



HAL
open science

**Etudes expérimentale et numérique du comportement
mécanique d'un composite métal – céramique :
MoTiC30%**
Denis Cédât

► **To cite this version:**

Denis Cédât. Etudes expérimentale et numérique du comportement mécanique d'un composite métal – céramique: MoTiC30%. Matériaux. Ecole Centrale Paris, 2008. Français. NNT: . tel-00415727

HAL Id: tel-00415727

<https://theses.hal.science/tel-00415727>

Submitted on 10 Sep 2009

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Thèse présentée par

Denis Cédât

pour l'obtention du

Grade de docteur

Spécialité : Mécanique et Matériaux

Laboratoire d'accueil : MSSMat (CNRS UMR 8579)

**Etude expérimentale et numérique
du comportement mécanique d'un
composite métal-céramique :**
MoTiC_{30vol.%}

SOUTENUE LE 17 NOVEMBRE 2008

DEVANT LE JURY COMPOSÉ DE :

Président : SCHMITT JEAN-HUBERT (ECP)
Rapporteur : BOUSSUGE MICHEL (ENSMP)
Rapporteur : BRECHET YVES (ENSEEG)
Directrice de thèse : REY COLETTE (ECP)
Co-Directeur de thèse : CLAVEL MICHEL (ECP)
Examineur : BÉCHADE JEAN-LUC (CEA)
Examineur : RAABE DIERK (MPIE-DUSSELDORF)
Invitée : LE FLEM MARION (ECP)
Invité : FANDEUR OLIVIER (ECP)

Remerciements

Ce mémoire est l'aboutissement de quatre années de travail effectuées au sein du Laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (MSSMat) à l'Ecole Centrale Paris en collaboration avec le service SRMA au CEA Saclay.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers M. Jean Hubert Schmitt pour avoir accepté la présidence du jury, MM. Michel Boussuge et Yves Bréchet d'avoir rempli la lourde tâche de rapporter sur mon travail, M. Dierk Raabe, Jean Luc Béchade, Olivier Fandeur ainsi que Mme Marion Le Flem d'avoir accepté d'être membre de mon jury de thèse. Que tous les membres du jury soient remerciés pour la lecture attentive et approfondie de mon mémoire.

C'est avec une grande sincérité, et aucunement par obligation statutaire, que j'exprime toute ma gratitude à ma directrice de thèse, Mme. Colette Rey. Je me dois de la remercier pour son soutien constant tant scientifique qu'amical, pour sa patience tout au long de ces quatre années. J'ai été libre d'expérimenter et je lui suis reconnaissant de la confiance qu'elle m'a toujours témoignée. Que devrais-je dire de la liberté permise pour participer à des congrès ? Je ne m'étendrais pas plus mais je voudrais que vous sachiez que cela a été et est toujours à ce jour, un réel plaisir de communiquer avec vous.

Ma sympathie et ma reconnaissance vont aussi à Michel Clavel dont les conseils m'ont beaucoup appris, ainsi que pour sa patience lors des multiples échanges fructueux que nous avons eus au cours de ma thèse.

J'adresse un salut particulier au professeur Stephan Zaeferrer, du Max Plank Institute de Düsseldorf, pour l'aide qu'il m'a apportée durant mon séjour en Allemagne, Merci également pour votre dynamisme, vos idées et nos discussions.

Bien évidemment, je ne peux passer sous silence l'attachement très fort qui me lie à l'équipe matériaux. Tout au long de ma thèse, j'ai pu compter sur l'équipe technique.

La partie expérimentale de mon travail n'aurait pu aboutir sans leurs contributions importantes. Je ne peux exprimer que ma sincère reconnaissance à Françoise Garnier de m'avoir formé à l'utilisation du meb Léo. Par ailleurs, je remercie : Sokona pour la préparation d'échantillons, Sylviane et Nicolas pour la réalisation d'essais

mécaniques, Paul pour son assistance lors des séances MET, Eric pour tous les plans que je lui ai demandé. D'une manière générale, je les remercie pour leur sympathie et leur bonne humeur.

Que Fleur, Isabelle (la veinarde retraitée), Denis et Nadège soient remerciés pour leur gestion efficace des problèmes technico-administratifs, contribuant à une atmosphère de travail des plus saines.

