pas au même niveau

de déformation équivalente. La figure 82 montre que plus le taux de triaxialité est important plus l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur apparaît pour un niveau de déformation élevé.

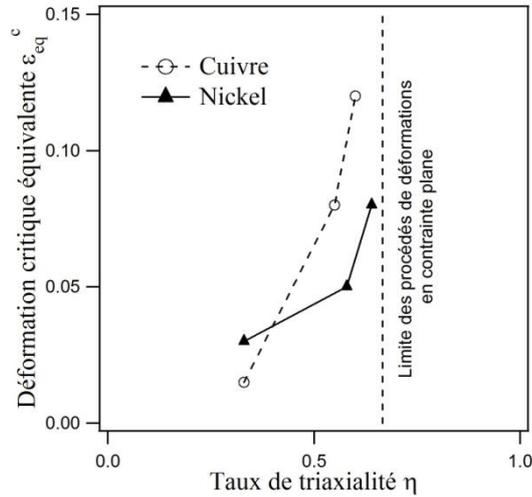


Figure 82 : Evolution de la déformation critique équivalente ϵ_{eq}^c avec le taux de triaxialité pour le cuivre et pour le nickel.

L'adoucissement caractéristique de la modification du comportement mécanique est lui aussi sensible au chargement. La figure 83 montre que plus le taux de triaxialité est élevé plus la différence de force entre un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin est importante. Ces résultats semblent traduire un adoucissement plus important lorsque le taux de triaxialité est élevé.

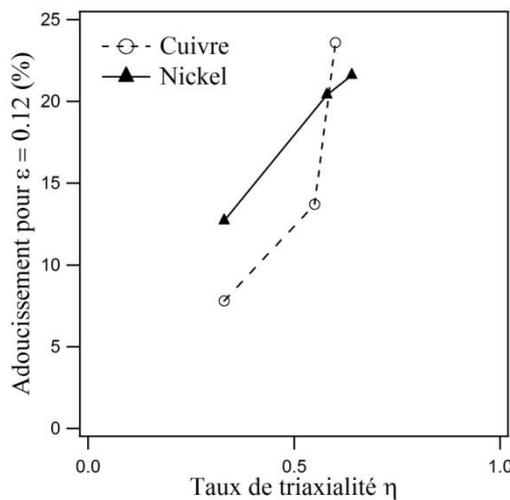


Figure 83 : Evolution de l'adoucissement du comportement pour une déformation de 0,12 avec le taux de triaxialité.

L'adoucissement étant provoqué par un gradient de contrainte dans l'épaisseur (Figure 81), il semblerait donc qu'une augmentation du taux de triaxialité exhibe les effets de surface. De plus, plus le libre parcours moyen des dislocations Λ (noté L_0 sur la figure 84) est faible moins le gradient de contrainte dans l'épaisseur est important [112]. Une hypothèse possible pour comprendre l'origine de la modification du comportement sous l'effet d'un chargement complexe est qu'une augmentation du taux de triaxialité accroît le libre parcours moyen des dislocations Λ .

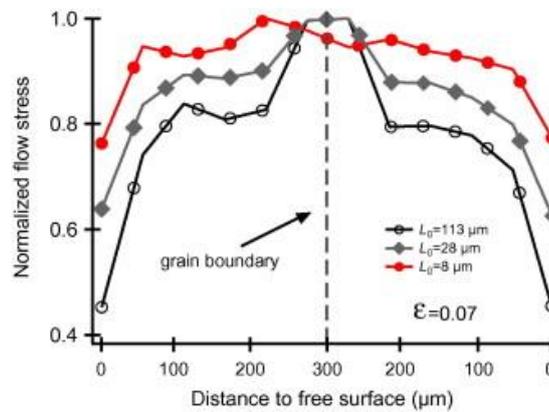


Figure 84 : Profils de contrainte normalisée à travers l'épaisseur pour un échantillon avec un rapport $t/d = 2$ pour trois valeurs différentes de libre parcours moyen des dislocations [112].

L'appréhension des mécanismes de modification du comportement lors de chargements complexes peut être approfondie grâce à des outils de simulations numériques. Des résultats préliminaires sont présentés afin d'essayer d'apporter une explication à nos résultats expérimentaux. Ces simulations ont été réalisées par l'équipe d'Anne-Marie Habraken du laboratoire Argenco de Liège en collaboration avec le Groupe de Physique des Matériaux de Rouen.

Pour regarder l'effet du chargement sur le libre parcours moyen des dislocations, un essai de traction monotone, un essai de cisaillement et un essai en déformation plane ont été simulés pour des monocristaux de nickel orientés en glissement multiple. Les résultats de ces simulations, présentés sur la figure 85, montrent qu'une augmentation du taux de triaxialité réduit la valeur de Λ , infirmant notre hypothèse.

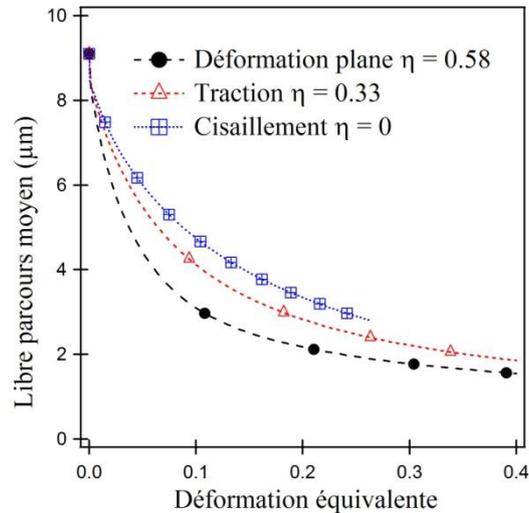


Figure 85 : Evolution du libre parcours moyen des dislocations estimé par simulations numériques avec un modèle de plasticité cristalline à gradient, dans le cas de monocristaux, avec la déformation pour trois chargements.

Le fort adoucissement observé pour les chargements expérimentaux complexes ne peut donc pas être directement expliqué à l'aide d'un gradient de contrainte dans l'épaisseur moins intense provoqué par la réduction du libre parcours moyen des dislocations. Cependant les essais Nakazima induisent d'importants gradients de déformation qui peuvent augmenter la densité de dislocations géométriquement nécessaires et donc modifier les gradients de contrainte. Des essais de traction large et de cisaillement sont donc en cours au laboratoire Argenco de Liège et au GPM de Rouen, pour analyser l'influence du taux de triaxialité en s'affranchissant des gradients de déformation.

5.2 Influence de la température

Les mécanismes de déformation du cuivre et du nickel sont similaires du fait de leurs proches valeurs de $\gamma/\mu b$. Comme l'énergie de faute d'empilement et le module de cisaillement évoluent de la même manière avec T, ce rapport $\gamma/\mu b$ est donc indépendant de la température (Figure 86). Les mécanismes de déformation en température sont donc analogues et directement liés aux mécanismes thermiquement activés. Cette similitude se traduit par des structures de dislocations similaires dans les différents stades d'écroutissage comme le montrent les figures 76 et 77 (pages 133-134).

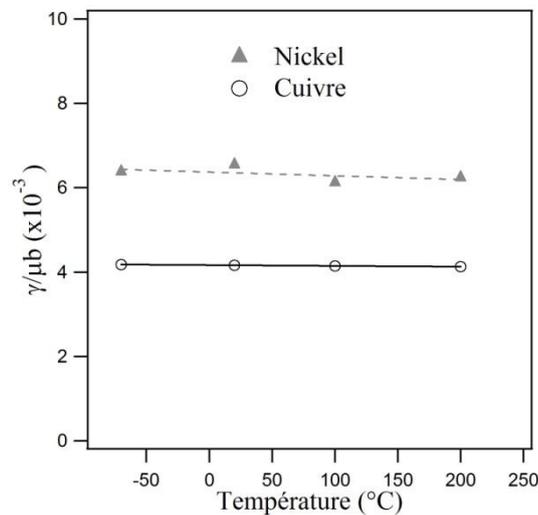


Figure 86 : Influence de la température sur le rapport $\gamma/\mu b$ pour le cuivre et le nickel. Les valeurs de γ sont issues de différents travaux [16, 17].

Le paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ du formalisme de Mecking-Kocks (équation 38), faisant intervenir le paramètre s , caractéristique des effets de surface, nous choisissons de l'analyser pour cette étude sur l'effet de la température. Le but est de comprendre l'impact de la température sur les deux contributions intervenant dans le terme $(\sigma\theta)_0/\mu^2$.

Afin de mieux comprendre les phénomènes responsables de l'évolution de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température (encart de la figure 87), l'étude des paramètres k_g , traduisant l'effet de taille de grains, et $(1/L - 1/s)$ mettant en jeu les structures de dislocations initiales et les effets de surface, est réalisée.

La méthodologie utilisée pour obtenir ces paramètres est décrite par la figure 87. L'équation (38) permet d'obtenir k_g avec la pente de la courbe $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de $1/d$. Le paramètre $(1/L-1/s)$ est obtenu grâce à l'extrapolation de l'évolution linéaire des deux régimes pour des tailles de grains infinies.

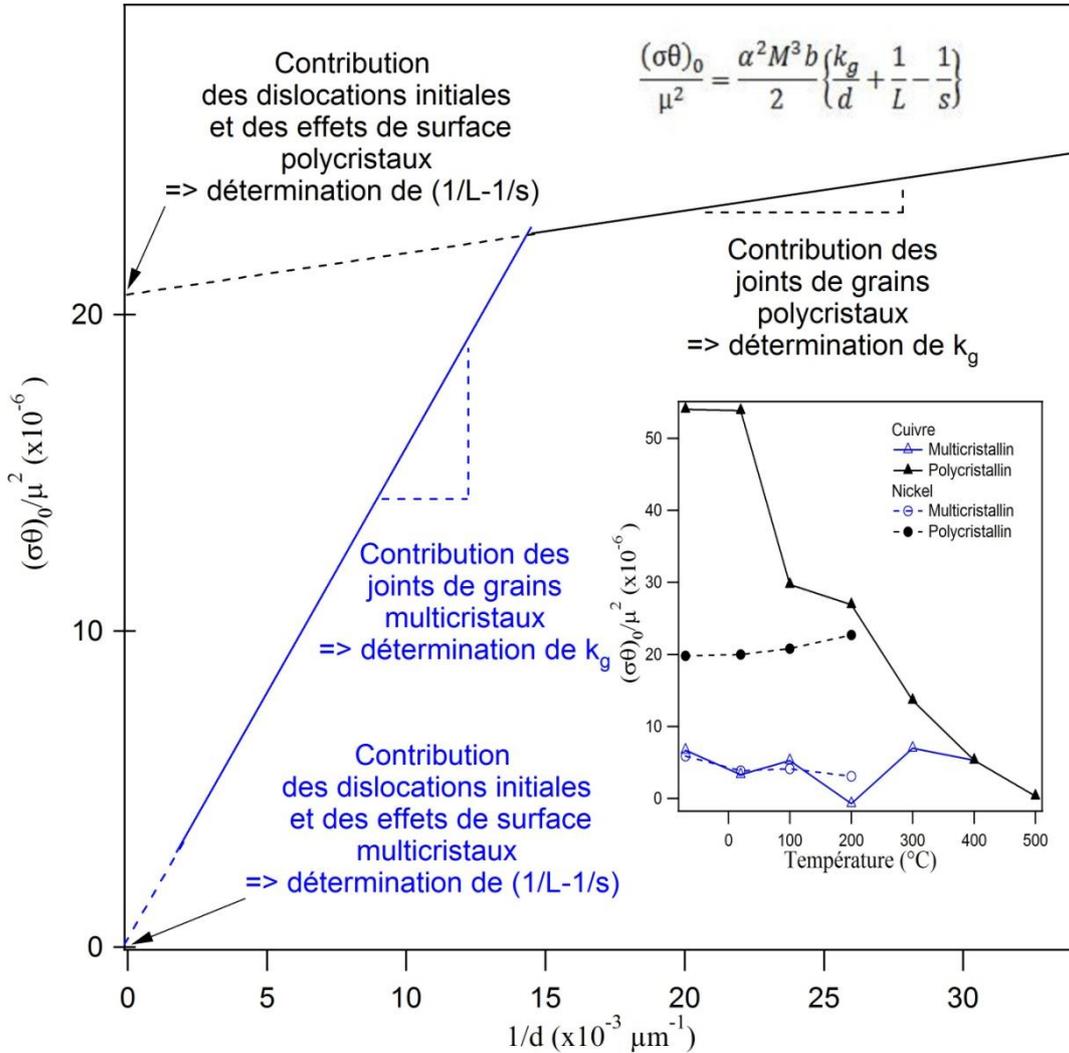


Figure 87 : Méthodologie de détermination des paramètres k_g et $1/L-1/s$ à partir des courbes $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de $1/d$. L'encart rappelle l'évolution de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température pour les deux matériaux.

Pour comprendre les bases de notre raisonnement, trois points importants du modèle de Mecking [27] sont expliqués ci-dessous.

- 1) Signe de $(\sigma\theta)_0$ dans le cas des matériaux purs :
 - Lorsque $(\sigma\theta)_0$ est positif, la présence des dislocations rémanentes et des joints de grains durcit le matériau. La contribution des surfaces libres est quant à elle négligeable.
 - Lorsque $(\sigma\theta)_0$ est négatif, un adoucissement lié aux effets de surface est présent.

- 2) Dans le cas du cuivre et du nickel purs recuits, ce paramètre $(\sigma\theta)_0$ est seulement dépendant de deux paramètres. L est une constante qui représente la distance entre les structures de dislocations initiales. Ces structures sont similaires pour tous les échantillons d'un même matériau. Ces deux paramètres sont :
 - k_g intervenant dans la contribution des joints de grains.
 - s relatif aux effets de surface

- 3) Le paramètre s est toujours positif. Le tableau 8 présente deux cas extrêmes, l'un où s tend vers 0 et l'autre où s tend vers l'infini. Dans ce tableau l'importance des effets de surface, liée à la valeur de ce paramètre s , est corrélée à la valeur du paramètre $(1/L-1/s)$.

$s > 0$ et $\frac{1}{L} = \text{Constante}$				
	$\frac{1}{s}$	$\left(\frac{1}{L} - \frac{1}{s}\right)$	$(\sigma\theta)_0$	Effets de surface
$s \rightarrow 0$	$+\infty$	$-\infty$	< 0	Important
$s \rightarrow +\infty$	0	$\left(\frac{1}{L}\right)$	> 0	Négligeable

Tableau 8 : Définition de l'importance des effets de surface selon la valeur de s .

Le paramètre expérimentalement accessible est $(1/L-1/s)$ à partir de la figure 87. L'évolution des effets de surface en fonction de $(1/L-1/s)$ est présentée figure 88. Lorsque s est grand, les effets de surface sont faibles et la valeur de $(1/L-1/s)$ tend vers la constante $(1/L)$. Lorsque s tend vers zéro, les effets de surface deviennent très importants et la valeur de $(1/L-1/s)$ tend vers des valeurs négatives.

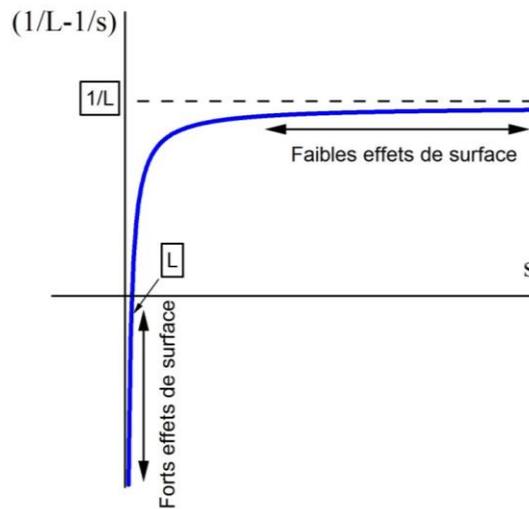


Figure 88 : Schématisation de l'évolution des effets de surface selon la valeur du paramètre $(1/L-1/s)$.

La suite de cette discussion a pour but de décorréliser ces deux contributions et d'expliquer la grande différence entre le comportement des polycristaux de cuivre et de nickel.

5.2.1 Cas du cuivre

Concernant l'origine de la décroissance de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ lors d'une augmentation de température pour les polycristaux, les deux hypothèses qui ont été formulées sont :

- Une forte diminution de la dépendance à la taille de grains.
- Une généralisation des effets de surface.

Sachant qu'une compétition entre ces deux phénomènes peut avoir lieu, nous avons voulu savoir si l'une de ces deux contributions est prédominante. La représentation graphique de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de l'inverse de la taille de grains pour chaque température, présentée figure 89, est donc nécessaire.

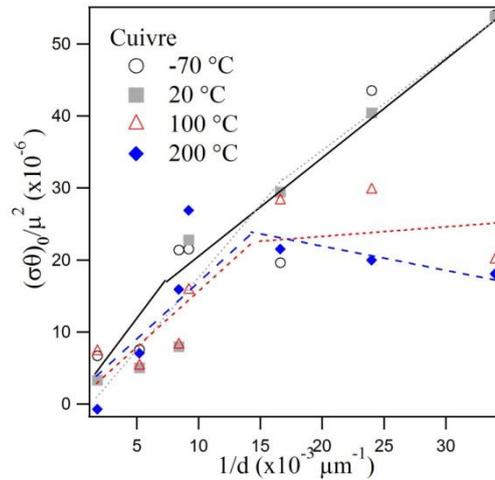


Figure 89 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de l'inverse de la taille de grains pour différentes températures dans le cas du cuivre.

La contribution des joints de grains, représentée par k_g , est réduite avec la température de manière plus importante dans le cas des polycristaux que dans le cas des multicristaux (Figure 90 (a)). Cette forte diminution de l'effet de taille de grains gouverne la décroissance de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$. Cependant ce phénomène peut être couplé avec la mise en place d'effets de surface dans les polycristaux.

La figure 90 (b) représentant le paramètre $(1/L - 1/s)$ montre une forte augmentation de ce paramètre pour les polycristaux avec la température alors qu'il reste constant dans le cas des multicristaux. Ceci est à relier avec une réduction des effets de surface pour les polycristaux lorsque la température est augmentée (schématisation de la figure 90 (c)). Ce phénomène n'est donc pas responsable de la décroissance de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ et a même tendance à la minimiser.

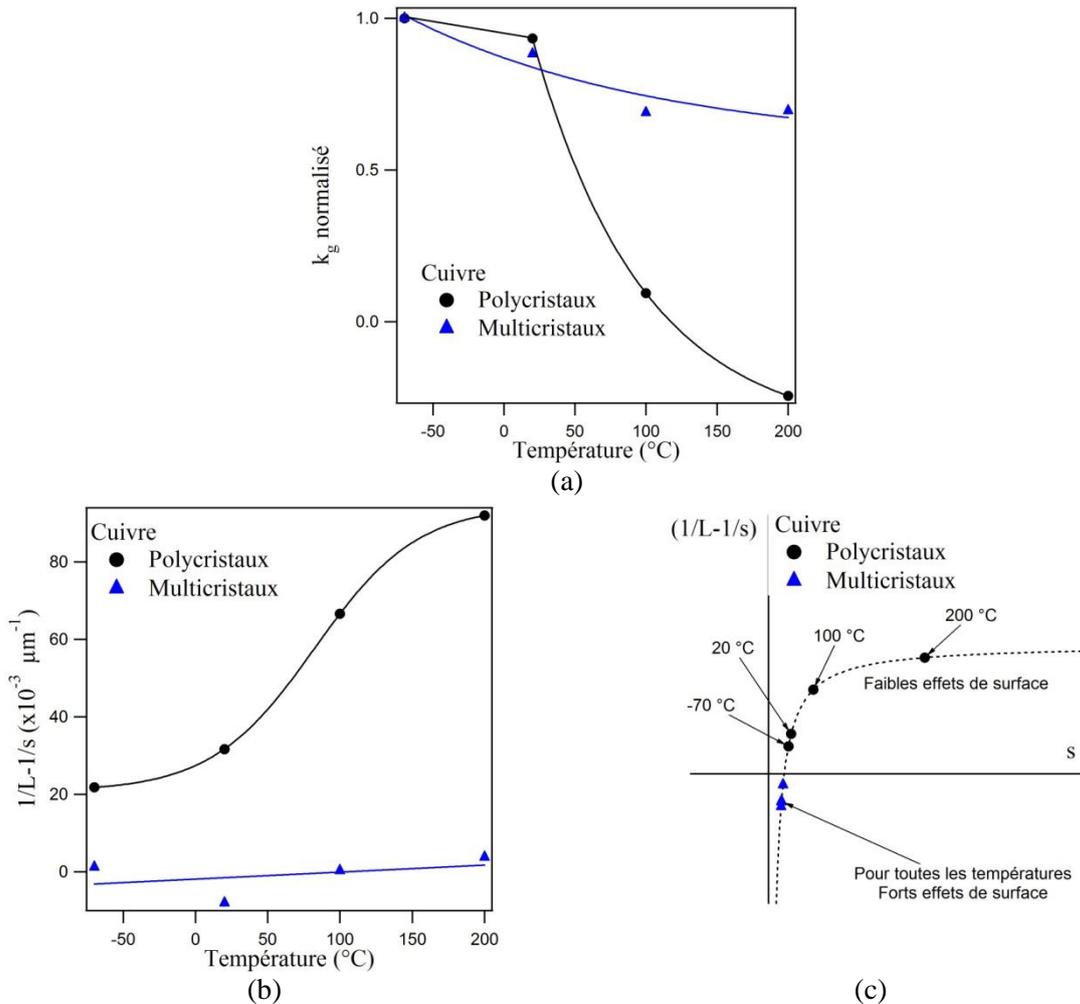


Figure 90 : Evolution du paramètre k_g normalisé par la valeur à -70°C en fonction de la température (a). Evolution du paramètre $(1/L - 1/s)$ en fonction de la température (b). Schématisation de l'évolution des effets de surface avec la température (c). Ces trois graphiques illustrent le cas du cuivre.

Les effets de surface les plus faibles sont donc pour un échantillon polycristallin déformé à 200°C (Figure 90 (c)) Dans ce cas, la valeur $(1/L - 1/s)$ tend vers $1/L$. A partir de cette valeur, on trouve une valeur L correspond à la distance entre les structures de dislocations rémanentes de $11 \mu\text{m}$. On peut relier cette distance entre les dislocations rémanentes à la densité de dislocations initiale ρ_0 . Avec la simple hypothèse d'un réseau carré, on peut considérer que cette densité de dislocations initiale peut être exprimée par l'équation (39) :

$$\rho_0 = \frac{1}{L^2} \quad (39)$$

En appliquant cette équation on obtient une valeur de ρ_0 de $8,3 \times 10^6 \text{ cm/cm}^3$ qui est en bon accord avec les valeurs généralement reportées pour les matériaux recuits.

Comme L est une constante, il est possible de calculer le paramètre s pour les deux types d'échantillons. Les résultats de la figure 91 confirment bien que ces effets de surface restent importants pour les multicristaux avec une valeur faible de s et sont fortement réduits avec la température dans le cas des polycristaux.

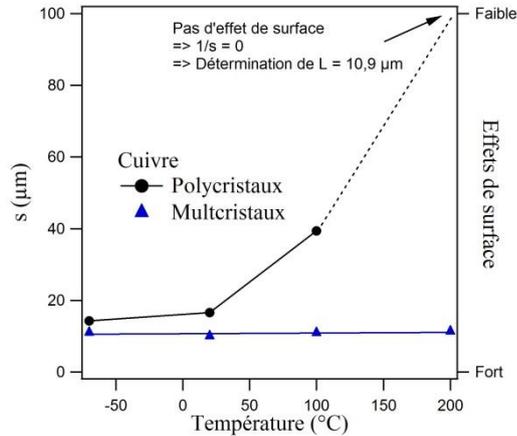


Figure 91 : Evolution du paramètre s caractérisant les effets de surface avec la température pour des polycristaux et des multicristaux de cuivre.

D'après les travaux de Mecking [27], la signification physique du paramètre s caractérise des puits de dislocations. Au niveau de ces puits, la densité de dislocations devient plus faible, provoquant une baisse du niveau de contrainte. La figure 92 (a) schématise ces puits de potentiels créés par la surface libre. La figure 92 (b) illustre le positionnement de ces puits de dislocations dans les grains en surface de l'échantillon. Lorsque le paramètre s est réduit, le gradient de contrainte entre le cœur et la surface devient plus important.

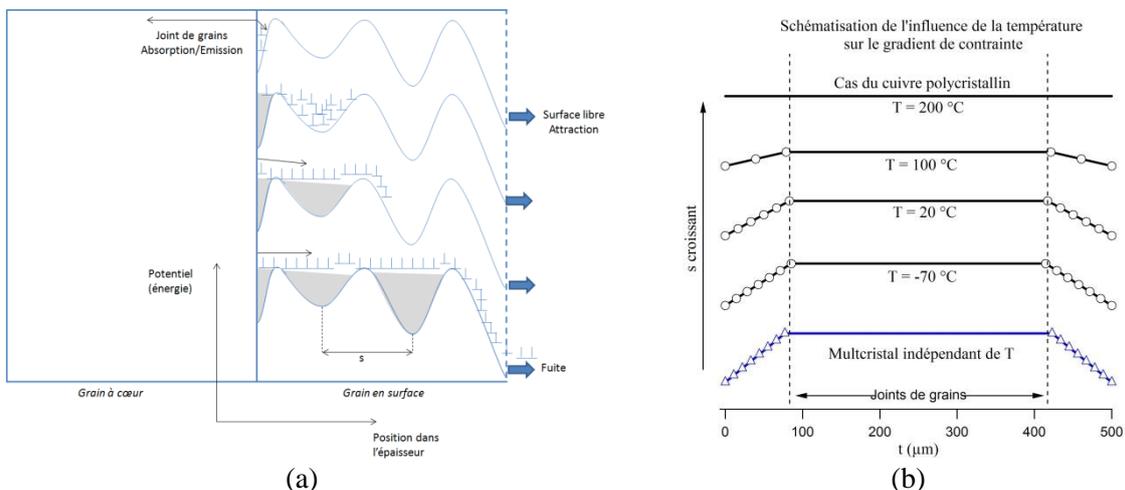


Figure 92 : Schématisation des puits de dislocations (a) et illustration de leur influence sur le gradient de contrainte en fonction de la température pour le cuivre (b).

Il serait donc intéressant de vérifier que ces effets de surface sont réduits pour un échantillon polycristallin. Une étude par MET des gradients de taille de cellules entre le cœur et la surface des échantillons paraît incontournable pour la confirmation de l'influence de la température sur les effets de surface.

5.2.2 Cas du nickel

5.2.2.1 Analyse des résultats expérimentaux, discussion basée sur l'effet de taille de grains et sur les effets de surface

Nous allons chercher à comprendre les phénomènes responsables de la constance du terme $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température que ce soit pour le polycristal ou le multicristal. Deux hypothèses peuvent être formulées :

- Comme dans le cas du cuivre, la contribution des joints de grains s'amointrit avec la température et est compensée avec une diminution encore plus importante des effets de surface. Cette hypothèse est peu probable car l'étude des coefficients k_{HP} a montré que le nickel est moins sensible que le cuivre à la température.
- La seconde possibilité réside sur une contribution des joints de grains de plus en plus importante avec la température. Pour expliquer la constance de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$, la mise en place d'un gradient de contrainte dans l'épaisseur du polycristal est envisageable.

Afin de vérifier ces hypothèses, la représentation de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de $1/d$, présentée sur la figure 93 pour les différentes températures, est nécessaire.

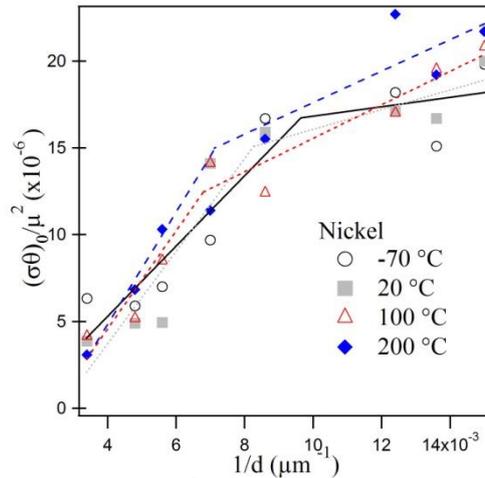


Figure 93 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de l'inverse de la taille de grains pour différentes températures dans le cas du nickel.

La figure 94 (a) montre que la dépendance à la taille de grains du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ devient plus importante avec la température contrairement au cas du cuivre. De plus l'évolution de cette contribution est identique pour les deux types d'échantillons. Ceci montre que les mécanismes microscopiques de déformation des polycristaux et des multicristaux sont similaires. Cette évolution de k_g permet de valider en partie la seconde hypothèse quant à la constance du terme $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température.

La second facteur intervenant dans l'évolution de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ est le paramètre $(1/L - 1/s)$, représentatif des effets de surface. La figure 94 (b) montre la décroissance de ce paramètre avec la température. Cette décroissance plus importante dans le cas des polycristaux que dans le cas des multicristaux traduit une mise en place d'effets de surface dans les échantillons polycristallins (Figure 94 (c)).

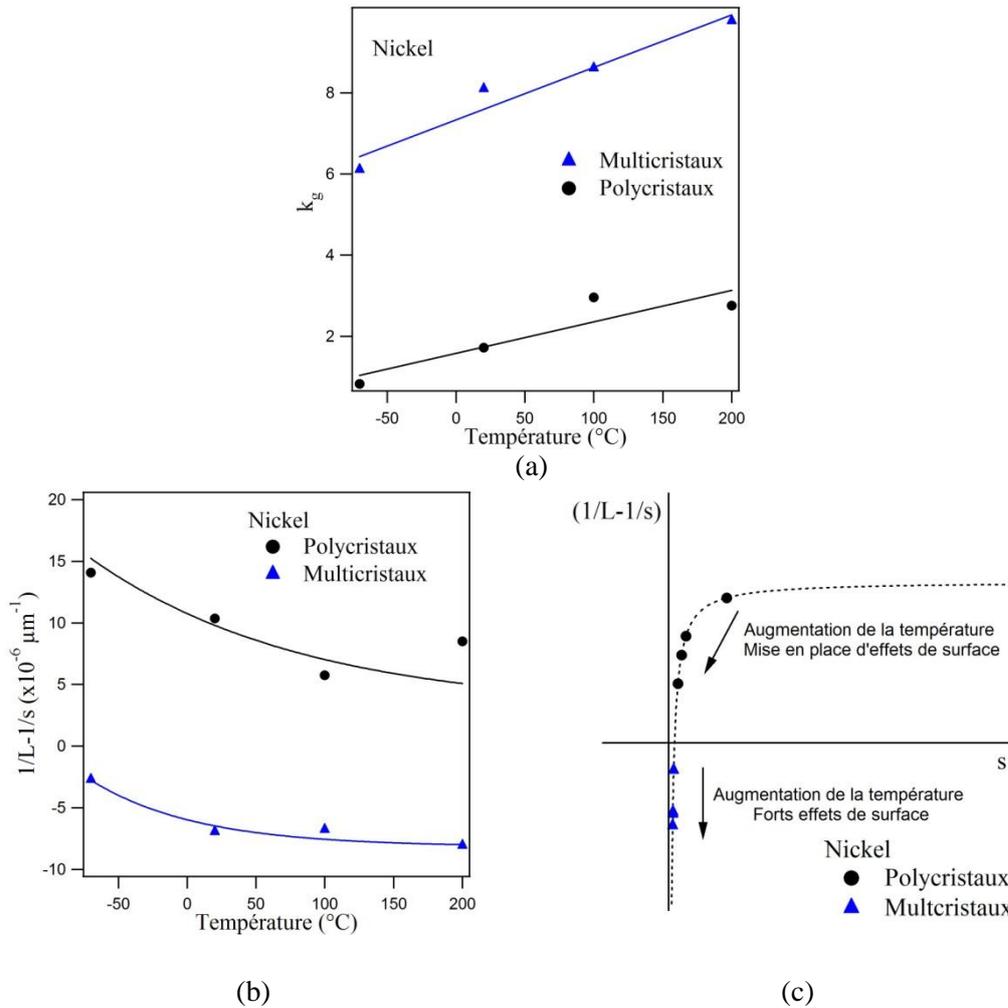


Figure 94 : Evolution de k_g avec la température pour des polycristaux et des multicristaux (a). Evolution du paramètre $(1/L - 1/s)$ en fonction de la température (b). Schématisation de l'évolution des effets de surface avec la température (c). Ces trois graphiques illustrent le cas du nickel.

L'effet de taille de grains et les effets de surface tendent donc à se compenser, entraînant la constance du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température.

Contrairement au cas du cuivre, les effets de surface les plus faibles sont pour un échantillon polycristallin déformé à -70 °C. En suivant la même méthodologie que pour le cuivre, la valeur de L est de $23,4 \mu\text{m}$ (correspondant à une densité de dislocations initiale de $1,8 \cdot 10^6 \text{ cm/cm}^3$) et l'évolution du paramètre s avec la température est présentée, figure 95. Ces résultats confirment que la valeur de s pour les multicristaux est insensible à la température et reste importante, traduisant de forts effets de surface. Dans le cas des polycristaux, cette valeur est décroissante malgré la dispersion expérimentale, révélant la mise en place d'effets de surface.

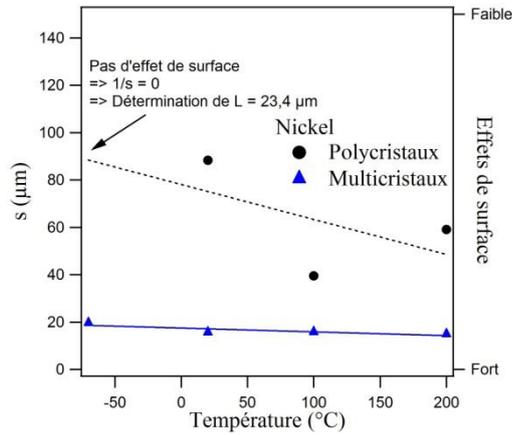


Figure 95 : Evolution du paramètre s caractérisant les effets de surface avec la température pour des polycristaux et des multicristaux de nickel.

La figure 96 illustre l'influence du paramètre s sur le gradient de contrainte. Cette schématisation montre bien la mise en place d'un gradient de contrainte avec la température. Cependant pour les polycristaux s reste grand par rapport aux multicristaux, provoquant un gradient de contrainte moindre.

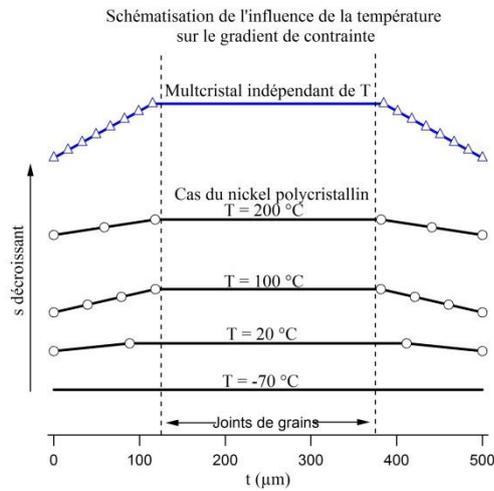


Figure 96 : Schématisation de l'influence paramètre s sur le gradient de contrainte en fonction de la température pour le nickel.

5.2.2.2 Effet de la température sur le gradient de contrainte à travers l'épaisseur : Simulations numériques dans le cas du nickel.

Comme nous l'avons vu dans les paragraphes précédents, la mise en place d'effets de surface provoque un gradient de contrainte dans l'épaisseur. Pour compléter ces résultats expérimentaux, des simulations ont été réalisées, par l'équipe d'Anne-Marie Habraken au laboratoire Argenco de Liège en collaboration avec le GPM de Rouen, à -70 °C et à 300 °C pour deux échantillons : $t/d = 1$ et $t/d = 4$. Des premiers résultats permettent d'étudier l'influence de la température sur le libre parcours moyen des dislocations ainsi que sur le gradient de contrainte. Ces résultats permettent d'apporter certaines confirmations aux extrapolations étudiées avec le formalisme de Mecking-Kocks sur les phénomènes physiques. Ces confirmations sont nécessaires du fait des importantes incertitudes de détermination des paramètres k_g et $(1/L - 1/s)$ à partir des courbes $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de $1/d$ qui montrent une forte dispersion.

La température apparaît dans le modèle de manière explicite au niveau de la loi de comportement utilisée [112] (Annexe A.4). De plus, elle intervient dans la loi d'évolution de la densité de SSDs (acronyme de l'anglais Statistically Stored Dislocations) via un paramètre y_c représentant la distance critique d'annihilation entre deux dislocations. On retrouve ce terme dans l'activation thermique du stade III du formalisme de Mecking – Kocks (équation 19, page 72). Il faut aussi noter que le taux d'évolution des SSDs est directement gouverné par leur libre parcours moyen. L'utilisation de ce modèle est plus amplement décrite dans des travaux précédents [112-114].

Pour pouvoir obtenir des premiers résultats de ces simulations, une étape d'identification du paramètre y_c a été nécessaire. La figure 97 illustre cette étape pour un échantillon de nickel avec quatre grains dans l'épaisseur déformé à -70 °C et à 300 °C . Différentes valeurs de y_c ont été choisies pour chaque température afin d'identifier celles permettant de reproduire les essais expérimentaux.

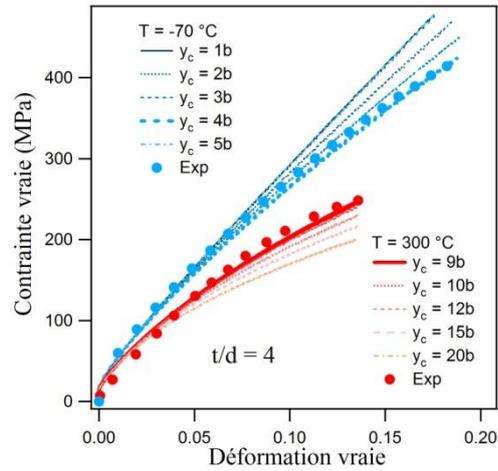


Figure 97 : Illustration de l'étape d'identification de paramètre y_c pour un échantillon de nickel avec un rapport $t/d = 4$ déformé à -70 °C et à 300 °C . b correspond au vecteur de Burgers.

La figure 97 confirme aussi que les résultats issus de la simulation en température sont en bonne adéquation avec les résultats expérimentaux pour un échantillon avec quatre grains dans l'épaisseur et les deux températures de -70 °C et 300 °C . L'essai à -70 °C correspond à une valeur de y_c égale à quatre fois le vecteur de Burgers et à neuf fois le vecteur de Burgers pour l'essai à 300 °C . La température rendant les dislocations plus mobiles, il est cohérent de trouver une distance d'annihilation y_c plus grande à 300 °C qu'à -70 °C .

Les premiers résultats de ces simulations numériques montrent par l'intermédiaire des figures 98 ((a) $t/d = 1$ et (b) $t/d = 4$) que le libre parcours moyen des dislocations devient, à partir de 4 % de déformation, plus important pour 300 °C que pour -70 °C . En raisonnant sur la figure 84, une augmentation du libre parcours moyen induit un gradient de contrainte dans l'épaisseur plus élevé.

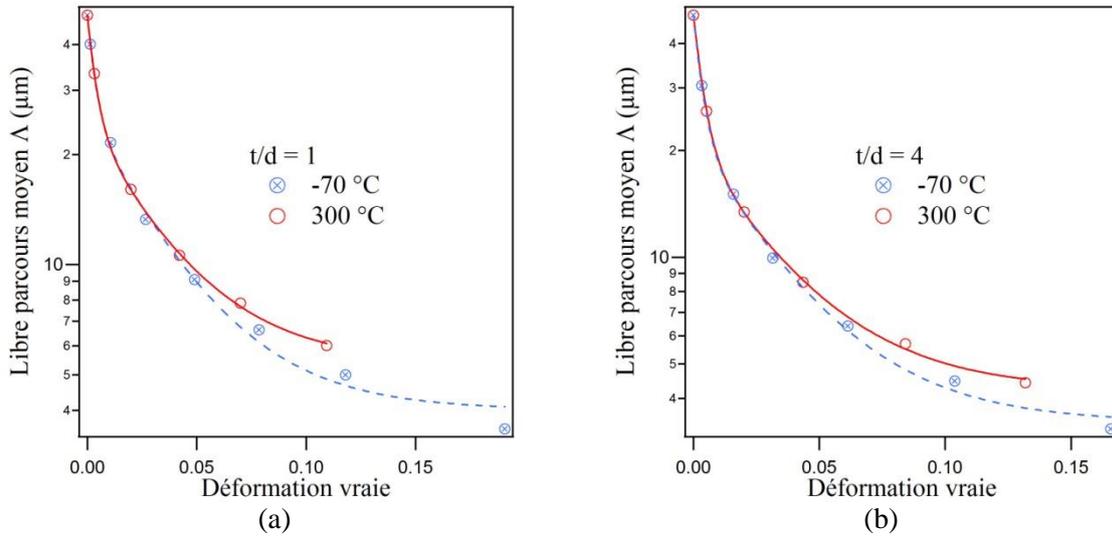


Figure 98 : Evolution du libre parcours moyen des dislocations en fonction de la déformation pour deux températures : $-70\text{ }^\circ\text{C}$ et $300\text{ }^\circ\text{C}$. (a) $t/d = 1$ et (b) $t/d = 4$.

La figure 99 (a) et la figure 99 (b) présentent respectivement pour $t/d = 1$ et $t/d = 4$, le gradient de contrainte de ces échantillons déformés en stade II aux deux températures. Comme le suggérait l'insensibilité à la température du libre parcours moyen dans ce stade, le gradient de contrainte est identique pour les deux températures.

La figure 99 (c) illustre le profil de contrainte à travers l'épaisseur d'un échantillon avec un grain dans l'épaisseur déformé en stade III. Au coeur de l'échantillon la contrainte est la plus élevée. Plus on se rapproche des surfaces libres, plus cette contrainte est réduite. Cependant, ce gradient est plus important à $300\text{ }^\circ\text{C}$ qu'à $-70\text{ }^\circ\text{C}$. Ces résultats sont en bon accord avec ceux de la figure 94 (c) qui montrent l'intensification des effets de surface avec la température.

De la même façon, la figure 99 (d) illustre le profil de contrainte pour un échantillon avec quatre grains dans l'épaisseur déformé en stade III. La contrainte est la plus importante au niveau du joint de grains séparant le grain surfacique de son voisin. Elle est abaissée de 10 % au coeur de l'échantillon et entre 35 % et 45 % proche de la surface libre. Comme dans le cas de $t/d = 1$, le gradient de contrainte est plus important lorsque la température est élevée. Ces résultats traduisent bien la mise en place d'effets de surface pour un polycristal lorsque la température est augmentée. Ceci concorde avec les conclusions de la figure 94 (c).

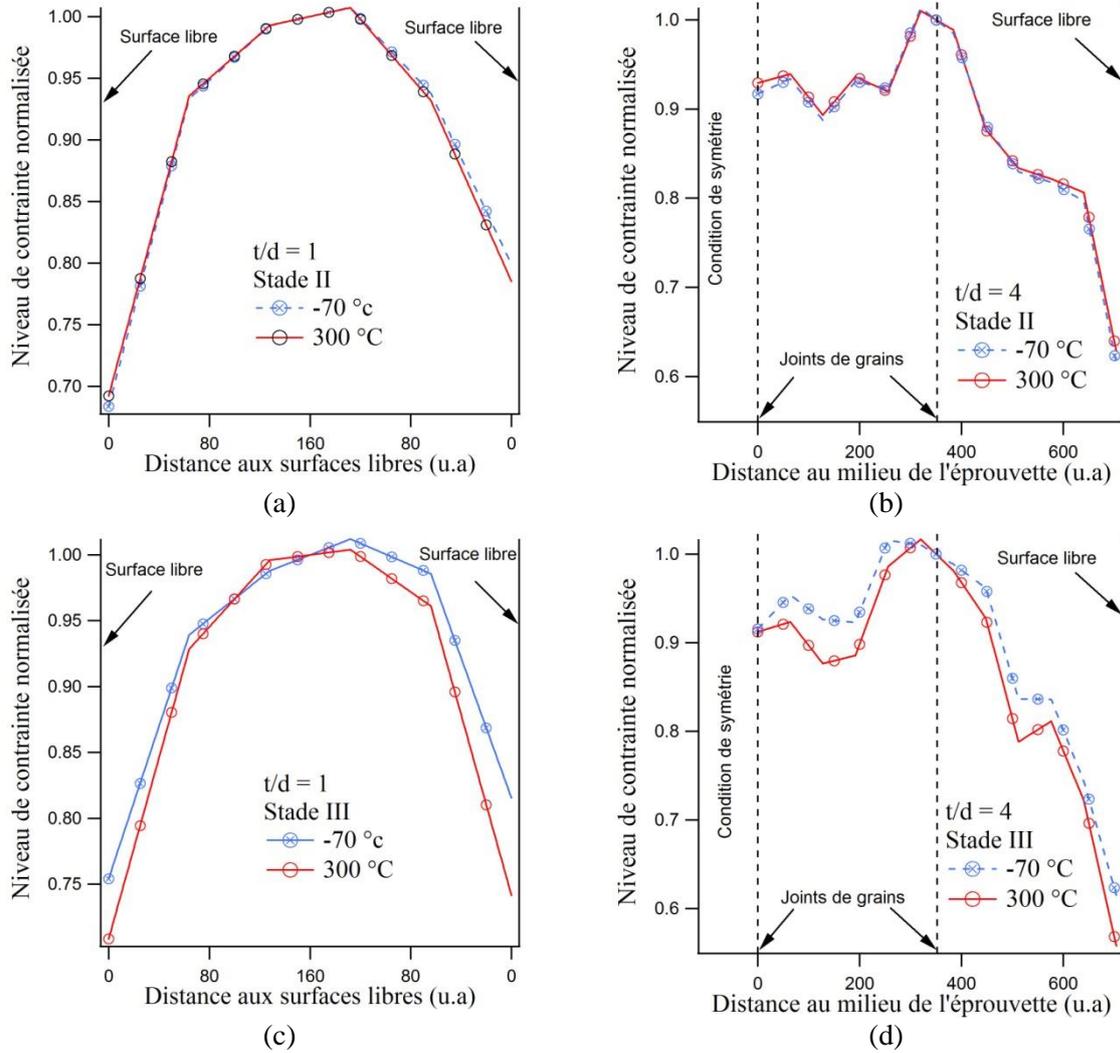


Figure 99 : Profils de contrainte normalisée à travers l'épaisseur pour les deux types d'échantillons ($t/d = 1$ et $t/d = 4$) déformés en stade II (a – b) et en stade III (c – d) aux deux températures (-70 °C et 300 °C).

5.3 Synthèse

L'étude du comportement mécanique du cuivre et du nickel polycristallin a montré que la réduction du nombre de grains dans l'épaisseur des échantillons est responsable de certaines modifications :

- Une baisse de la contrainte d'écoulement macroscopique lorsque le rapport t/d est inférieur à une valeur critique dépendant de l'énergie de faute d'empilement et de la température. Cet adoucissement est lié à une modification de la taille des cellules de dislocations entre le cœur et la surface qui provoque un gradient de contrainte dans l'épaisseur. Lorsque le taux de triaxialité est augmenté, les effets de surface apparaissent pour un niveau de déformation plus important et de façon plus intense.
- Une modification des caractéristiques d'écrouissage. Cette modification intervient au niveau de trois paramètres, le taux d'écrouissage en stade II, la contrainte d'activation du stade III et la contribution des joints de grains à l'écrouissage. Une grande différence apparaît donc entre les échantillons avec un rapport $t/d < (t/d)_c$ et les échantillons avec un rapport $t/d > (t/d)_c$.
- Cette différence entre les deux types d'échantillons est réduite lors de la mise en température. Ce paramètre agit directement sur les mécanismes de déformation et n'influence pas de la même façon le comportement du cuivre, matériau avec une faible énergie de faute d'empilement et le nickel, matériau avec une forte γ_{EFE} .

Le cuivre et le nickel se comporte différemment malgré des mécanismes de déformation très proches. Une augmentation de température réduit les effets de surface ainsi que la sensibilité à la taille de grains pour le premier alors que le contraire est observé pour le second. Pour apporter une explication à ces phénomènes, une analyse plus fine des modes de déformation en température pourrait être envisagée.

Le tableau 9 synthétise les paramètres influents sur les mécanismes de déformation et montre que ces mécanismes ne semblent pas être gouvernés par le même facteur pour les deux matériaux.

	Nickel	Cuivre
γ_{EFE}	Forte	Faible
Facilité de l'activation du glissement dévié Figure 80 (a) [26, 109]	Oui	Non
Facilité de l'activation du glissement dévié lorsque la température augmente Figure 69 (c)	Oui mais pas plus qu'à l'ambiante	Oui
Effet de la température sur le comportement Figure 73 (c)	Faible	Fort
Sensibilité de la taille de grains à la température Figure 94 (a) Figure 90 (a)	Faible augmentation	Forte diminution
Sensibilité des effets de surface à la température Figure 94 (c) Figure 90 (b)	Faible mise en place (polycristaux)	Forte réduction (polycristaux)
Paramètre contrôlant les mécanismes	Forte énergie de faute	Mise en température

Tableau 9 : Paramètres influençant les mécanismes de déformation.

Pour terminer cette synthèse, la figure 100 propose deux cartographies « bilans » de ces travaux de thèse. La première (Figure 100 (a)) montre l'influence de la température, de l'énergie de faute d'empilement et du taux de triaxialité sur le rapport $(t/d)_c$. La seconde (Figure 100 (b)) représente l'influence des mêmes paramètres sur le niveau de déformation à partir duquel le comportement mécanique est modifié.

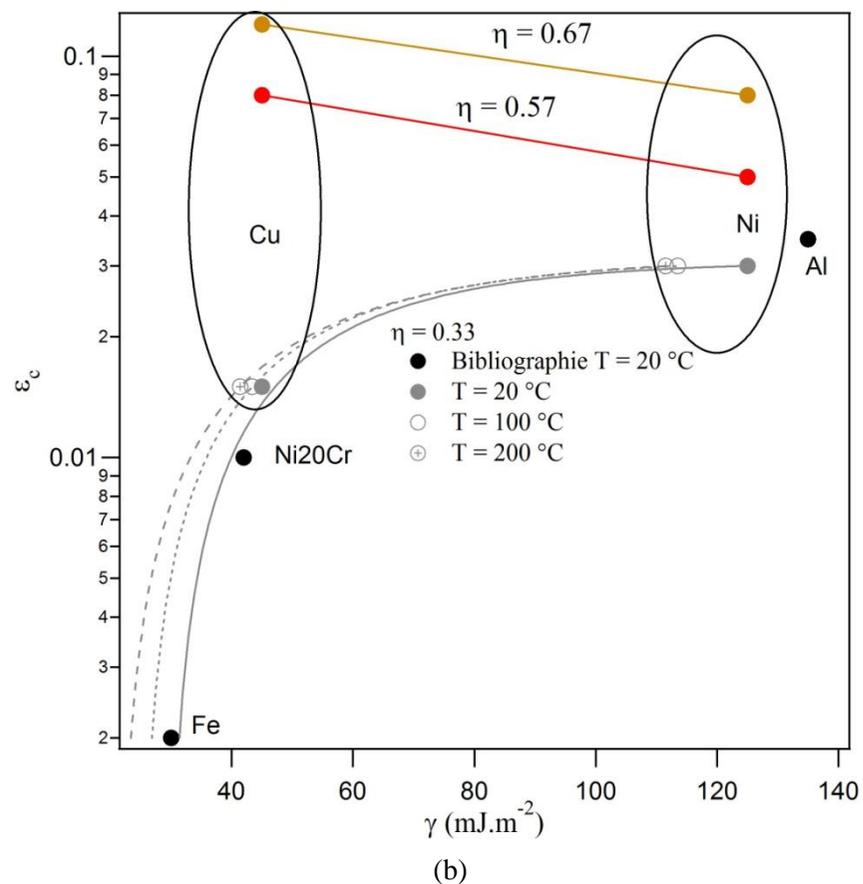
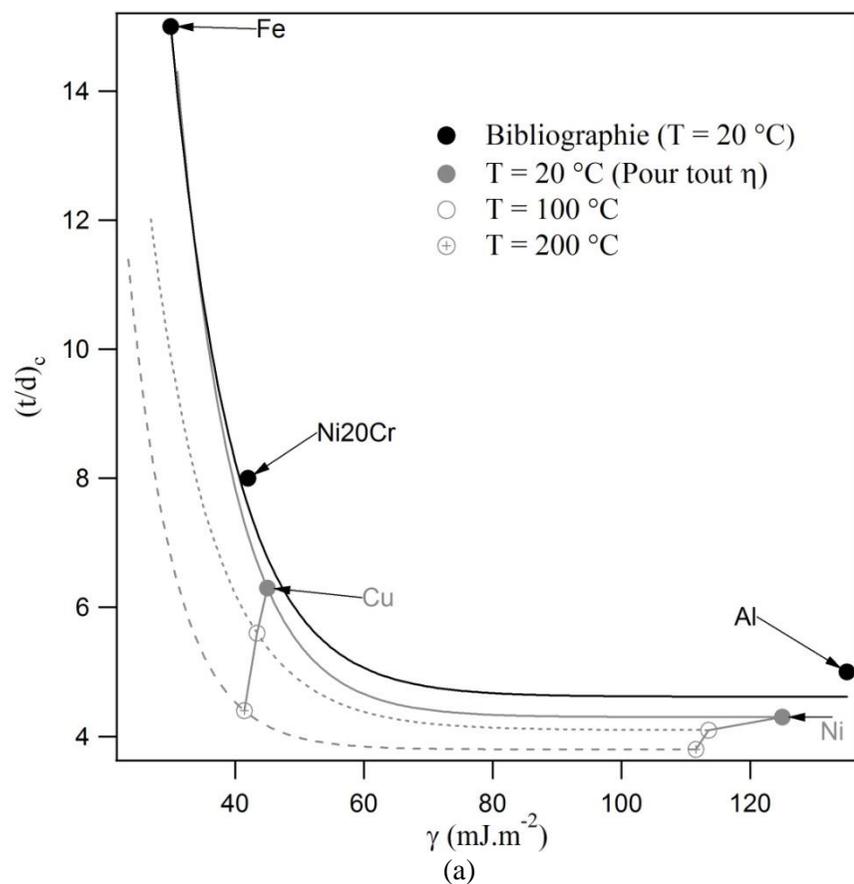


Figure 100 : Cartographies des paramètres influents (température, énergie de faute d'empilement, taux de triaxialité) sur les deux paramètres critiques identifiés lors de la modification du comportement mécanique : (a) $(t/d)_c$ et (b) ϵ_c .

Conclusions et perspectives

Ces travaux de thèse expérimentaux composés d'essais mécaniques en traction ou avec des chargements complexes, ainsi que d'observations en MET et de premiers résultats de simulations numériques ont montré une modification des propriétés mécaniques du cuivre et du nickel polycristallins lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur (t/d) est réduit. Cette modification qui engendre une transition polycristal/multicristal est affectée par la température, le taux de triaxialité et l'énergie de faute d'empilement.

La synthèse bibliographique des travaux antérieurs basée sur les mécanismes de déformation des métaux CFC et sur les effets de taille a permis d'orienter nos travaux sur l'effet de taille de grains et l'effet du rapport t/d . Le choix de travailler sur des matériaux à épaisseur constante et à tailles de grains variables nous a permis d'étudier ces effets. La caractérisation systématique de la microstructure en termes de taille de grains, de répartition statistique, de type de joints de grains et de texture cristallographique assure la connaissance totale de chaque échantillon utilisé. La description détaillée de la méthodologie des essais expérimentaux a pour but de pouvoir transmettre ce travail pour des études futures.

L'étude à température ambiante à l'aide d'essais de traction et d'emboutissage a montré un fort adoucissement du comportement mécanique lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur est inférieur à une valeur critique. Ce rapport $(t/d)_c$ dépend de l'énergie de faute d'empilement du matériau et prend une valeur de quatre pour le nickel et de six pour le cuivre. Cette modification du comportement n'intervient qu'à partir d'un certain niveau de déformation ε_c qui devient de plus en plus important avec le taux de triaxialité. Ces valeurs critiques définissent la transition polycristal/multicristal. Le caractère multicristallin est défini par un effet de taille de grains accru par rapport au polycristal, un retard du glissement dévié, et la mise en place d'effets de surface. Ces effets sont caractérisés par un gradient de taille de cellules de dislocations provoquant un gradient de contrainte dans l'épaisseur de l'échantillon.

L'étude en température a permis de montrer dans un premier temps que ce paramètre affecte plus les matériaux à faible énergie de faute d'empilement que ceux à forte γ_{EFE} . La mise en température réduit le rapport $(t/d)_c$, l'effet de taille de grains, et favorise le glissement dévié. Les différences de comportement entre les échantillons polycristallins et les échantillons multicristallins sont donc fortement atténuées lorsque la température est supérieure à l'ambiante. Seuls les polycristaux sont affectés par la température, mais de manière différente selon le matériau. L'augmentation de température provoque, pour le cuivre une diminution de la sensibilité à la taille de grains et une réduction des effets de surface. Cependant pour le nickel, la température favorise la mise en place d'effets de surface dans les polycristaux qui est compensée par une augmentation de la contribution des joints de grains. Cette annihilation se traduit par une faible influence de la température sur ce matériau. Les premiers résultats de simulation numérique ont montré que le gradient de contrainte dans l'épaisseur était affecté par la température. Néanmoins ces résultats restent à compléter pour les deux matériaux, notamment par une étude expérimentale de l'évolution du gradient de taille de cellules de dislocations à travers l'épaisseur.

D'autres expériences sont nécessaires pour poursuivre ces travaux sur les effets de taille. Trois axes sont proposés comme perspectives d'études futures envisageables :

- Concernant *l'influence de l'énergie de faute d'empilement*, deux pistes pourraient être explorées. La première serait d'étudier les effets de taille sur un alliage comme par exemple le CuAl ou le NiCr avec différents pourcentages d'aluminium et de chrome. Ces éléments permettent d'abaisser l'énergie de faute d'empilement du composant majoritaire [55], et devraient influencer fortement la valeur du rapport $(t/d)_c$. Une étude en température provoquerait une augmentation de cette énergie de faute d'empilement, contrairement aux métaux purs, influençant la transition polycristal/multicristal.

La seconde piste à explorer pourrait être de travailler avec des métaux purs mais ayant une structure cristalline différente comme par exemple le fer (cubique centré) ou encore le cobalt (hexagonal compact) pour savoir si ces études sur les effets de taille sont applicables à des mécanismes de déformation plus complexes et encore mal connus.

- Concernant *les effets de taille*, l'effet de l'épaisseur contingent à une modification des dimensions dans la problématique de miniaturisation pourrait être exploré. L'étude de Hug *et al.* [46] à taille de grains constante et épaisseurs

variables sur du nickel pourrait être approfondie par une étude de la loi de Hall et Petch à différentes épaisseurs. A partir d'une telle base de données expérimentales, la décorrélation des domaines d'interaction des effets de taille (taille de grains, épaisseur et nombre de grains dans l'épaisseur) deviendrait possible. La possibilité d'étudier cet effet d'épaisseur en température est aussi envisageable, mais commence à devenir difficile au niveau de la réalisation des essais mécaniques.

- Concernant *la mise en forme*, trois pistes sont, à terme, à prévoir. Dans un premier temps, il apparaît comme une évidence qu'il est important de compléter l'étude sur l'influence du taux de triaxialité en réalisant d'autres trajets de chargement compris entre le cisaillement ($\eta = 0$) et l'expansion biaxiale ($\eta = 2/3$). Dans un deuxième temps, la possibilité d'étudier ces effets de taille à travers un autre procédé d'emboutissage, comme l'ont réalisé Molotnikov *et al.* [69] avec un essai Swift. La possibilité de montrer l'effet du rapport t/d sur le paramètre industriel qu'est le Rapport Limite d'Emboutissage, voire sur une Courbe Limite de Formage semble être une perspective intéressante. La dernière piste serait d'étudier l'influence du taux de triaxialité en température. Seuls quelques travaux [115] traitent des effets de taille durant le microformage à chaud. La possibilité de pouvoir, par l'intermédiaire de ces essais, faire varier les deux paramètres critiques $(t/d)_c$ et ε_c peut permettre de proposer des solutions industrielles intéressantes.

Ces travaux apportent donc une véritable avancée tant du point de vue théorique qu'applicatif. L'influence de la température sur les effets de surface permet d'affiner les études précédentes sur les transitions volume/surface. Les divers chargements étudiés ouvrent de nouvelles perspectives sur les procédés de mise en forme des microsystèmes.

Références bibliographiques

- [1] **G. Nakawa, A. V. Finn, M. Vorpahl, E. Ladich, R. Kutys, I. Balazs, F. D. Kolodgie, R. Virmani.** *Incidence and predictors of drug-eluting, Stent fracture in human coronary artery, a pathologic analysis.* Journal of the American College of Cardiology 54, 2009, pp. 1924-1931.
- [2] **E. O. Hall.** *The deformation and ageing of mild steel : III discussion of results.* Physical Society of London 64, 1951, pp. 747-753.
- [3] **N. J. Petch.** *The cleavage strength of polycrystals.* Journal of Iron Steel Institute 174, 1953, pp. 25-28.
- [4] **J. T. Fourie.** *The flow stress gradient between the surface and centre of deformed copper single crystals.* Philosophical Magazine 17, 1968, pp. 735-756.
- [5] **J. T. Fourie.** *Sub-surface dislocation structure of deformed copper.* Philosophical Magazine 21, 1970, pp. 977-985.
- [6] **J. T. Fourie, N. C. G. Dent.** *The soft surface effect in deformed α -phase Cu-5.8 At.% Al.* Acta Metallurgica 20, 1972, pp. 1291-1296.
- [7] **J. T. Fourie.** *Soft surface effect in copper single crystals oriented for multiple glide and in polycrystalline copper* in Strength of Metals and Alloys proceeding of the 7th international conference, ed. Pergamon Press, 1986.
- [8] **E. Arzt.** *Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: a comparative review.* Acta Materialia 46, 1998, pp. 5611-5626.
- [9] **U. Engel, R. Eckstein.** *Microforming-from basic research to its realization.* Journal of Materials Processing Technology 125-126, 2002, pp. 35-44.
- [10] **M. Geiger, M. Kleiner, R. Eckstein, N. Tiesler, U. Engel.** *Microforming.* CIRP Annals - Manufacturing Technology 50, 2001, pp. 445-462.
- [11] **A. Diehl, U. Engel, M. Geiger.** *Influence of microstructure on the mechanical properties and the forming behaviour of very thin metal foils.* The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 47, 2010, pp. 53-61.
- [12] **A. Maras.** *Caractérisation mécanique et microstructurale des alliages Ni-20Cr utilisés dans la conception de dispositifs de déclenchement d'airbags.* Rapport de DEA, Université de Technologie de Compiègne, 2004.
- [13] **M. Risbet, E. Hug, N. Buiron.** *Interactions entre propriétés thermomécaniques et propriétés électriques d'alliages Ni-20Cr de faibles épaisseurs.* 17^{ème} Congrès Français de Mécanique 2005.
- [14] **C. Keller.** *Etude expérimentale des transitions volume/surface des propriétés mécaniques du nickel polycristallin de haute pureté.* Thèse de doctorat, Université de Caen Basse-Normandie, 2009.
- [15] **M. Rudloff.** *Contribution à l'étude des mécanismes de transition volume/surface du comportement mécanique d'un alliage nickel chrome.* Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 2010.
- [16] **S. L. Shang, W. Y. Wang, Y. Wang, Y. Du, J. X. Zhang, A. D. Patel, Z. K. Liu.** *Temperature-dependent ideal strength and stacking fault energy of fcc Ni: a first-principles study of shear deformation.* Journal of Physics: Condensed Matter 24, 2012, pp. 1-10.

- [17] **R. Meyer, L. J. Lewis.** *Stacking-fault energies for Ag, Cu, and Ni from empirical tight-binding potentials.* Physical Review B 052106 66, 2002, pp. 1-4.
- [18] **S. Miyazaki, K. Shibata, H. Fujita.** *Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes.* Acta Metallurgica 27, 1979, pp. 855-862.
- [19] **D. François, A. Pineau, A. Zaoui.** *Elasticité et plasticité* in Comportement mécanique des matériaux, ed. Hermes, 1991.
- [20] **J. G. Sevillano.** *Flow stress and work hardening* in Material Science and Technology, ed. VCH Publishers Inc, 1993.
- [21] **P. N. B. Anongba.** *Contribution à l'étude des stades de durcissement du cuivre.* Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique fédérale de Lausanne, 1989.
- [22] **E. Aernoudt, P. V. Houtte, T. Leffers.** *Deformation and textures of metals at large strain* in Material Science and technology, ed. VCH Publishers Inc, 1993.
- [23] **M. F. Ashby.** *The deformation of plastically non-homogeneous materials.* Philosophical Magazine 21, 1970, pp. 399-424.
- [24] **U. F. Kocks, H. Mecking.** *Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case.* Progress in Materials Science 48, 2003, pp. 171-273.
- [25] **J. E. Flinn, D. P. Field, G. E. Korth, T. M. Lillo, J. Macheret.** *The flow stress behavior of OFHC polycrystalline copper.* Acta Materialia 49, 2001, pp. 2065-2074.
- [26] **X. Feaugas, H. Haddou.** *Grain-size effect on tensile behaviour of nickel and AISI 316L stainless steel.* Metallurgical Transactions 34 A, 2003, pp. 2329-2340.
- [27] **H. Mecking.** *Description of hardening curves of fcc single and polycrystals* in Work hardening in tension and fatigue, ed. Metallurgical and Petroleum Engineers American Institute of Mining, 1977.
- [28] **X. Feaugas, H. Haddou.** *Effects of the grain size on the dislocation organization and internal stresses developed under tensile loading in fcc metals.* Philosophical Magazine A 87, 2007, pp. 989-1018.
- [29] **N. Hansen, X. Huang.** *Microstructure and flow stress of polycrystals and single crystals.* Acta Materialia 46, 1998, pp. 1827-1836.
- [30] **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, 1999, pp. 3617-3632.
- [31] **S. R. Chen, U. F. Kocks.** *High-temperature plasticity in copper polycrystals* in High temperature constitutive modeling : Theory and applications, ASME, New York, ed. A.D. Freed and K.P. Walker, 1991.
- [32] **R. W. Armstrong, I. Codd, R. M. Douthwaite, N. J. Petch.** *The plastic deformation of polycrystalline aggregates.* Philosophical Magazine 7, 1962, pp. 45-58.
- [33] **A. W. Thompson, M. I. Baskes, W. F. Flanagan.** *The dependence of polycrystal work hardening on grain size.* Acta Metallurgica 21, 1973, pp. 1017-1028.
- [34] **U. F. Kocks.** *Realistic constitutive relations for metal plasticity.* Materials Science and Engineering A 317, 2001, pp. 181-187.
- [35] **T. Tabata, K. Takagi, H. Fujita.** *The effect on the size and deformation sub-structure on mechanical properties of polycrystalline copper and Cu-Al alloys.* Materials Transactions JIM 6, 1975, pp. 569-579.
- [36] **A. W. Thompson.** *Polycrystal hardening* in Work Hardening in Tension and Fatigue, ed. Metallurgical and Petroleum Engineers American Institute of Mining, 1977.
- [37] **P. J. M. Janssen, T. H. de Keijser, M. G. D. Geers.** *An experimental assessment of grain size effects in the uniaxial straining of thin Al sheet with a few grains across the thickness.* Materials Science and Engineering: A 419, 2006, pp. 238-248.
- [38] **H. Conrad.** *Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in Cu.* Materials Science and Engineering: A 341, 2003, pp. 216-228.

- [39] **C. Sansal.** *Plasticité et effet de taille dans les polycristaux à grains micrométriques : simulations mésoscopiques et modélisation.* Thèse de doctorat, Ecole centrale des arts et manufactures Paris, 2007.
- [40] **M. A. Haque, M. T. A. Saif.** *Strain gradient effect in nanoscale thin films.* Acta Materialia 51, 2003, pp. 3053-3061.
- [41] **H. D. Espinosa, B. C. Prorok, B. Peng.** *Plasticity size effects in free-standing submicron polycrystalline FCC films subjected to pure tension.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids 52, 2004, pp. 667-689.
- [42] **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 A: Physical 99, 2002, pp. 172-182.
- [43] **J. F. Michel, P. Picart.** *Size effects on the constitutive behaviour for brass in sheet metal forming.* Journal of Materials Processing Technology 141, 2003, pp. 439-446.
- [44] **G. Simons, C. Weippert, J. Dual, J. Villain.** *Size effects in tensile testing of thin cold rolled and annealed Cu foils.* Materials Science and Engineering: A 416, 2006, pp. 290-299.
- [45] **C. Keller, E. Hug, X. Feaugas.** *Microstructural size effects on mechanical properties of high purity nickel.* International Journal of Plasticity 27, 2011, pp. 635-654.
- [46] **E. Hug, C. Keller.** *Intrinsic effects due to the reduction of thickness on mechanical behavior of Nickel polycrystals.* Metallurgical and Materials Transactions A 41, 2010, pp. 2498-2506.
- [47] **N. Hansen.** *The effect of grain size and strain on the tensile flow stress of aluminium at room temperature.* Acta Metallurgica 25, 1977, pp. 863-869.
- [48] **L. V. Raulea, A. M. Goijaerts, L. E. Govaert, F. P. T. Baaijens.** *Size effects in the processing of thin metal sheets.* Journal of Materials Processing Technology 115, 2001, pp. 44-48.
- [49] **C. Keller, E. Hug.** *Hall-Petch behaviour of Ni polycrystals with a few grains per thickness.* Materials Letters 62, 2008, pp. 1718-1720.
- [50] **C. Keller, E. Hug, R. Retoux, X. Feaugas.** *TEM study of dislocation patterns in near-surface and core regions of deformed nickel polycrystals with few grains across the cross section.* Mechanics of Materials 42, 2010, pp. 44-54.
- [51] **C. Keller, E. Hug, D. Chateigner.** *On the origin of the stress decrease for nickel polycrystals with few grains across the thickness.* Materials Science and Engineering: A 500, 2009, pp. 207-215.
- [52] **D. Kuhlmann-Wilsdorf.** *Theory of plastic deformation : properties of low energy dislocation structures.* Materials Science and Engineering: A 113, 1989, pp. 1-41.
- [53] **K. Sumino, Y. Kawasaki, M. Yamamoto, M. P. Sumino.** *Plastic deformation of foil copper crystals-II electron microscopical study.* Acta Metallurgica 11, 1963, pp. 1235-1243.
- [54] **K. Sumino, M. Yamamoto.** *Plastic deformation of foil copper crystals-I study of work hardening behaviour.* Acta Metallurgica 11, 1963, pp. 1235-1243.
- [55] **L. Rémy, A. Pineau, B. Thomas.** *Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys.* Materials Science and Engineering 36, 1978, pp. 47-63.
- [56] **R. W. Armstrong.** *On the size effects in polycrystal plasticity.* Journal of the Physics and Mechanics of Solids 9, 1961, pp. 196-199.
- [57] **F. Vollertsen, H. Schulze Niehoff, Z. Hu.** *State of the art in micro forming.* International Journal of Machine Tools and Manufacture 46, 2006, pp. 1172-1179.
- [58] **S. Jakani.** *Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé.* Thèse de doctorat, Université Paris Sud - Orsay, 2004.

- [59] **J. Bénard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot.** *Métallurgie générale*. Masson, 1984.
- [60] **H. Gleiter.** *Microstructure in Physical Metallurgy*, ed. R.W. Cahn and P. Haasen, 1983.
- [61] **S. Berbenni, V. Favier, M. Berveiller.** *Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials*. International Journal of Plasticity 23, 2007, pp. 114-142.
- [62] **C. B. Thomson, V. Randle.** "Fine tuning" at Σ^3 boundaries in nickel. Acta Materialia 45, 1997, pp. 4909-4916.
- [63] **M. Frommert, C. Zobrist, L. Lahn, A. Böttcher, D. Raabe, S. Zaefferer.** *Texture measurement of grain-oriented electrical steels after secondary recrystallization*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320, 2008, pp. 657-660.
- [64] **H. Mughrabi.** *On the current understanding of strain gradient plasticity*. Materials Science and Engineering: A 387-389, 2004, pp. 209-213.
- [65] **P. J. M. Janssen, J. P. M. Hoefnagels, T. 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, 2008, pp. 2687-2706.
- [66] **M.-C. Cai, L.-S. Niu, X.-F. Ma, H.-J. Shi.** *A constitutive description of the strain rate and temperature effects on the mechanical behavior of materials*. Mechanics of Materials 42, 2010, pp. 774-781.
- [67] **J. Bretschneider, C. Holste, B. Tippelt.** *Cyclic plasticity of nickel single crystals at elevated temperatures*. Acta Materialia 45, 1997, pp. 3775-3783.
- [68] **F. Vollertsen, Z. Hu, H. S. Niehoff, C. Theiler.** *State of the art in micro forming and investigations into micro deep drawing*. Journal of Materials Processing Technology 151, 2004, pp. 70-79.
- [69] **A. Molotnikov, R. Lapovok, C. F. Gu, C. H. J. Davies, Y. Estrin.** *Size effects in micro cup drawing*. Materials Science and Engineering: A 550, 2012, pp. 312-319.
- [70] **A. Molotnikov, R. Lapovok, C. H. J. Davies, W. Cao, Y. Estrin.** *Size effect on the tensile strength of fine-grained copper*. Scripta Materialia 59, 2008, pp. 1182-1185.
- [71] **M. W. Fu, B. Yang, W. L. Chan.** *Experimental and simulation studies of micro blanking and deep drawing compound process using copper sheet*. Journal of Materials Processing Technology 213, 2013, pp. 101-110.
- [72] **W. L. Chan, M. W. Fu, J. Lu, J. G. Liu.** *Modeling of grain size effect on micro deformation behavior in micro-forming of pure copper*. Materials Science and Engineering: A 527, 2010, pp. 6638-6648.
- [73] **A. W. Thompson.** *Substructure Strengthening Mechanisms*. Metallurgical Transactions A 8A, 1977, pp. 833-842.
- [74] **N. Hansen.** *Polycrystalline strengthening*. Metallurgical Transactions A 16A, 1985, pp. 2167-2190.
- [75] **H. Mecking, U. F. Kocks.** *Kinetics of flow and strain-hardening*. Acta Metallurgica 29, 1981, pp. 1865-1875.
- [76] **G. I. Taylor.** *The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A 145, 1934, pp. 362-387.
- [77] **G. I. Taylor.** *The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part II. Comparison with Observations*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A 145, 1934, pp. 388-404.
- [78] **H. Mughrabi.** *A two-parameter description of heterogeneous dislocation distribution in deformed metal crystal*. Material Science and Engineering A 85, 1987, pp. 15-31.
- [79] **U. Essmann, H. Mughrabi.** *Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities*. Philosophical Magazine A 40, 1979, pp. 731-756.

- [80] **T. Narutani, J. Takamura.** *Grain-size strengthening in terms of dislocation density measured by resistivity.* Acta Metallurgica and Materialia 39, 1991, pp. 2037-2049.
- [81] **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, 2008, pp. 3591-3593.
- [82] **E. Hug, P. A. Dubos, C. Keller.** *Temperature dependence and size effects on strain hardening mechanisms in copper polycrystals.* Materials Science and Engineering: A 574, 2013, pp. 253-261.
- [83] **X. Huang.** *Grain Orientation Effect on Microstructure in Tensile Strained Copper.* Scripta Materialia 38, 1998, pp. 1697-1703.
- [84] **X. Huang, A. Borrego, W. Pantleon.** *Polycrystal deformation and single crystal deformation: dislocation structure and flow stress in copper.* Materials Science and Engineering: A 319-321, 2001, pp. 237-241.
- [85] **H. Mughrabi.** *Investigations of Plastically Deformed Copper Single Crystals in the Stress-Applied State. I. A Study of the Dislocation Behaviour in the Surface Region and in the Bulk.* physica status solidi (b) 39, 1970, pp. 317-327.
- [86] **J. J. Gracio, J. V. Fernandes, J. H. Schmitt.** *Effect of grain size on substructural evolution and plastic behaviour of copper.* Materials Science and Engineering: A 118, 1989, pp. 97-105.
- [87] **J. Rao, S. K. Varma.** *The effect of grain size and strain rate on the.* Metallurgical Transactions A 24, 1993, pp. 2559-2568.
- [88] **D. Sil, S. K. Varma.** *The combined effect of grain size and strain rate on the dislocation substructures and mechanical properties in pure aluminum.* Metallurgical Transactions A 24, 1993, pp. 1153-1161.
- [89] **N. Hansen, B. Ralph.** *The strain and grain size dependence of the flow stress of copper.* Acta Metallurgica 30, 1982, pp. 411-417.
- [90] **H. Mughrabi.** *Some consequences of surface and size effects in plastically deformed copper single crystals.* physica status solidi (b) 44, 1971, pp. 391-402.
- [91] **M. Fu, W. Chan, B. Yang.** *Study of size effects on material deformation behaviour in micro-deep drawing of copper sheet metal.* Steel research international Special edition, 2011, pp. 985-990.
- [92] **N. A. Sene.** *Etudes expérimentales et numériques de la microformabilité des matériaux métalliques de faible épaisseur.* Thèse de doctorat, Université de Savoie, 2010.
- [93] **N. A. Shuaib.** *An investigation of size effects of thin sheet formability for microforming applications.* Thèse de doctorat, University of Kentucky, 2008.
- [94] **C. Keller, M. Rachik, E. Hug.** *Influence of the number of grains per thickness on strain hardening and process of Nickel polycrystals.* Steel research international 79, 2008, pp. 176-182.
- [95] **M. Koç, E. Billur, Ö. N. Cora.** *An experimental study on the comparative assessment of hydraulic bulge test analysis methods.* Materials & Design 32, 2011, pp. 272-281.
- [96] **Y. Y. Zhu, S. Cescotto, A.-M. Habraken.** *A fully coupled elastoplastic damage modeling and fracture criteria in metalforming processes.* Journal of Materials Processing Technology 32, 1992, pp. 197-204.
- [97] **Y. Y. Zhu, S. Cescotto.** *A fully coupled elasto-visco-plastic damage theory for anisotropic materials.* International Journal of Solids and Structures 32, 1995, pp. 1607-1641.
- [98] **R. Hill.** *The mathematical theory of plasticity.* Oxford University Press, 1950.
- [99] **R. Hill.** *A theory of the yielding and plastic flow of anisotropy metals.* Proceedings of the Royal Society of London A193, 1948, pp. 281-297.

- [100] **T. A. Kals, R. Eckstein.** *Miniaturization in sheet metal working.* Journal of Materials Processing Technology 103, 2000, pp. 95-101.
- [101] **Z. Marciniak, J. L. Duncan, J. L. Hu.** *Mechanics of sheet metal forming.* Butterworth-Heinemann, 2002.
- [102] **P. A. Dubos, E. Hug, S. Thibault, M. B. Bettaieb, C. Keller.** *Size effects in thin face centered cubic metals for different complex forming loadings.* Metallurgical and Materials Transactions A 44, 2013, pp. 5478-5487.
- [103] **H. J. Frost, M. F. Ashby.** *Deformation-mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics.* Pergamon Press, 1982.
- [104] **H. Saka, T. Iwata, T. Imura.** *Temperature dependence of the stacking-fault energy in pure silver.* Philosophical Magazine A 37, 1978, pp. 291-296.
- [105] **R. M. Latanision, A. W. Ruff.** *The temperature dependence of stacking fault energy in Fe-Cr-Ni alloys.* Metallurgical Transactions 2, 1971, pp. 505-509.
- [106] **P. C. J. Gallagher.** *The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy.* Metallurgical Transactions 1, 1970, pp. 2429-2461.
- [107] **E. Nes.** *Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals.* Progress in Materials Science 41, 1998, pp. 129-193.
- [108] **T. E. Mitchell.** *Dislocations and plasticity in single crystals of face-centred cubic metals and alloys* in Progress in Applied Materials Research, ed. E.G. Stanford et al., 1964.
- [109] **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.
- [110] **J. D. Meakin, N. J. Petch.** *Strain-hardening of polycrystals: The alpha-brasses.* Philosophical Magazine 29, 1974, pp. 1149-1156.
- [111] **T. L. Johnston, C. E. Feltner.** *Grain size effects in the strain hardening of polycrystals.* Metallurgical Transactions 1, 1970, pp. 1161-1167.
- [112] **C. Keller, E. Hug, A. M. Habraken, L. Duchene.** *Finite element analysis of the free surface effects on the mechanical behavior of thin nickel polycrystals.* International Journal of Plasticity 29, 2012, pp. 155-172.
- [113] **L. P. Evers, W. A. M. Brekelmans, M. G. D. Geers.** *Non-local crystal plasticity model with intrinsic SSD and GND effects.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids 52, 2004, pp. 2379-2401.
- [114] **L. P. Evers, W. A. M. Brekelmans, M. G. D. Geers.** *Scale dependent crystal plasticity framework with dislocation density and grain boundary effects.* International Journal of Solids and Structures 41, 2004, pp. 5209-5230.
- [115] **B. Eichenhueller, E. Egerer, U. Engel.** *Microforming at elevated temperature - forming and material behaviour.* International Journal of Advanced Manufacturing Technology 33, 2007, pp. 119-124.
- [116] **K. C. Thompson-Russel, J. W. Edington.** *Electron microscope specimen preparation techniques in materials science* in Practical electron microscopy in material science, ed. Philips technical library Macmillan, 1977.
- [117] **M. E. Gurtin.** *A gradient theory of single-crystal viscoplasticity that accounts for geometrically necessary dislocations.* Journal of the Mechanics and Physics of Solids 50, 2002, pp. 5-32.
- [118] **C. Keller, A. M. Habraken, L. Duchene.** *Finite element investigation of size effects on the mechanical behavior of nickel single crystals.* Materials Science and Engineering: A 550, 2012, pp. 342-349.

Liste des symboles et des acronymes

b	Vecteur de burgers
d	Taille de grains
d_m	Taille de grains moyenne
E	Module d'Young
F	Force
f_g	Fraction numérique de grains présentant des cellules de dislocations
\vec{g}	Vecteur de diffraction indexé (hkl)
G_0	Energie d'activation thermique
K	Constante matériau
k_g	Constante
k_{HP}	Constante de la loi de Hall-Petch
k_{HP}^M	Constante de la loi de Hall-Petch pour les multicristaux
k_{HP}^P	Constante de la loi de Hall-Petch pour les polycristaux
L	Interdistance moyenne entre les structures de dislocations rémanentes
l	Distance moyenne parcourue par les dislocations
L_0	Libre parcours moyen initial des dislocations ($=\Lambda_0$)
M	Coefficient de Taylor
m	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
P	Probabilité d'annihilation de deux dislocations
s	Paramètre caractérisant les effets de surface
S_0	Section initiale
t	Epaisseur des tôles
T	Température
t/d	Nombre de grains dans l'épaisseur
$(t/d)_c$	Nombre de grains critique dans l'épaisseur
T_f	Température de fusion
w	Largeur des flans Nakazima

y	Distance critique d'annihilation de deux dislocations
y_c	
	Paramètre matériau
α	Rapport entre σ_{II} et σ_I
	Rapport entre Λ et l
β	Rapport entre ε_{II} et ε_I
$\bar{\beta}$	Valeur moyenne de $\beta = \varepsilon_{II}/\varepsilon_I$
β_0	Constante matériau
β_{th}	Valeur théorique de $\beta = \varepsilon_{II}/\varepsilon_I$
γ	Cisaillement
γ_{EFE}	Energie de faute d'empilement
Δd	Ecart type sur la valeur de la taille de grains
Δ_{II}	Taux d'érouissage latent en stade II
Δt	Tolérance sur l'épaisseur de la tôle donnée par le fournisseur
$\Delta\varepsilon_{II}$	Longueur en déformation du stade II
$\Delta\eta$	Erreur relative sur le calcul du taux de triaxialité
$\Delta\sigma_{t/d}$	Rapport entre la contrainte d'un échantillon avec $t/d = 4$ et la contrainte d'un échantillon $t/d = 1$
ε	Déformation vraie
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation
$\bar{\varepsilon}$	Tenseur des déformations
ε_c	Déformation conventionnelle
ε_c	Niveau de déformation critique
ε_{eq}	Déformation équivalente
ε_{eq}^c	Déformation critique équivalente
ε_I	Déformation majeure
$\varepsilon_{I/II}$	Déformation d'activation du stade II
ε_{II}	Déformation mineure
$\bar{\varepsilon}_{II}$	Déformation mineure moyennée sur la plage de déformation plastique
$\varepsilon_{II/III}$	Déformation d'activation du stade III
ε_{III}	Déformation principale
$\bar{\varepsilon}_{III}$	Valeur de ε_{III} moyennée sur la plage de déformation plastique
η	Taux de triaxialité

$\bar{\eta}$	Taux de triaxialité moyen pour tous les échantillons
η_{th}	Taux de triaxialité théorique
θ	Angle entre la direction de traction et la direction de glissement
	Taux d'écroutissage
λ	Paramètre matériau
Λ	Livre parcours moyen des dislocations
μ	Module de cisaillement
μ_0	Module de cisaillement à 0 K
ν_D	Fréquence de Debye
ρ	Densité de dislocations totale
σ	Contrainte vraie
$\bar{\sigma}$	Tenseur des contraintes
Σ	Type de joints
σ_0	Constante de la loi de Hall-Petch
σ_0^M	Constante de la loi de Hall-Petch pour les multicristaux
σ_0^P	Constante de la loi de Hall-Petch pour les polycristaux
σ_c	Contrainte conventionnelle
σ_{eq}	Contrainte équivalente
σ_h	Contrainte hydrostatique
σ_I	Contrainte principale
$\sigma_{I/II}$	Contrainte d'activation du stade II
σ_{II}	Contrainte principale
$\sigma_{II/III}$	Contrainte d'activation du stade III
$\sigma_{II/III}^0$	Contrainte d'activation du stade III à 0 K
σ_{III}	Contrainte principale
σ^M	Contrainte du multicristal
σ^P	Contrainte du polycristal
σ_Y	Limite d'élasticité
$(\sigma\theta)_0$	Contribution des joints de grains à l'écroutissage
τ	Cission
τ_c	Cission critique résolue
$\tau_{II/III}^0$	Cission d'activation du stade III à 0 K
Φ	Diamètre d'une cellule de dislocations

Φ_m	Diamètre moyen des cellules de dislocations
χ	Angle entre la normale du plan de glissement et la direction de traction
CCD	Charge Coupled-Device
CFC	Cubique à Faces Centrées
CLF	Courbe Limite de Formage
DL	Direction de Laminage
DT	Direction Transverse
EBSD	Electron BackScattered Diffraction
GND	Geometrically Necessary Dislocations
LDR	Limit Drawing Ratio
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MET	Microscopie Electronique à Transmission
mrd	Multiples of Random Distribution
ND	Normal Direction
PTFE	PolyTetraFluoroEthylene
RD	Rolling Direction
ROI	Region of Interest
SSD	Statistically Stored Dislocations
TD	Transversal Direction

Annexes

Dans cette partie annexe sont présentées les techniques expérimentales de préparation d'échantillons et la méthodologie du traitement des données des essais mécaniques. La caractérisation microstructurale systématique des échantillons apporte un complément aux résultats présentés. La dernière sous-partie est une présentation succincte du modèle de plasticité cristalline utilisé.

A.1 Préparation d'échantillons pour les analyses microstructurales

A.1.1 Microscopie optique, microscopie électronique à balayage et EBSD

La découpe des échantillons est réalisée à l'aide d'une cisaille. Cette technique permet de minimiser les modifications microstructurales près des bords de découpe afin de ne pas fausser les analyses.

Après l'étape de découpe, les échantillons sont polis mécaniquement avec des papiers de verre de grains 1200, 2400 et 4000. Ensuite, une étape d'électropolissage permet d'obtenir une surface polie miroir parfaite et d'éliminer la couche de quelques centaines de nanomètres écrouie par polissage mécanique.

Les caractéristiques de l'électropolissage sont les suivantes :

- Matériel : électropolisseuse Struers Lectropol[®]
- Electrolyte :
 - Marque Struers D2, solution d'acide phosphorique et d'éthanol (pour le cuivre)
 - Marque Struers A2, solution d'acide perchlorique et d'éthanol (pour le nickel)
- Masque de surface 1 cm²
- Tension : 35 V (Cuivre), 24 V (Nickel)
- Intensité : 2 A (Cuivre), 1,5 A (Nickel)
- Temps : 15 s (Cuivre), 20 s (Nickel)

Pour pouvoir procéder aux analyses microstructurales, la révélation des joints de grains est effectuée par une étape d'attaque chimique. Cette attaque est réalisée en utilisant le réactif de Marble pour le nickel (20 mL d'acide chlorhydrique, 20 mL d'éthanol et 4 g de sulfate de cuivre anhydre). Le temps d'immersion de l'échantillon dans la solution dépend de la taille de grains et peut varier entre quelques dizaines de secondes pour les gros grains et quelques minutes pour les petits grains. Pour l'attaque des échantillons, deux méthodes ont été utilisées. La première consiste en une immersion dans un réactif composé de 5 g de FeCl₃, 17 mL, de HCl et 100 mL d'éthanol. La seconde est réalisée avec l'électropolisseuse

et la même solution D2 que celle utilisée pour le mode polissage. Cependant la tension utilisée est de 2 V, l'intensité de 0,1 A et le temps d'attaque est de 90 s.

A.1.2 Microscopie électronique à transmission

La préparation des lames minces pour la microscopie électronique à transmission demande un soin particulier afin de ne pas trop déformer l'échantillon, ce qui entraînerait l'apparition de dislocations. Sur chaque éprouvette, quatre carrés sont prélevés dans la zone centrale. Ensuite ces carrés sont arrondis à l'aide de papier de verre de grains 1200 dans le but d'obtenir des disques de diamètre 3 mm. Ces disques sont amincis par polissage mécanique avec le même papier jusqu'à l'obtention d'une épaisseur de 100 – 120 μm . Dans le cas des lames à cœur, 200 μm de matière sont enlevés sur chaque face du disque alors que dans le cas des lames en surface, l'amincissement est effectué en enlevant 400 μm sur une seule face du disque. Après cette étape, l'épaisseur est encore trop importante pour rendre les lames minces observables. Une dernière étape d'amincissement local est nécessaire pour réduire l'épaisseur à quelques centaines de nanomètres. Pour ce faire, un polissage électrolytique double jet est réalisé. Cette technique consiste à enlever de la matière par électropolissage de part et d'autre de la lame jusqu'à perçage de cette dernière. Au bord du trou, la zone de matière a généralement l'épaisseur requise pour des observations MET.

Les caractéristiques de l'électropolissage sont les suivantes :

- Matériel : électropolisseuse double jet Struers Tenupol[®]
- Electrolyte :
 - Marque Struers D2, solution d'acide phosphorique et d'éthanol (pour le cuivre)
 - Solution constituée de 25 % d'acide nitrique et 75 % de méthanol (pour le nickel)
- Tension : 10 V (Cuivre), 7,5 V (Nickel)
- Intensité : 20 mA (Cuivre), 120 mA (Nickel)
- Température : 5 °C (Cuivre), -15 °C (Nickel) : refroidissement de la solution par injection de méthanol refroidi à l'azote liquide dans le serpent
- Flux de la pompe : 15 (Cuivre) et 20 (Nickel)

- Temps de polissage : jusqu'à passage d'une lumière infrarouge

La méthode de préparation utilisée n'introduit pas de dislocations comme le montre la figure 101 (a) pour un échantillon de nickel non déformé de taille de grains $250\ \mu\text{m}$ [14]. La figure 101 (b) montre un exemple de dislocations introduites lors de la préparation des lames minces [116]. Ces dislocations sont facilement différenciables par leurs segments allongés des dislocations initialement présentes dans le matériau

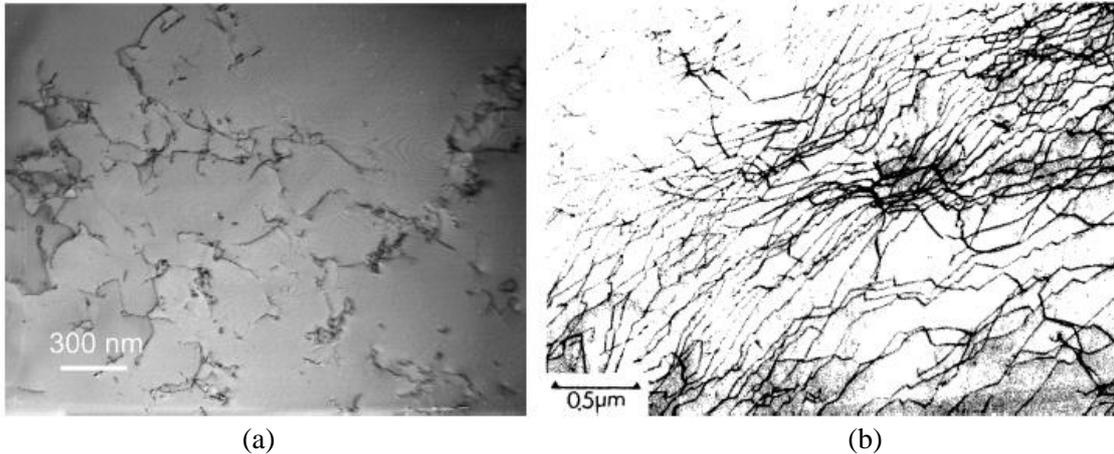


Figure 101 : Dislocations résiduelles après recristallisation pour un échantillon de nickel non déformé [14] (a) et exemple de dislocations introduites lors de polissage ou de la manipulation de la lame mince [116] (b).

A.2 Cartographies microstructurales et analyse systématique des textures

A.2.1 Microstructure optique

La figure 102 représente la microstructure des échantillons de nickel prélevés dans les têtes des éprouvettes de traction déformées à différentes températures, pour différentes tailles de grains. Ces observations ont été réalisées sur un microscope inversé Olympus GX 71[®].

Ces observations permettent de vérifier qu'après les essais de traction en température, la taille de grains est similaire à celle avant l'essai.

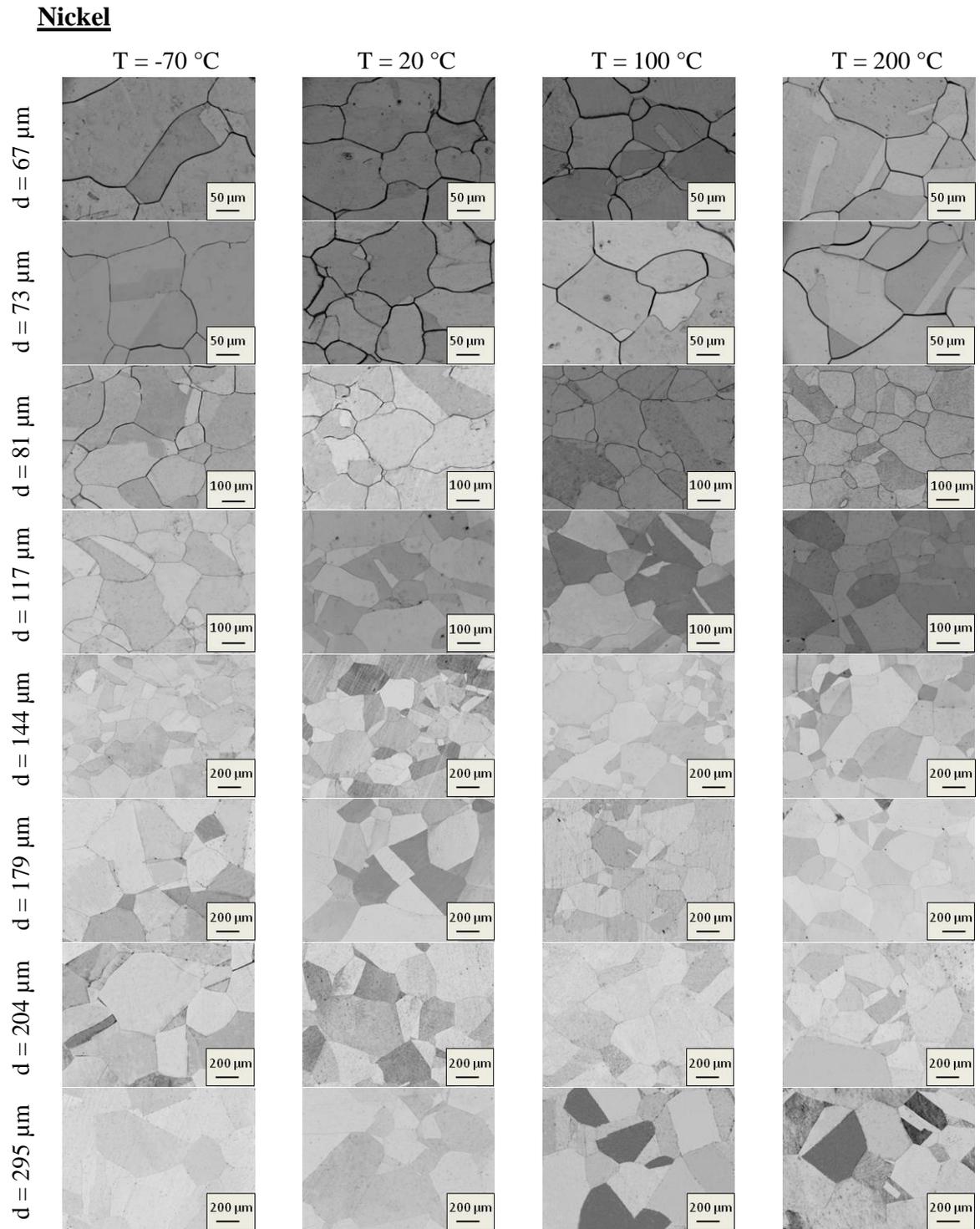


Figure 102 : Microstructures optiques des différents échantillons de nickel sollicités en traction à -70 °C, 20 °C, 100 °C et 200 °C.

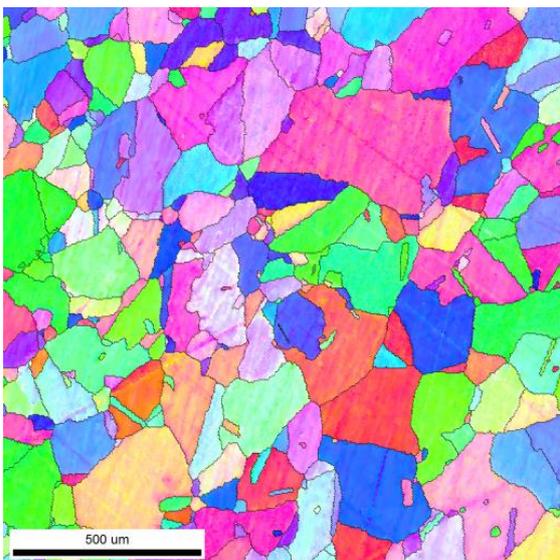
A.2.2 Microstructure EBSD

La figure 103 et la figure 104 présentent respectivement les microstructures du nickel et du cuivre obtenues par EBSD pour différentes tailles de grains. Pour cette technique, les échantillons sont électropolis et non attaqués. Cette technique d'analyse est basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés par le cristal et permet d'obtenir l'orientation cristallographique du réseau. Pour obtenir ces informations, l'échantillon est incliné de 70° par rapport à l'axe horizontal. La surface de l'échantillon est ensuite balayée et l'orientation locale en chaque point est obtenue, permettant de reconstruire les grains des polycristaux dans lesquels les désorientations sont inférieures à 5° .

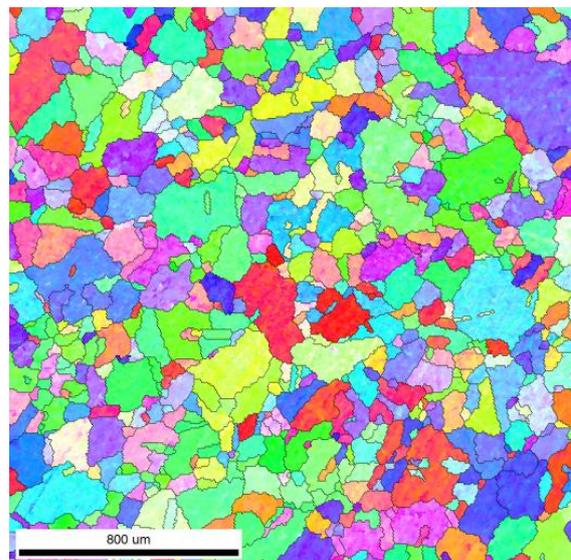
Les caractéristiques des réglages sont les suivantes :

- Tension : entre 20 et 25 kV
- Distance de travail : entre 10 et 15 mm
- Pas de balayage : environ 1/10 de la taille de grains
- Forme de la grille de maillage : hexagonale
- Réglage du bruit de fond :
 - Binning : 8x8
 - Exposure : 0,06
 - Black : 0,52

Nickel



d = 67 μm



d = 73 μm

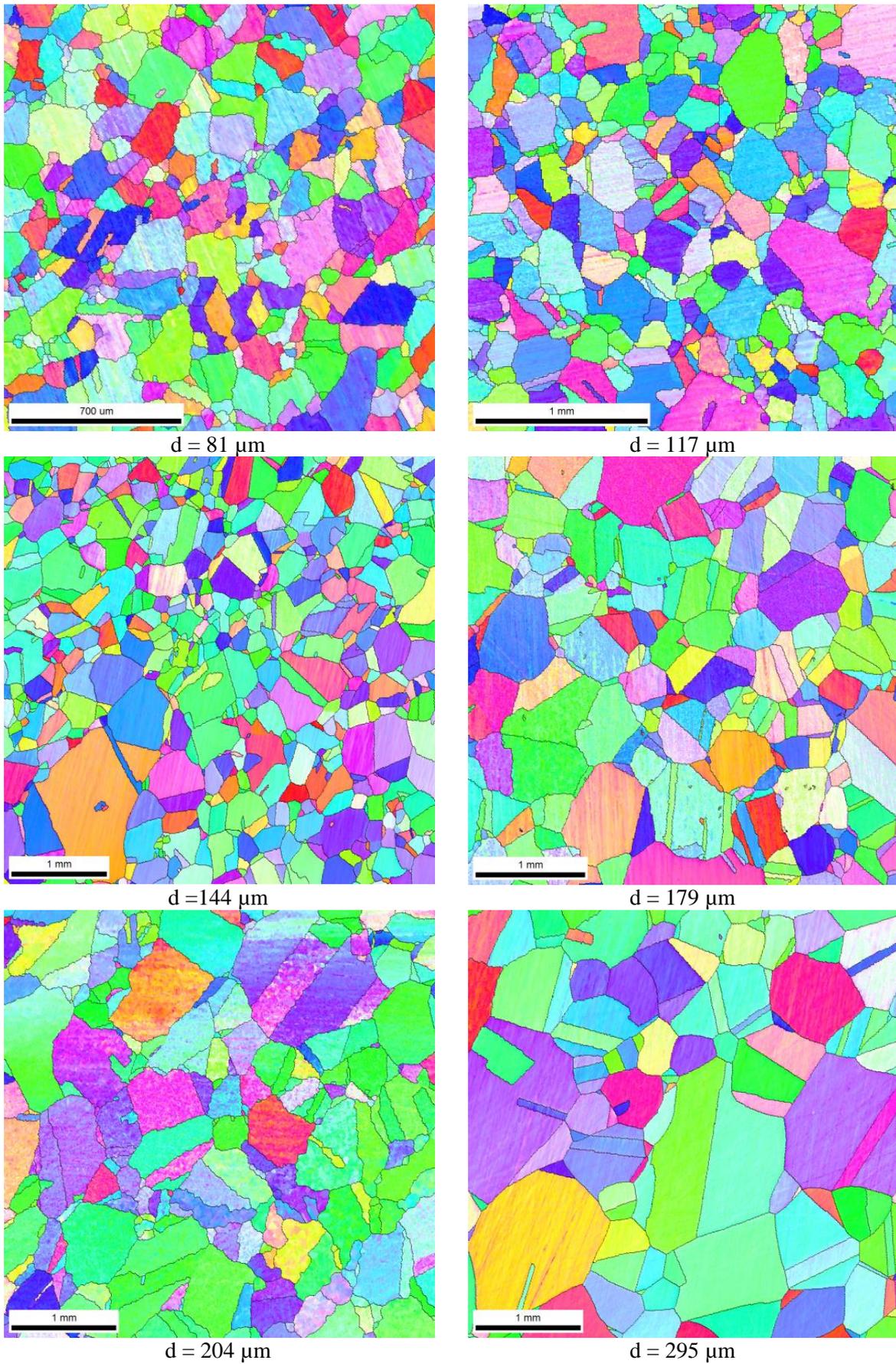
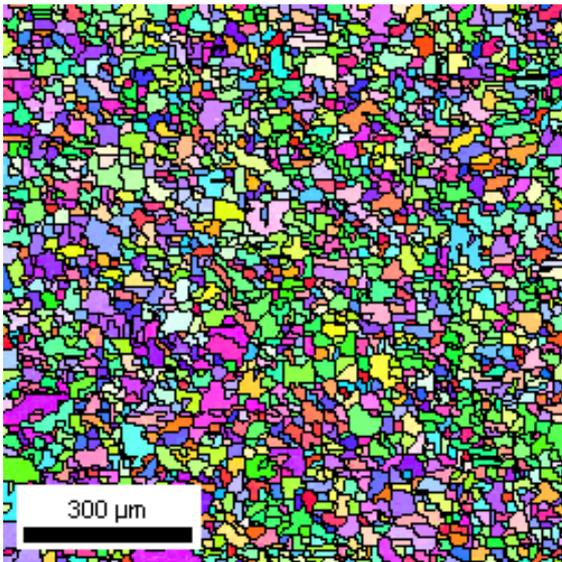
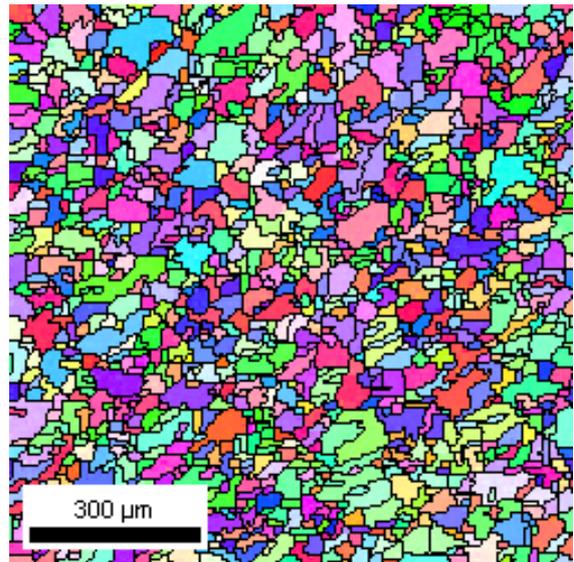


Figure 103 : Microstructures obtenues par EBSD des différents échantillons de nickel.

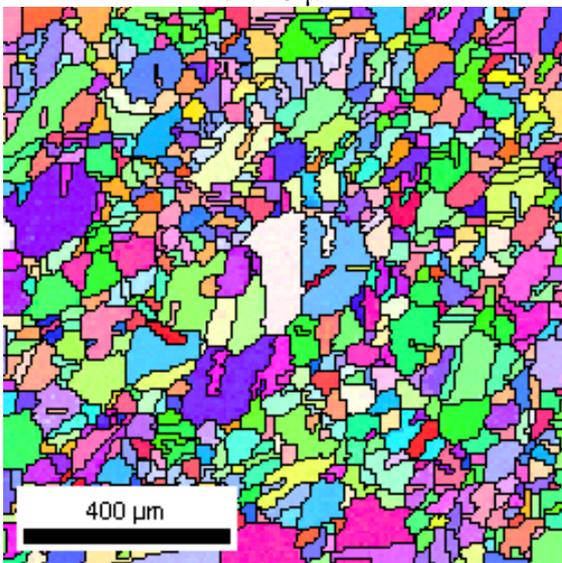
Cuivre



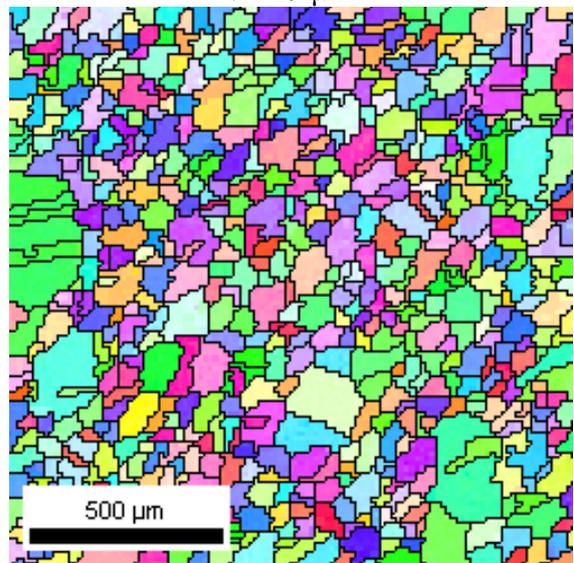
$d = 23 \mu\text{m}$



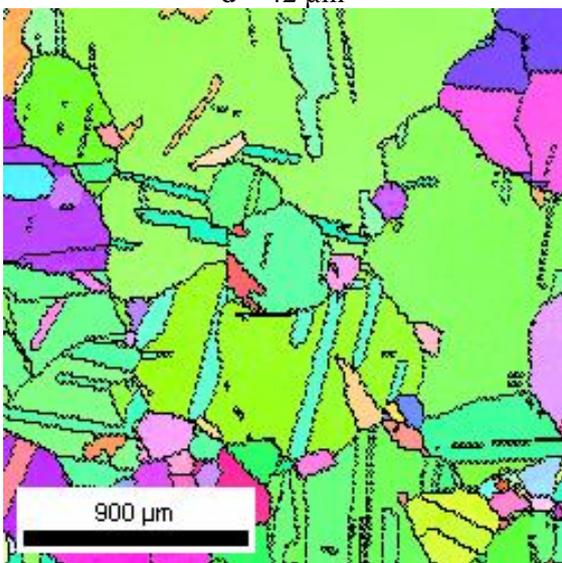
$d = 29 \mu\text{m}$



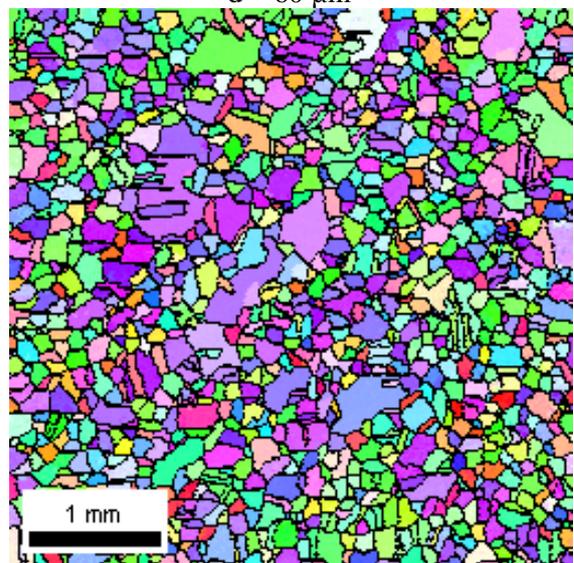
$d = 42 \mu\text{m}$



$d = 60 \mu\text{m}$



$d = 109 \mu\text{m}$



$d = 120 \mu\text{m}$

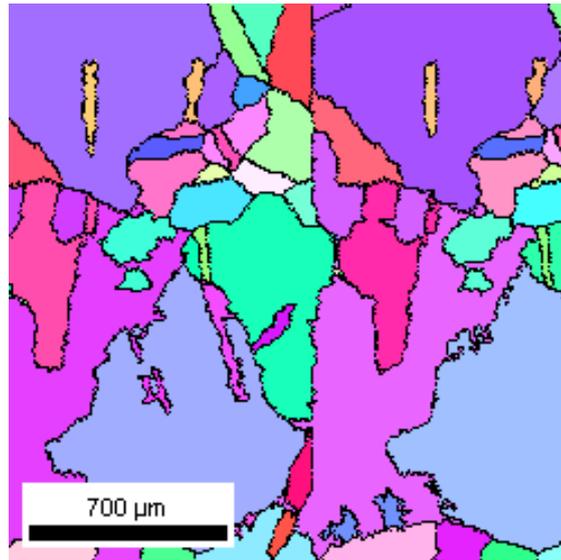


Figure 104 : Microstructures obtenues par EBSD des différents échantillons de cuivre.
 $d = 194 \mu\text{m}$

Comme il a été vérifié à l’optique, la taille de grains calculée par EBSD pour un échantillon ayant subi un essai de traction en température ne varie pas. La figure 105 compare un échantillon de nickel avec une taille de grains après recuit de $60 \mu\text{m}$ ayant subi un essai de traction à température ambiante et un essai de traction à $200 \text{ }^\circ\text{C}$.

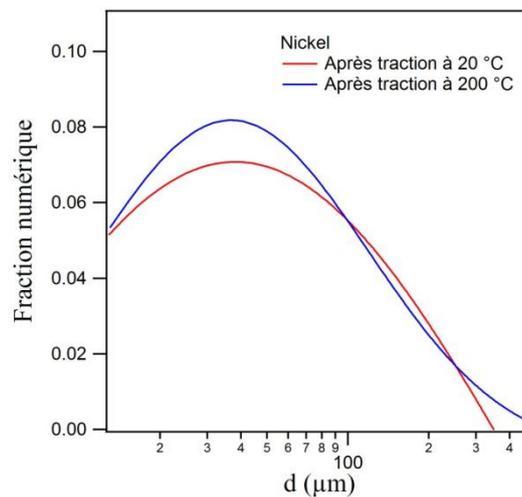
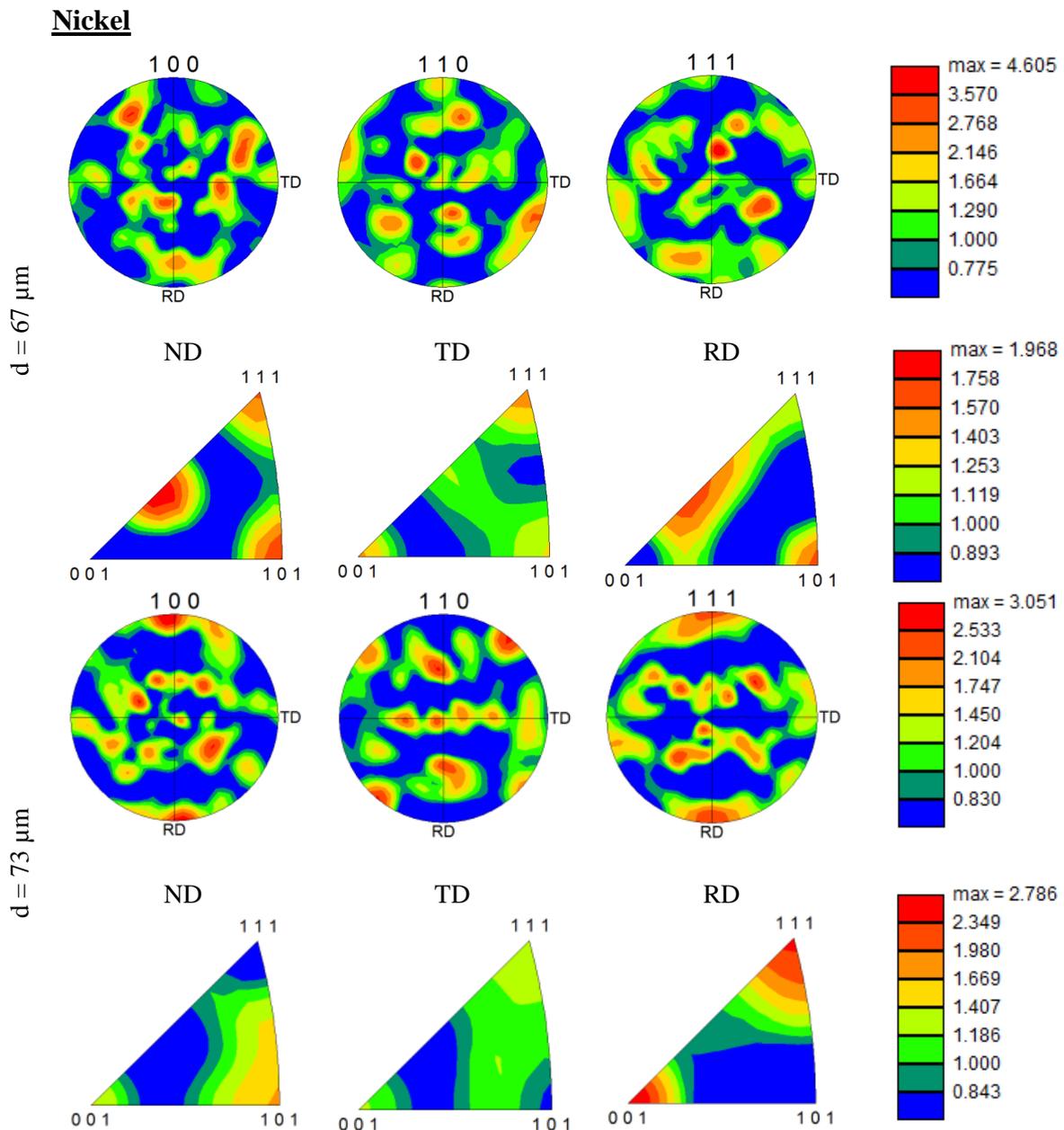


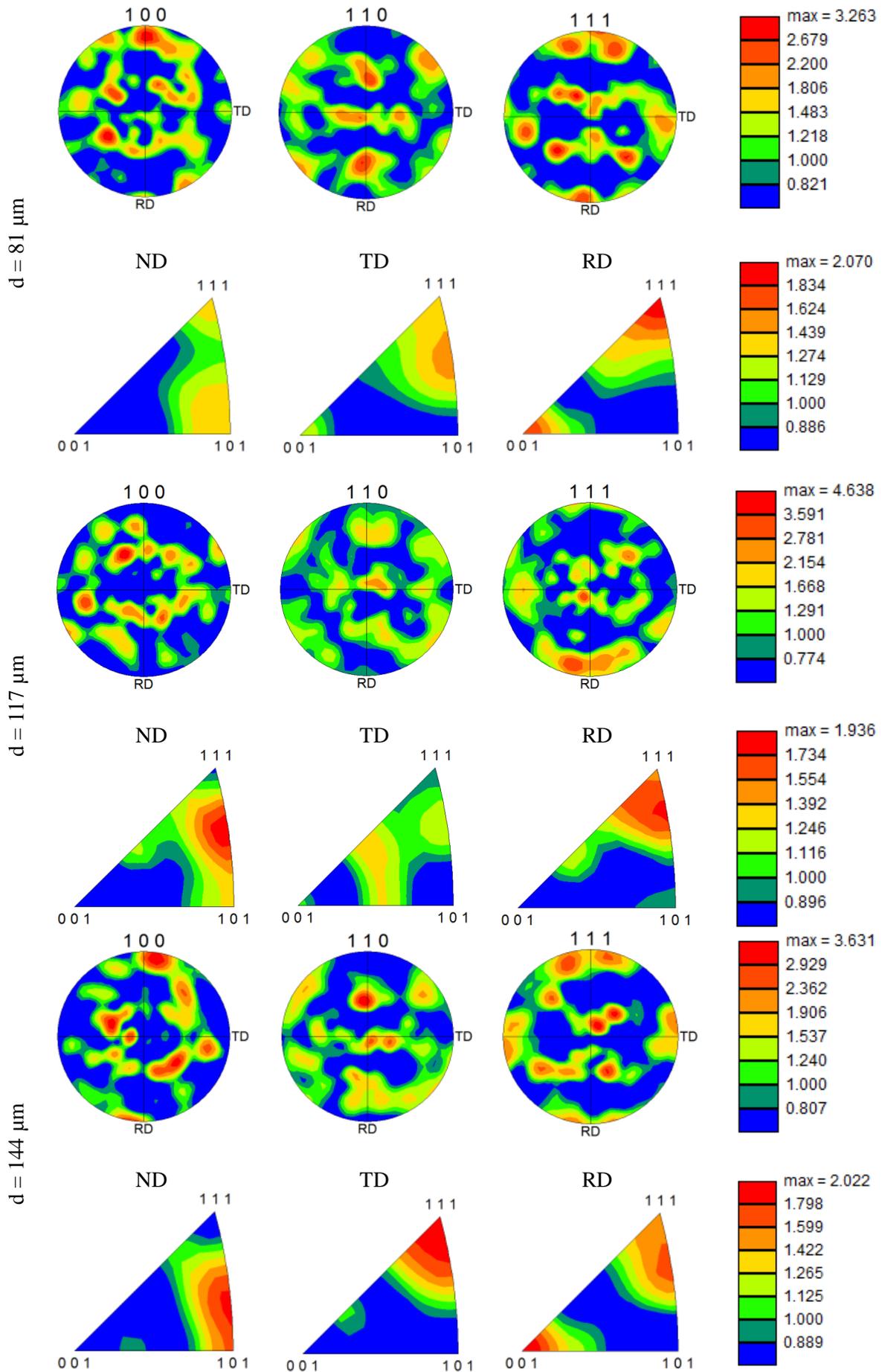
Figure 105 : Vérification de la taille de grains après les essais mécaniques en température. Comparaison entre un échantillon du nickel déformé à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et à $200 \text{ }^\circ\text{C}$.

A.2.3 Textures

A chaque microstructure, est associée une analyse de texture présentée pour les échantillons de nickel (Figure 106) et de cuivre (Figure 107). Ces analyses de texture sont présentées de deux manières :

- Par des figures de pôles pour les plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$
- Par des figures de pôles inverses le long des trois directions de l'échantillon avec ND la direction normale (épaisseur la tôle), RD la direction de laminage et TD la direction transverse.





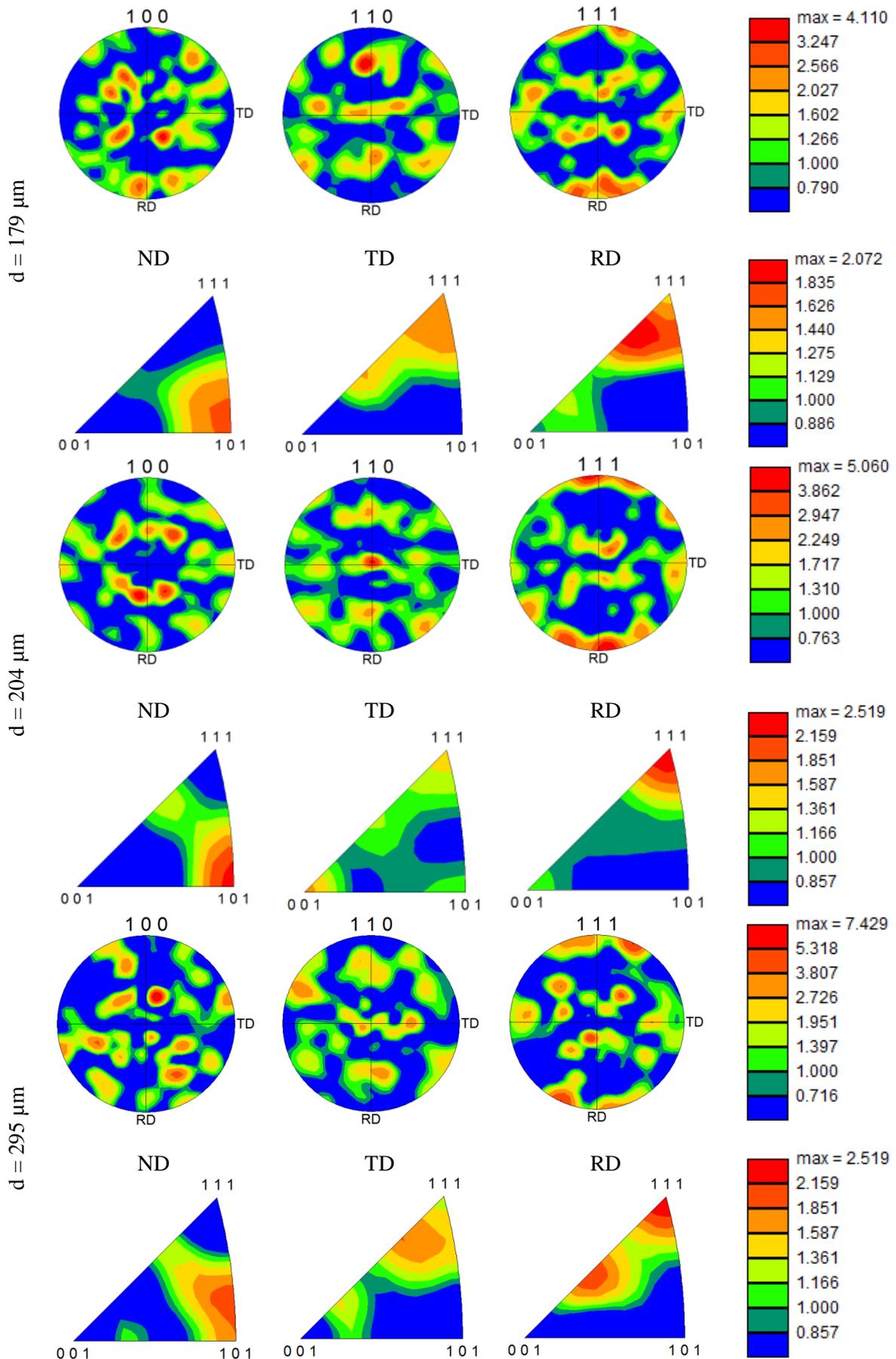
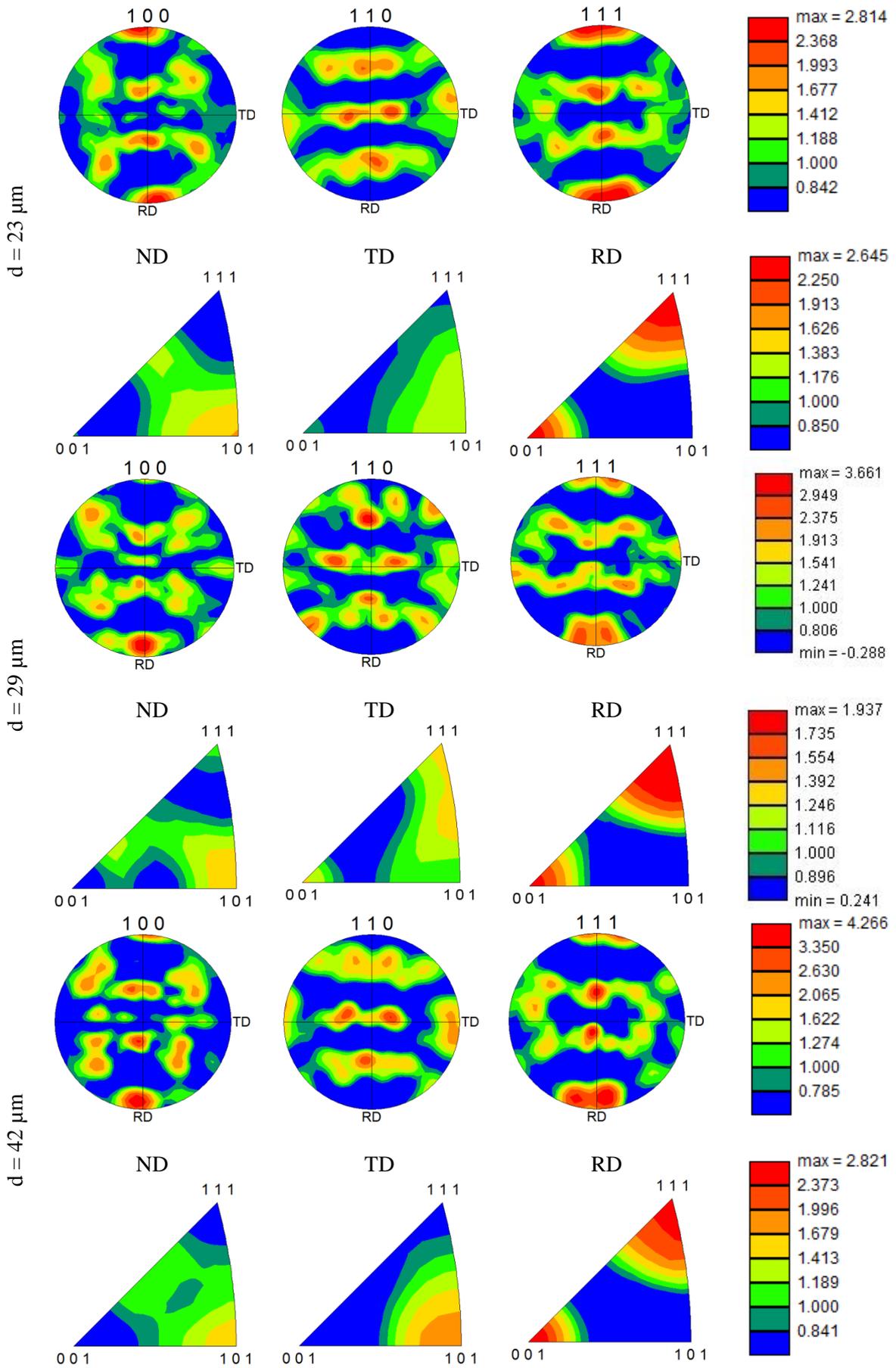
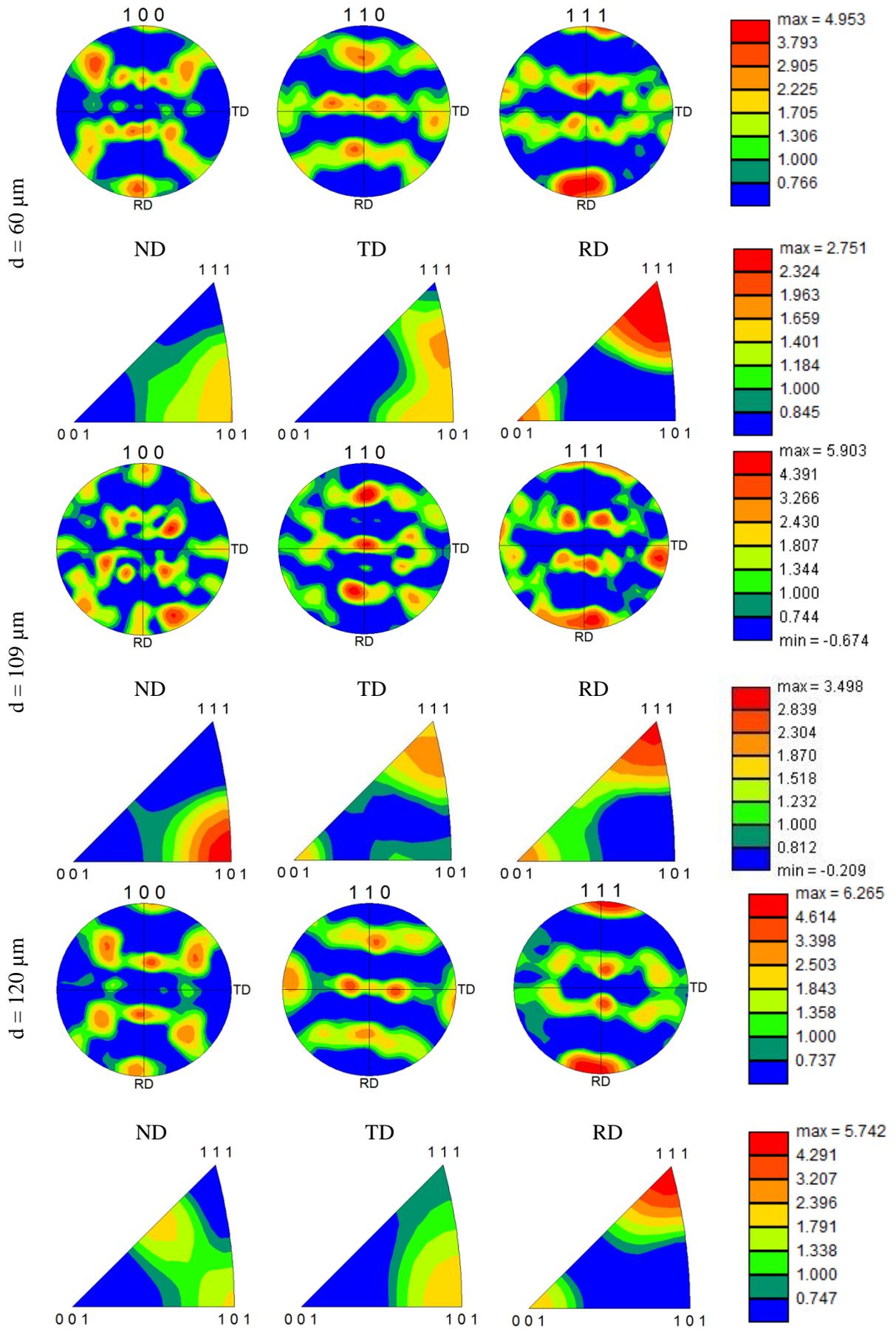


Figure 106 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses dans les trois directions pour les différents échantillons de nickel.

Cuivre





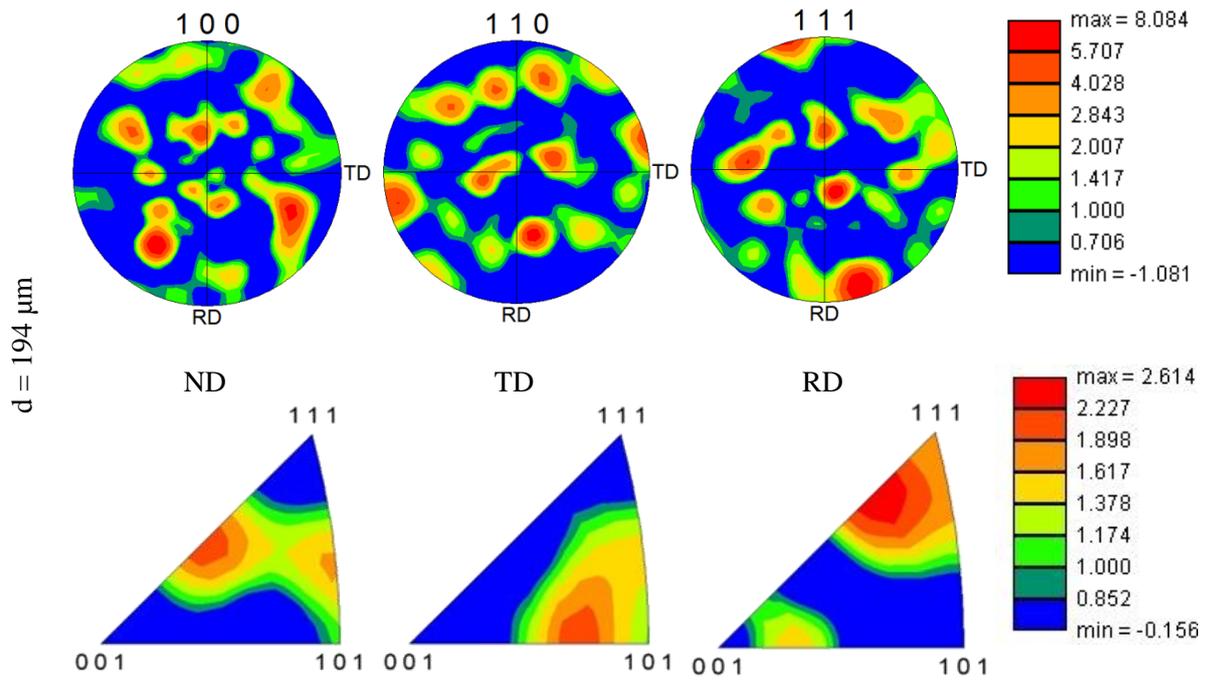
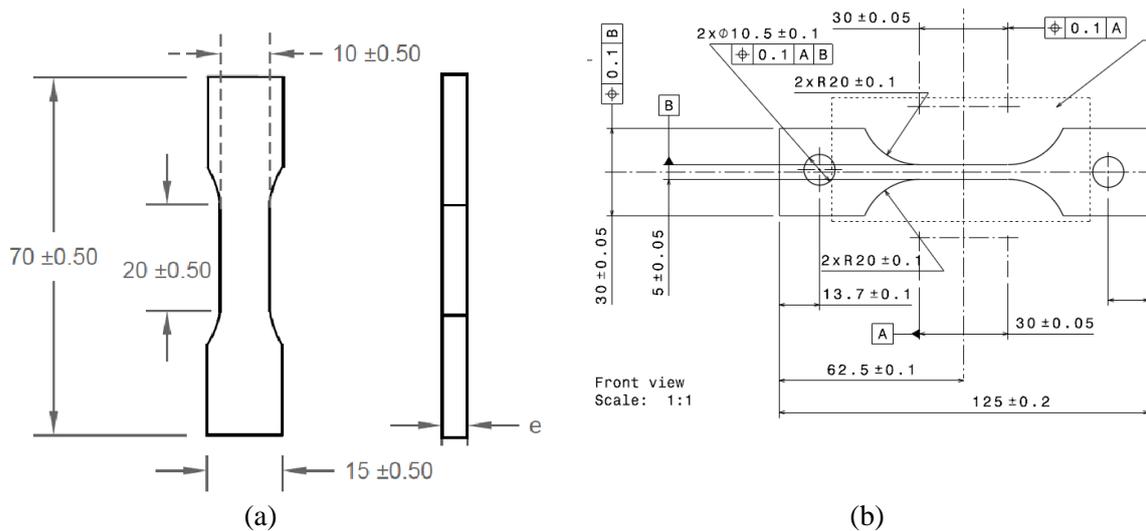


Figure 107 : Figures de pôles des plans {100}, {110} et {111} et figures de pôles inverses dans les trois directions pour les différents échantillons de cuivre.

A.3 Essais mécaniques

A.3.1 Plans d'éprouvettes

e = 0.5 mm



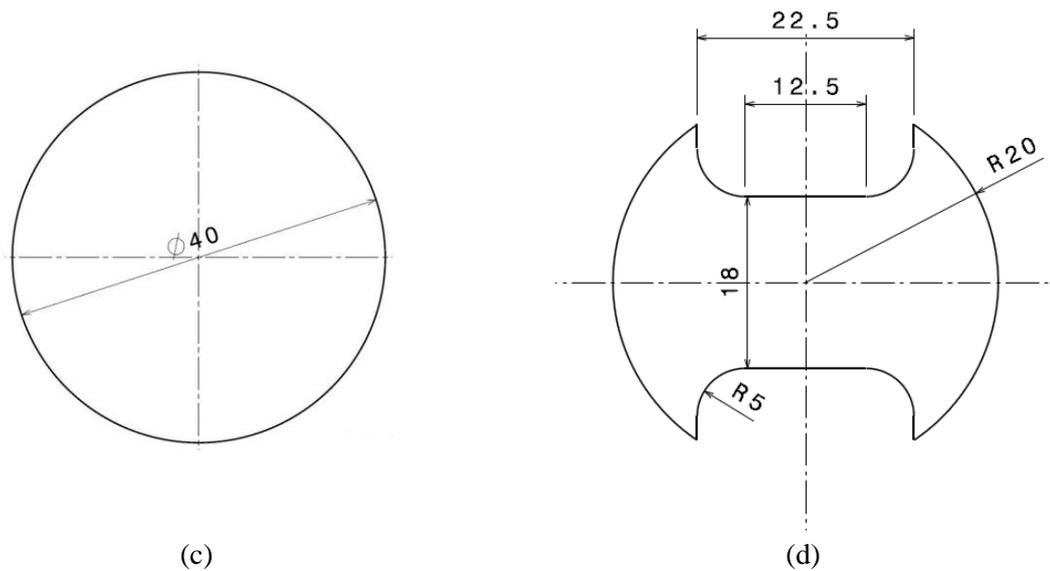


Figure 108 : Plans des différentes éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques. (a) éprouvette de traction pour les températures comprises entre $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) éprouvette de traction pour les températures comprises entre $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) flan pour les essais Nakazima avec un chargement d'expansion biaxiale équilibrée et (d) flan pour les essais Nakazima avec un chargement en déformation plane.

A.3.2 Méthodologie du traitement de données en traction

La figure 109 présente les courbes typiques étudiées. Premièrement l'élasticité est définie par un comportement linéaire en début de déformation et est caractérisée par son module de Young E . Deuxièmement il est possible d'étudier la contrainte à différents niveaux de déformation (Figure 109 (a)). Le premier niveau est la limite élastique définie comme la contrainte à un niveau de déformation de 0,002. D'autres grandeurs comme la déformation plastique à rupture A ou la contrainte maximale σ_{\max} peuvent être étudiées. Dans un troisième temps, la figure 109 (b) associe la courbe $\sigma\theta$ en fonction de σ à sa courbe de traction. Cette courbe traduit le formalisme de Mecking-Kocks [24, 27], et permet d'étudier les différents stades d'écrouissage définis lors de l'étude bibliographique. A cette courbe plusieurs variables peuvent être associées pour caractériser les stades de plasticité. $\sigma_{\text{I/II}}$ et $\sigma_{\text{II/III}}$ représentent respectivement les contraintes de passage du stade I au stade II et du stade II au stade III. Les déformations liées à ces niveaux de contrainte sont nommées $\varepsilon_{\text{I/II}}$ et $\varepsilon_{\text{II/III}}$.

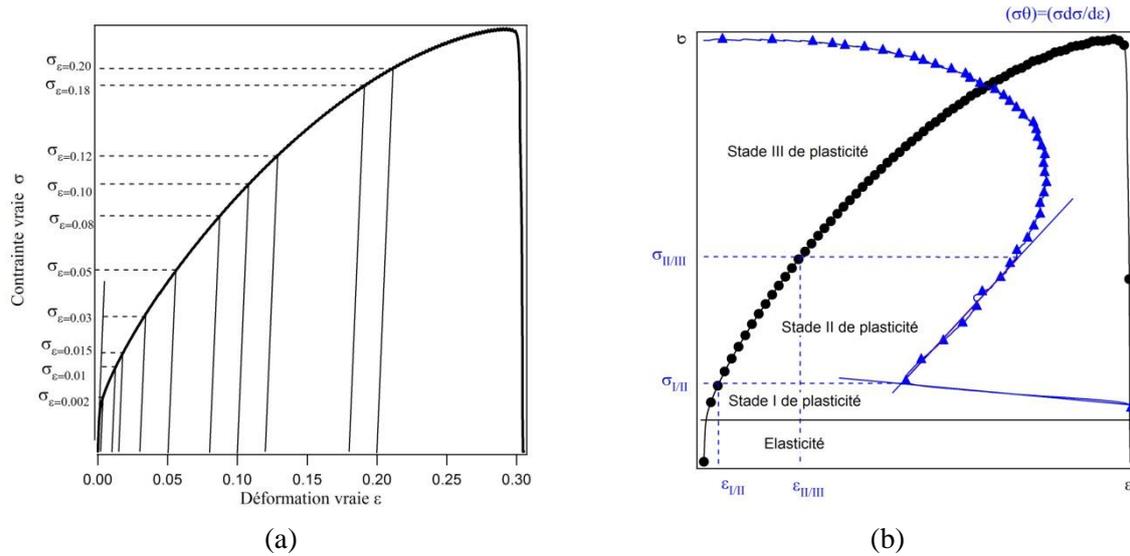


Figure 109 : Méthodologie pour la détermination des variables d'études. (a) Relevé des contraintes à différents niveaux de déformation et (b) délimitation des stades d'écroutissage à partir de la courbe $\sigma\theta = f(\sigma)$.

A.3.3 Méthodologie du traitement de données pour les essais de mise en forme

Pour déterminer les couples de données force – déformation équivalente, la méthodologie utilisée est illustrée par la figure 110. A partir des cartes de déformations équivalentes calculées par le logiciel Aramis[®] avec le critère de Hill, on se place au niveau de déformation voulu (0,2 sur l'exemple). Ce niveau de déformation est choisi au centre du flan Nakazima, dans la ROI. A ce niveau de déformation équivalente, correspond un certain déplacement de poinçon toujours au centre de la ROI, que le logiciel est capable de cartographier. A cet unique déplacement de poinçon peut être associée une unique force à l'aide de la courbe expérimentale force de poinçon en fonction du déplacement de poinçon. Pour notre étude les niveaux de déformations choisis sont similaires à ceux étudiés en traction, figure 109 (a).

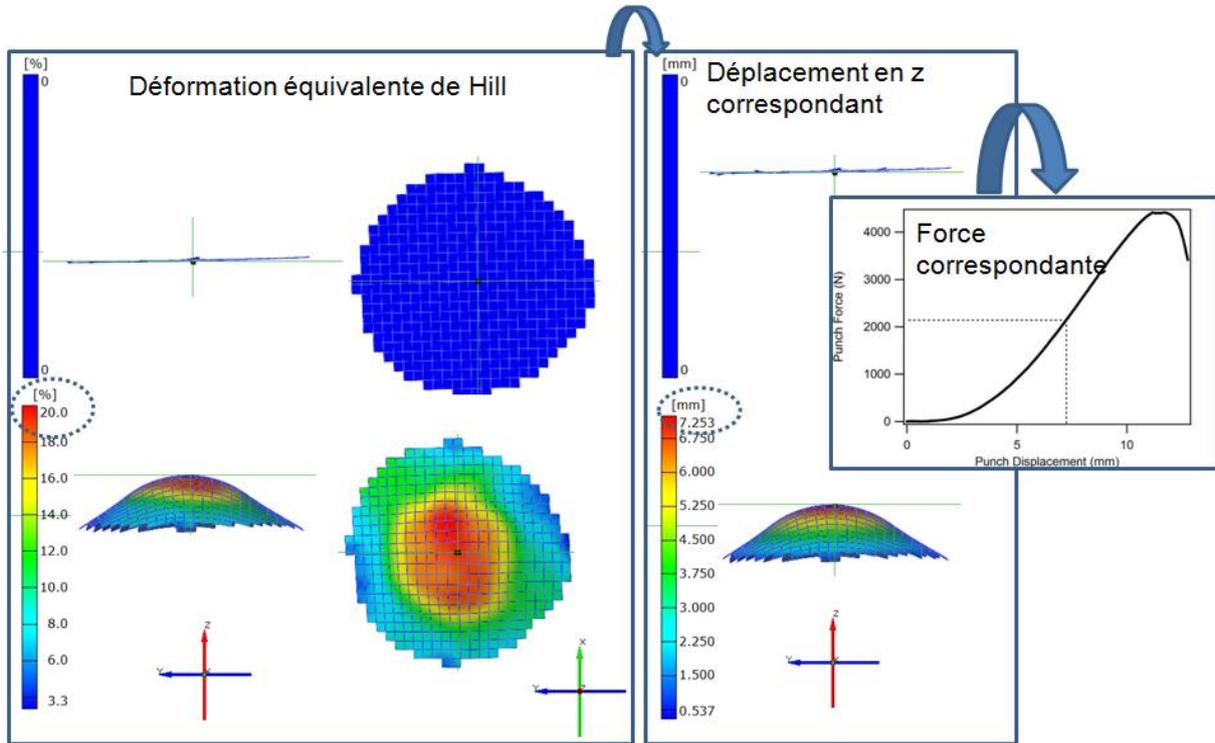


Figure 110 : Méthodologie de détermination de la force à différents niveaux de déformation équivalente à partir de courbe force = f (déplacement de poinçon) et des cartes de déformation.

A.4 Présentation du modèle de plasticité cristalline à gradient

Le modèle de plasticité cristalline à gradient utilisé dans cette thèse est basé sur les travaux de Gurtin [117] et de Evers *et al.* [113, 114]. L'élément clé de ce modèle est l'utilisation, comme variables internes, des densités de dislocations accumulées au sein du matériau (encore appelées SSD pour Statistically Stored Dislocations) et des dislocations géométriquement nécessaires (GND pour Geometrically Necessary Dislocations). Comparativement aux SSDs qui résultent de l'écroutissage et engendrent de l'écroutissage isotrope, les GNDs assurent la continuité du réseau cristallin en cas de gradient de déformation et donnent naissance à un champ de contrainte interne provoquant un écroutissage cinématique.

Ce modèle a été utilisé, avec succès, pour reproduire le comportement mécanique de polycristaux de cuivre [113, 114] ainsi que de monocristaux et polycristaux de nickel [112, 118]. Dans les paragraphes suivants, les équations les plus caractéristiques du modèle

seront présentées. Pour une présentation complète de ce dernier, le lecteur est invité à se reporter aux publications mentionnées ci-dessus.

Concernant l'évolution des densités de dislocations SSDs, la vitesse de glissement de chaque système activable est prise en compte par le modèle à travers l'équation (40) :

$$\dot{\gamma}^{\alpha} = \dot{\gamma}_0^{\alpha} \left(\frac{|\tau_{eff}^{\alpha}|}{s^{\alpha}} \right)^{\frac{1}{m}} \exp \left(-\frac{G_0}{kT} \left(1 - \frac{|\tau_{eff}^{\alpha}|}{s^{\alpha}} \right) \right) \text{sign}(\tau_{eff}^{\alpha}) \quad (40)$$

où $\dot{\gamma}_0^{\alpha}$ et m représentent respectivement la vitesse de glissement initiale et la sensibilité à la vitesse de déformation. T correspond à la température absolue, k la constante de Boltzmann et G_0 l'énergie d'activation thermique du déplacement des dislocations. τ_{eff}^{α} représente ensuite la cission effective résolue sur le plan de glissement considéré et s^{α} représente la cission critique résolue sur ce dernier. La cission effective résolue est calculée à partir de la cission résolue (projection du tenseur des contraintes macroscopiques sur le plan de glissement considéré) et la cission interne résolue déterminée à partir des densités de dislocations géométriquement nécessaires. Ces dernières sont calculées à partir des gradients du champ de déformation.

La cission critique résolue intervenant dans l'équation d'évolution des vitesses de glissement est évaluée à partir de toutes les densités de dislocations SSD et GND selon l'équation (41) :

$$s^{\alpha} = \mu b \sqrt{\sum_{\xi} A^{\alpha\xi} |\rho_{SSD}^{\xi}| + \sum_{\xi} A^{\alpha\xi} |\rho_{GND}^{\xi}|} \quad (41)$$

Dans cette équation μ représente le module de cisaillement du matériau, b le vecteur de Burgers, ρ les densités de dislocations et A la matrice d'interaction entre les différents systèmes de glissement (6 interactions possibles : auto – écrouissage, verrous de Lomer-Cottrell, jonctions de Hirth, jonctions glissiles, glissement coplanaire et glissement dévié).

Les évolutions des densités de dislocations SSD sont ensuite calculées de manière discrète à partir de l'équation (42) :

$$\dot{\rho}_{SSD}^{\alpha} = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{\Lambda^{\alpha}} - 2\gamma_c \rho_{SSD}^{\alpha} \right) |\dot{\gamma}^{\alpha}| \quad (42)$$

Cette équation basée sur les travaux d'Essmann et Mughrabi [79], est similaire à celle utilisée dans le modèle de Mecking-Kocks présenté dans les chapitres précédents. Dans cette équation, b représente le vecteur de Burgers, Λ^{α} le libre parcours moyen du système de glissement considéré et γ_c la distance d'annihilation par montée ou glissement dévié entre deux dislocations.

Comme dans le cas de la cission critique résolue, le libre parcours moyen d'un système de glissement est fonction de toutes les densités de dislocations SSDs et GNDs à travers l'utilisation d'une matrice d'interaction entre systèmes, appelée H , différente de la matrice A employée dans l'équation (41). La formulation du libre parcours moyen est donnée par l'équation (43) :

$$\Lambda^{\alpha} = \frac{K}{\sqrt{\sum_{\xi} H^{\alpha\xi} |\rho_{SSD}^{\xi}| + \sum_{\xi} H^{\alpha\xi} |\rho_{GND}^{\xi}|}} \quad (43)$$

K représente un paramètre matériau, ρ les densités de dislocations et H la matrice d'interaction.

Les densités de dislocations géométriquement nécessaires ainsi que le champ de contrainte interne associé sont déterminés à l'aide des équations suivantes :

$$\rho_{GND}^{\alpha} = \rho_{GND0}^{\alpha} - f(\nabla\gamma^{\alpha}) \quad (44)$$

$$\sigma^{int} = \mu b R_{e/s}^2 g \left(\sum_{\alpha} \nabla \rho_{GND}^{\alpha} \right) \quad (45)$$

Ces équations représentent une formulation simplifiée (la formulation complète est disponible dans les publications précédemment citées) où le deuxième terme du membre de droite de l'équation (44) représente une fonction du gradient du tenseur des glissements. Pour l'équation (45), $R_{e/s}$ représente la distance de coupure du champ de contrainte d'une dislocation géométriquement nécessaire et la fonction g est une fonction du gradient de densité de GNDs.

Les équations précédentes (couplées aux autres équations constitutives du modèle), permettent de reproduire fidèlement le comportement mécanique d'un monocristal. L'ajout des densités de dislocations géométriquement nécessaires, qui sont considérées comme des degrés de liberté par le modèle au même titre que les déplacements, permet de reproduire les effets de taille modifiant le comportement mécanique. Dans un premier temps, la reproduction des effets de surface est rendue possible en fixant à 0 les densités de dislocations géométriquement nécessaires au niveau des surfaces libres.

Pour reproduire l'effet de taille de grains pour les polycristaux, le modèle considère chaque grain comme un monocristal entouré par des bicristaux plats représentant les joints de grains. Pour ce faire, chaque grain est maillé par plusieurs éléments finis et, au niveau d'un joint de grains, les nœuds des éléments de chaque grain se superposent formant un bicristal de largeur infinitésimale. Lors de la déformation du polycristal, les conditions de compatibilité de déformations et d'équilibre des contraintes engendrent des différences de comportement entre le grain et le joint de grains formé par le bicristal. Cette différence de comportement engendre des gradients de déformation qui sont accommodés par la création de GNDs au niveau de l'interface. Cette augmentation locale de la densité de dislocations va engendrer un durcissement macroscopique d'autant plus important que la taille de grains est faible, reproduisant ainsi l'effet de taille de grains pour les polycristaux.

Table des figures

Figure 1 : Illustrations des stents vasculaires.	11
Figure 2 : Illustration de la loi de Schmid et Boas [19].....	18
Figure 3 : Courbe de traction typique pour un monocristal orienté en glissement simple sollicité en traction uniaxiale [20] (a) et évolution du taux d'érouissage avec la cission pour un monocristal de cuivre [21] (b).	19
Figure 4 : Illustrations des dislocations géométriquement nécessaires assurant la continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains [23].	21
Figure 5 : Evolution des stades d'érouissage en fonction de la déformation pour des polycristaux de nickel [14] (a) et comparaison entre le comportement du polycristal et du monocristal [27].	22
Figure 6 : Illustration des types de cellules (a) selon l'orientation des grains (b) [28].	24
Figure 7 : Structures de dislocations présentes au cours de la déformation pour un acier inoxydable 316L [30].	24
Figure 8 : Evolution de θ et de $\tau\theta$ en fonction de τ pour un monocristal d'argent sollicité en traction pour différentes températures [27].	26
Figure 9 : Evolution de θ et de $\sigma\theta$ en fonction de σ pour un polycristal de cuivre sollicité en traction pour différentes températures [27].	26
Figure 10 : Loi de Hall-Petch représentant l'influence de la taille de grains sur la contrainte d'écoulement du cuivre (a) et du nickel (b) polycristallin [33, 36].	29
Figure 11 : Courbes illustrant la loi de Hall-Petch pour des échantillons de cuivre et de deux alliages avec différents pourcentages massiques d'aluminium, faisant varier l'énergie de faute d'empilement, sollicités à une température de 273 K [35].	29
Figure 12 : Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch avec la déformation, en traction simple pour le nickel (a) et l'acier inoxydable 316L (b). La gamme de tailles de grains pour le nickel est 18-168 μm alors que pour l'acier elle est de 13-107 μm [26].	30
Figure 13 : Influence de l'épaisseur sur la loi de Hall-Petch pour des polycristaux d'aluminium [37].	31
Figure 14 : Revue de différentes valeurs pour la loi de Hall-Petch pour le cuivre. Le maximum est atteint pour une taille de grains de 25 nm [38].	32

Figure 15 : Comportement en traction simple à température ambiante de films minces d'aluminium élaborés par électrodéposition pour différentes épaisseurs [40].....	33
Figure 16 : Effet de l'épaisseur sur le comportement mécanique de polycristaux de cuivre pour différentes épaisseurs obtenues par laminage [42].	33
Figure 17 : Effet de l'épaisseur sur les modes de rupture de polycristaux de cuivre. (a) $t = 50 \mu\text{m}$, (b) $t = 125 \mu\text{m}$ et (c) $t = 250 \mu\text{m}$ [42].	34
Figure 18 : Illustration de l'augmentation de la rugosité de surface pour les éprouvettes de cuivre de $20 \mu\text{m}$. (a) Eprouvette juste amincie, (b) éprouvette amincie et recuite [44].....	34
Figure 19 : Evolution de la contrainte normalisée par la contrainte de l'échantillon le plus épais en fonction de l'épaisseur pour le cuivre, le nickel et l'aluminium déformé à 10 % [46] (a) et pour différents niveaux de déformation dans le cas du nickel [45] (b).....	35
Figure 20 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur la contrainte d'écoulement de quatre matériaux polycristallins [18].....	38
Figure 21 : Mise en évidence du gradient de contraintes dans l'épaisseur responsable de la présence du domaine multicristallin [50, 51] (b) via la différence de taille de cellules de dislocations entre le cœur et la surface [50] (a).....	39
Figure 22 : Cartographie de la contrainte pour une déformation de 0,1 en fonction de l'épaisseur et de la taille de grains pour du nickel [45].....	41
Figure 23 : Stratégie adoptée pour l'obtention des matériaux d'étude.....	47
Figure 24 : Courbes maîtresses de l'évolution de la taille de grains en fonction de la température de recuit pour une durée de traitement de 220 min (a) et évolution de la taille de grains de cuivre en fonction du temps de maintien pour $600 \text{ }^\circ\text{C}$ et $800 \text{ }^\circ\text{C}$	49
Figure 25 : Répartition statistique des tailles de grains pour deux échantillons de cuivre et deux de nickel (a). Evolution de l'écart type normalisé par la taille de grains moyenne en fonction de celle-ci (b).	51
Figure 26 : Densité de joints de type $\Sigma 3^n$ pour différents échantillons de cuivre de tailles de grains variables (a) et proportion de joints $\Sigma 3$ pour différents échantillons de nickel de tailles de grains variables (b).	52
Figure 27 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses pour deux échantillons de nickel de tailles de grains différentes. RD (Rolling Direction) indique la direction de laminage, TD indique la direction transverse, perpendiculaire à RD dans le plan de la tôle et ND représente la direction normale.....	53
Figure 28 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses pour deux échantillons de cuivre de tailles de grains différentes. RD (Rolling Direction)	

indique la direction de laminage, TD indique la direction transverse, perpendiculaire à RD dans le plan de la tôle et ND représente la direction normale.....	54
Figure 29 : Evolution de la densité maximale de pôles avec la taille de grains (a) et avec le nombre de grains analysés (b) pour les échantillons de cuivre et de nickel.....	55
Figure 30 : Illustration des essais de traction (a) pour des températures comprises entre -70 °C et 200 °C et (b) comprises entre 300 °C et 500 °C.	58
Figure 31 : Schéma du montage expérimental pour les essais d'emboutissage (a) et illustration de la mise en place des flans (b).	60
Figure 32 : Courbes de traction pour cinq échantillons de cuivre (a) et cinq échantillons de nickel (b) de tailles de grains variables.	65
Figure 33 : Application de la loi de Hall-Petch à différents niveaux de déformation pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). Introduction des deux régimes distincts et de leurs constantes associées, exemple du cuivre déformé à 0,03 (c).	67
Figure 34 : Evolution des paramètres k_{HP} pour (a) les faibles tailles de grains (domaine polycristallin) et (b) pour les tailles de grains importantes (domaine multicristallin) avec la déformation. Evolution du rapport entre ces deux paramètres (c).	68
Figure 35 : Evolution du rapport σ_0^M/σ_0^P , des ordonnées à l'origine des deux régimes de la loi de Hall-Petch, en fonction de la déformation pour les deux matériaux.	69
Figure 36 : Evolution du nombre de grains dans l'épaisseur en dessous duquel la loi de Hall-Petch est modifiée, avec la déformation (a). Influence de l'énergie de faute d'empilement sur ce rapport $(t/d)_c$ (b).	70
Figure 37 : Illustration du paramètre $(\sigma\theta)_0$ selon le caractère monocristallin ou polycristallin et détermination de Δ_{II}	74
Figure 38 : Evolution de $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte pour le cuivre (a) et le nickel (b) possédant différents nombres de grains dans l'épaisseur. (c) et (d) représentent les mêmes courbes pour des valeurs de contraintes normalisées par la limite d'élasticité σ_e de chaque échantillon.	75
Figure 39 : Evolution de la contrainte de passage du deuxième au troisième stade d'écrouissage $\sigma_{II/III}$ en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).....	76
Figure 40 : Evolution de la déformation de passage du stade II au stade III en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).....	76
Figure 41 : Evolution de la longueur en déformation du stade II d'écrouissage $\Delta\varepsilon_{II}$ en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).....	77

Figure 42 : Evolution du taux d'écroissage latent Δ_{II} lors du stade II en fonction de la taille de grains (a) et du rapport t/d (b).....	78
Figure 43 : Evolution de $(\sigma\theta)_0$ en fonction du rapport t/d. $(\sigma\theta)_0$ est l'ordonnée à l'origine du stade II des courbes $\sigma\theta$ en fonction de la contrainte.	80
Figure 44 : Structures typiques de cellules de dislocations observées sur des échantillons de cuivre avec deux rapports t/d [82]. (a) t/d = 2,6, stade II - $\bar{g} = [\bar{111}]$, (b) t/d = 2,6, stade III - $\bar{g} = [11\bar{1}]$, (c) t/d = 17, stade II - $\bar{g} = [\bar{111}]$, (d) t/d = 17, stade III - $\bar{g} = [11\bar{1}]$	82
Figure 45 : Structures de dislocations observées à cœur dans des échantillons de nickel. (a) cellules équiaxes $\bar{g} = [11\bar{1}]$ et (b) cellules divisées en blocs séparés par des joints non cristallographiques $\bar{g} = [200]$	83
Figure 46 : Structures de dislocations pour un échantillon multicristallin de nickel (t/d = 2,5) déformé en stade II - $\bar{g} = [11\bar{1}]$. (a) lame prélevée à cœur, (b) lame prélevée en surface [50].	84
Figure 47 : (a) Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations à cœur pour deux échantillons de cuivre avec des rapports t/d de 2,6 et 17 en fonction de la déformation. (b) Comparaison entre le diamètre moyen des cellules à cœur et en surface en fonction de la déformation pour deux échantillons de nickel (t/d = 14 et t/d = 2,5) [14].	85
Figure 48 : Répartition statistique des tailles de cellules pour un échantillon de cuivre multicristallin déformé à plusieurs niveaux.	86
Figure 49 : Illustration schématique du gradient de contrainte dans l'épaisseur pour un multicristal qui est à l'origine de la modification du comportement par rapport à un polycristal.	87
Figure 50 : Illustration des effets de surface présents dans un monocristal prédéformé à 0 (A), 0,058 (B), 0,21 (C), 0,32 (D) et 0,53 (E), [4].	87
Figure 51 : Influence de la taille de grains et de l'épaisseur (t = 0,2 mm et t = 0,4 mm), (a) d = 24 μm et (b) = 0,21 μm et du rapport t/d (c) sur le rapport limite d'emboutissage [69]. ...	90
Figure 52 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur le comportement mécanique lors d'essais d'emboutissage [30, 71, 91]. (Stroke correspond au déplacement de poinçon remis à l'échelle par le diamètre du poinçon utilisé).	91
Figure 53 : Influence de l'épaisseur (a) et de la taille de grains (b) sur les courbes limites de formage [92].	92
Figure 54 : Influence du nombre de grains dans l'épaisseur sur les courbes limites de formage. (a) Etude réalisée sur du CuZn30 [93] et (b) sur du nickel [94].	92

Figure 55 : Illustration des différents flans maillés (a). Simulations par éléments finis du trajet de chargement de différents flans à largeurs w variables (b).....	95
Figure 56 : Influence du rapport t/d sur le trajet de chargement expérimental pour le cuivre (a) et pour le nickel (b) et pour chaque essai. T correspond au trajet de chargement théorique.	97
Figure 57 : Exemples de cartographies d'iso-déformations pour la déformation plane et l'expansion biaxiale, obtenues par la technique de corrélation d'image pour le cuivre et pour le nickel. Les valeurs de t/d présentées sont situées de part et d'autre du rapport $(t/d)_c$. ϵ_{eq} est la déformation plastique équivalente calculée dans la ROI avec le critère de Hill.	99
Figure 58 : Courbes force-déplacement correspondantes aux essais Nakazima pour trois rapports t/d . En gris est présenté l'essai de déformation plane et en noir l'essai d'expansion biaxiale. (a) pour le cuivre et (b) pour le nickel.	100
Figure 59 : Force de poinçonnage en fonction du rapport t/d pour différents niveaux de déformations plastiques équivalentes. Essai de déformation plane pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). Essai d'expansion biaxiale pour le cuivre (c) et pour le nickel (d).....	101
Figure 60 : Evolution de la déformation équivalente critique ϵ_{eq}^c avec le chargement pour les deux matériaux.....	102
Figure 61 : Influence du chargement sur la réduction de force entre les échantillons avec le plus haut et le plus bas rapport t/d pour une déformation plastique équivalente de 0,012.....	102
Figure 62 : Illustration de la méthodologie de mesure de réduction d'épaisseur (a). Influence du rapport t/d sur la variation maximale d'épaisseur pour les échantillons déformés au niveau critique de déformation plastique équivalente (b). Evolution de l'anisotropie plastique normale \bar{r} en fonction du rapport t/d (c).	104
Figure 63 : Cartes des effets de taille basées sur les courbes limites de formage pour trouver les conditions optimales de microformage [102]. Cas de $t/d > (t/d)_c$ pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).	108
Figure 64 : Cartes d'Ashby relatant les modes de déformation selon la gamme de température pour le cuivre (a) et pour le (nickel (b) [103].....	115
Figure 65 : Courbes de traction pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.	116
Figure 66 : Application de la loi de Hall-Petch à différents niveaux de déformations pour cinq températures comprises entre -70 °C et 200 °C pour le cuivre et le nickel.....	118

Figure 67 : Evolution du paramètre k_{HP} pour le domaine polycristallin (faibles tailles de grains) normalisé par μ avec la déformation pour différentes températures ((a) Cuivre, (b) Nickel)).....	121
Figure 68 : Evolution du rapport k_{HP}^M/k_{HP}^P avec la déformation pour différentes températures ((a) Cuivre, (b) Nickel)).....	121
Figure 69 : Evolution du rapport entre σ_0^M et σ_0^P en fonction de la déformation pour les différentes températures d'étude : cas du cuivre (a) et cas du nickel (b). Comparaison entre le cuivre et le nickel à 20 °C et 200 °C (c).....	122
Figure 70 : Evolution du nombre de grains critique dans l'épaisseur à partir duquel la loi de Hall-Petch est modifiée en fonction de la déformation pour le cuivre (a) et pour le nickel (b) et en fonction de la température (c).....	124
Figure 71 : Evolution de $\sigma\theta$ normalisé par μ^2 en fonction de la contrainte normalisée par μ pour cinq échantillons de cuivre et de nickel de tailles de grains variables et à différentes températures.	126
Figure 72 : Evolution de la longueur en déformation du stade II d'écrouissage $\Delta\varepsilon_{II}$ en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).	128
Figure 73 : Evolution de la contrainte de passage du stade II au stade III en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b). $\sigma_{II/III}/\mu$ normalisée par la valeur à -70 °C pour un polycristal de chaque matériau en fonction de la température (c).	129
Figure 74 : Dépendance à la température de la contrainte de passage du stade II au stade III pour les différents échantillons de cuivre (a) et évolution de la cission résolue avec le nombre de grains dans l'épaisseur (b). Le point du monocristal est issu des travaux de Nes [107]. ..	130
Figure 75 : Evolution du taux d'écrouissage latent Δ_{II} lors du stade II en fonction de la température pour différents rapports t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).....	131
Figure 76 : Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations en fonction de la température pour un multicristal et un polycristal de nickel déformé en stade II et en stade III.	133
Figure 77 : Evolution du diamètre moyen des cellules de dislocations en fonction de la température pour un multicristal et un polycristal de cuivre déformé en stade III [82].....	134
Figure 78 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de la température pour différents rapport t/d pour le cuivre (a) et pour le nickel (b).	135

Figure 79 : Influence de l'énergie de faute d'empilement sur le coefficient de Hall-Petch normalisé par le produit entre le module de cisaillement μ et le vecteur de Burgers b pour une déformation de 0,002 [109].	141
Figure 80 : Comparaison des paramètres d'écrouissage du cuivre et du nickel normalisés par leur module de cisaillement μ respectif : (a) $\sigma_{II/III}$, (b) Δ_{II} et (c) $(\sigma\theta)_0$ en fonction du rapport t/d .	144
Figure 81 : Profils de contrainte équivalente de von Mises et des densités de dislocations à travers l'épaisseur pour un échantillon avec deux grains dans l'épaisseur [112].	145
Figure 82 : Evolution de la déformation critique équivalente ε_{eq}^c avec le taux de triaxialité pour le cuivre et pour le nickel.	146
Figure 83 : Evolution de l'adoucissement du comportement pour une déformation de 0,12 avec le taux de triaxialité.	146
Figure 84 Profils de contrainte normalisée à travers l'épaisseur pour un échantillon avec un rapport $t/d = 2$ pour trois valeurs différentes de libre parcours moyen des dislocations [112].	147
Figure 85 : Evolution du libre parcours moyen des dislocations estimé par simulations numériques avec un modèle de plasticité cristalline à gradient, dans le cas de monocristaux, avec la déformation pour trois chargements.	148
Figure 86 : Influence de la température sur le rapport $\gamma/\mu b$ pour le cuivre et le nickel. Les valeurs de γ sont issues de différents travaux [16, 17].	149
Figure 87 : Méthodologie de détermination des paramètres k_g et $1/L-1/s$ à partir des courbes $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de $1/d$. L'encart rappelle l'évolution de $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ avec la température pour les deux matériaux.	150
Figure 88 : Schématisation de l'évolution des effets de surface selon la valeur du paramètre $(1/L-1/s)$.	152
Figure 89 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de l'inverse de la taille de grains pour différentes températures dans le cas du cuivre.	153
Figure 90 : Evolution du paramètre k_g normalisé par la valeur à -70 °C en fonction de la température (a). Evolution du paramètre $(1/L - 1/s)$ en fonction de la température (b). Schématisation de l'évolution des effets de surface avec la température (c). Ces trois graphiques illustrent le cas du cuivre.	154
Figure 91 : Evolution du paramètre s caractérisant les effets de surface avec la température pour des polycristaux et des multicristaux de cuivre.	155

Figure 92 : Schématisation des puits de dislocations (a) et illustration de leur influence sur le gradient de contrainte en fonction de la température pour le cuivre (b).	155
Figure 93 : Evolution du paramètre $(\sigma\theta)_0/\mu^2$ en fonction de l'inverse de la taille de grains pour différentes températures dans le cas du nickel.....	157
Figure 94 : Evolution de k_g avec la température pour des polycristaux et des multicristaux (a). Evolution du paramètre $(1/L - 1/s)$ en fonction de la température (b). Schématisation de l'évolution des effets de surface avec la température (c). Ces trois graphiques illustrent le cas du nickel.	158
Figure 95 : Evolution du paramètre s caractérisant les effets de surface avec la température pour des polycristaux et des multicristaux de nickel.....	159
Figure 96 : Schématisation de l'influence paramètre s sur le gradient de contrainte en fonction de la température pour le nickel.....	159
Figure 97 : Illustration de l'étape d'identification de paramètre y_c pour un échantillon de nickel avec un rapport $t/d = 4$ déformé à -70 °C et à 300 °C . b correspond au vecteur de Burgers.	161
Figure 98 : Evolution du libre parcours moyen des dislocations en fonction de la déformation pour deux températures : -70 °C et 300 °C . (a) $t/d = 1$ et (b) $t/d = 4$	162
Figure 99 : Profils de contrainte normalisée à travers l'épaisseur pour les deux types d'échantillons ($t/d = 1$ et $t/d = 4$) déformés en stade II (a – b) et en stade III (c – d) aux deux températures (-70 °C et 300 °C).....	163
Figure 100 : Cartographies des paramètres influents (température, énergie de faute d'empilement, taux de triaxialité) sur les deux paramètres critiques identifiés lors de la modification du comportement mécanique : (a) $(t/d)_c$ et (b) ε_c	166
Figure 101 : Dislocations résiduelles après recristallisation pour un échantillon de nickel non déformé [14] (a) et exemple de dislocations introduites lors de polissage ou de la manipulation de la lame mince [116] (b).	191
Figure 102 : Microstructures optiques des différents échantillons de nickel sollicités en traction à -70 °C , 20 °C , 100 °C et 200 °C	192
Figure 103 : Microstructures obtenues par EBSD des différents échantillons de nickel. .	194
Figure 104 : Microstructures obtenues par EBSD des différents échantillons de cuivre. .	196
Figure 105 : Vérification de la taille de grains après les essais mécaniques en température. Comparaison entre un échantillon du nickel déformé à 20 °C et à 200 °C	196
Figure 106 : Figures de pôles des plans $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ et figures de pôles inverses dans les trois directions pour les différents échantillons de nickel.	199

Figure 107 : Figures de pôles des plans {100}, {110} et {111} et figures de pôles inverses dans les trois directions pour les différents échantillons de cuivre.	202
Figure 108 : Plans des différentes éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques. (a) éprouvette de traction pour les températures comprises entre -70 °C et 200 °C, (b) éprouvette de traction pour les températures comprises entre 300 °C et 500 °C, (c) flan pour les essais Nakazima avec un chargement d'expansion biaxiale équilibrée et (d) flan pour les essais Nakazima avec un chargement en déformation plane.....	203
Figure 109 : Méthodologie pour la détermination des variables d'études. (a) Relevé des contraintes à différents niveaux de déformation et (b) délimitation des stades d'écrouissage à partir de la courbe $\sigma_\theta = f(\sigma)$	204
Figure 110 : Méthodologie de détermination de la force à différents niveaux de déformation équivalente à partir de courbe force = f (déplacement de poinçon) et des cartes de déformation.	205

Liste des tableaux

Tableau 1 : Quelques valeurs de cisssions critiques résolues et d'énergies de faute d'empilement pour des monocristaux de cuivre et de nickel.	17
Tableau 2 : Synthèse de différentes valeurs du nombre de grains critique dans l'épaisseur $(t/d)_c$ pour plusieurs matériaux issues de la littérature. \emptyset : aucun rapport $(t/d)_c$ n'a été identifié dans ces travaux.	37
Tableau 3 : Teneur en éléments d'addition en partie par million, épaisseur et tolérance, point de fusion annoncés par GoodFellow pour les deux tôles étudiées.....	47
Tableau 4 : Caractéristiques microstructurales des échantillons en fonction des conditions de traitements thermiques.....	50
Tableau 5 : Comparaison des diamètres moyens des cellules de dislocations pour un échantillon polycristallin et un échantillon multicristallin, pour les deux matériaux d'étude et pour différents états de déformation.....	81
Tableau 6 : Valeurs numériques du paramètre β caractéristiques du trajet de chargement pour les deux matériaux et pour les différents rapports t/d . β_{th} correspond à la valeur théorique et $\bar{\beta}$ correspond à la valeur moyenne.	98
Tableau 7 : Valeurs du nombre de grains critique dans l'épaisseur $(t/d)_c$ et leurs niveaux de déformations critique associés ε_{eq}^c . $\bar{\eta}$ est le taux de triaxialité moyen pour tous les rapports t/d , η_{th} est la valeur théorique du taux de triaxialité dans l'hypothèse d'un matériau isotrope et $\Delta\eta$ est l'erreur relative entre les deux valeurs.....	107
Tableau 8 : Définition de l'importance des effets de surface selon la valeur de s	151
Tableau 9 : Paramètres influençant les mécanismes de déformation.	165

Résumé

Le comportement mécanique du cuivre et du nickel polycristallins de haute pureté est étudié en fonction du nombre de grains dans l'épaisseur à l'aide d'essais mécaniques. La caractérisation des effets de taille est réalisée sur des échantillons d'épaisseur constante ($t = 500 \mu\text{m}$) et de tailles de grains d variables. Dans un premier temps, ces différentes microstructures sont caractérisées par EBSD. Dans un deuxième temps, l'influence du trajet de chargement sur ces effets de taille est examinée à température ambiante à l'aide d'essais de traction et d'essais Nakazima. Lorsque le rapport t/d est réduit en deçà d'une valeur critique, le comportement mécanique montre un fort adoucissement. Cette modification intervient à partir d'un certain niveau de déformation plastique fortement dépendant du mode de sollicitation. Dans un troisième temps, le comportement mécanique est étudié en traction à des températures comprises entre $-70 \text{ }^\circ\text{C}$ et $200 \text{ }^\circ\text{C}$, afin de comprendre si une mise en forme en température peut minimiser cette modification du comportement. Pour chaque température l'effet de la taille de grains est étudié avec la loi de Hall-Petch et la modification de l'écrouissage avec le formalisme de Mecking-Kocks. L'analyse de ce formalisme couplée à des analyses de structures de dislocations par MET et à des simulations numériques permettent de discuter sur l'origine de la transition polycristal/multicristal, à travers la mise en place d'effets de surface. La comparaison entre le cuivre et le nickel amène à une discussion sur l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur les mécanismes de déformation.

Mots Clés : Cuivre, Nickel, Comportement mécanique, Effets de taille, Température, Trajets de chargement, Microstructures, Ecrouissage, Produits minces.

Title : Temperature and strain path influence on size effects of face centered cubic metals

Abstract

The mechanical behavior of high purity polycrystalline copper and nickel is investigated with mechanical tests for different numbers of grains across the thickness. The characterization of size effects is performed on samples with constant thickness ($t = 500 \mu\text{m}$) and various grain sizes d . Firstly, the different microstructures are characterized by EBSD. Secondly, the strain path influence on size effects is investigated at room temperature with tensile and Nakazima tests. If the t/d ratio is reduced below a critical value, the mechanical behavior shows a strong softening. This modification appears from a critical plastic strain level which is strongly dependent of the loading. Thirdly, to understand if the behavior modification can be reduced by microforming at temperature, the mechanical behavior is studied in tension at temperature ranging between $-70 \text{ }^\circ\text{C}$ and $200 \text{ }^\circ\text{C}$. For each temperature, grain size effect is studied with the Hall-Petch law and the work-hardening modification by Mecking-Kocks formalism. This formalism analysis associated with observations of dislocation structures by TEM and numerical simulation allow to discuss on the origin of the polycrystal/multicrystal transition, with the implementation of surface effects. The comparison between copper and nickel leads the discussion on the stacking fault energy influence on the strain mechanisms.

Keywords : Copper, Nickel, Mechanical behavior, Size effects, Temperature, Strain path, Microstructure, Work-hardening, Thin products.

Discipline : TH 803 Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces. Laboratoire CRISMAT/ENSICAEN, 6 bd du Maréchal Juin, 14050 Caen Cedex.