Cet environnement agréable est de plus renforcé d'un large éventail de compétences scientifiques incarné par : Claude Prioul, Thierry Hoc, Clotilde Berdin, Philippe Bompard, Anne-Sophie Mouronval, Guillaume Puel que j'ai sollicité à des degrés divers et qui ont toujours répondu présents.

Je profite de cet espace pour remercier toutes les personnes que j'ai pu rencontrer au cours de ma thèse (Denis Solas, Thierry Baudin, Frédéric Danoix, ...) dans les différents laboratoires ou au détour d'un couloir.

Que dire de mes compagnons thésards et considérés comme tels ? Outre l'aspect scientifique, ces trois années de thèse me laisseront un souvenir très fort pour tous les moments passés au laboratoire en si bonne et chaleureuse compagnie. La solidarité et la bonne humeur communicative font partie intégrante du succès de cette thèse. Alors tout d'abord, aux anciens Laurent, Cédric, Benoit, Mejido, Christine, Guillaume et Eric : merci pour l'accueil chaleureux et pour vos conseils éclairés.

A mes compagnons de bureau que sont Anne, Cécile et Maximilien : quand je pense à mes calculs qui plantent inexplicablement, aux périodes de doute et de remise en question c'est votre soutien qui me revient inmanquablement. Et que dire du premier séjour à Aussois et ce fameux pyjama à mouton, merci Anne !

Sans oublier les petits nouveaux qui ont éclairé le laboratoire par leur joie, leur bonne humeur et pour certains leurs cultures différentes et enrichissantes : Julien T., Julien S., Huaidong, Saeid, Rachel. Je garde un très bon souvenir des séjours Danois ou Allemand avec vous et des moments de rire et de détente que l'on ait pu s'accorder. J'en profite pour vous souhaiter bon courage et à n'en douter, beaucoup de réussite dans l'aboutissement de vos travaux de thèse !

Je finirai cette liste avec ma seule conscrite Anne. Merci pour m'avoir réconforté sur le fait qu'il pouvait exister un plus mauvais caractère que le mien. Je te suis reconnaissant de m'avoir soutenu et d'avoir gardé une ambiance conviviale durant ces trois ans.

Cette liste de remerciement ne serait pas complète sans y inclure mes amis/ies qui ont compris (au moins essayer) mon travail et qui m'ont soutenu : Joss, Julian, Chris, Aude, Jojo, Jeff, Kiko, Aurélie, Bibi, Fab, Mag, Jean-Marie, Zeg, Guillaume et Caro, ...

Que mon frère et ma belle-sœur, mes neveux, mes parents, mes grands-parents ainsi que toute ma belle-famille trouvent ici toute ma considération et ma profonde reconnaissance de leur amour pour moi.

Enfin, je finirais par la personne qui m'est la plus chère et qui est sûrement celle qui a le plus souffert de cette période : Laura. Un grand MERCI à toi mon Amour qui m'a épaulé chaque jour, ce manuscrit n'aurait sans doute jamais vu le jour sans toi !

Je dédie ce mémoire à toute ma famille.

Table des matières

Remerciements	3
Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	xi
Introduction	1
0.1 Contexte	1
0.2 Introduction Générale	2
1 Bibliographie	5
1.1 Généralités sur les matériaux hétérogènes	6
1.1.1 Description des hétérogénéités	7
1.1.2 Solution du problème d'Eshelby	7
1.1.3 Théorie de Kröner, notion d'incompatibilité de déformation . .	9
1.2 Mécanismes de plasticité cristalline	9
1.3 Présentation des modèles	15
1.3.1 Notion de volume élémentaire représentatif	15
1.3.2 Modèles autocohérents	17
1.3.3 Approches cristallines utilisant la méthode des éléments finis .	18
1.3.4 Approches multi-physiques	21
1.4 Mécanismes d'endommagement - Phase d'amorçage	22
1.4.1 Mécanismes d'amorçage et localisation des sites d'amorçage .	23
1.4.2 Modélisation de l'amorçage et de la nucléation	27
2 Caractérisation du matériau	35
2.1 Caractérisation microstructurale	36
2.1.1 Caractéristiques des carbures de titane et du molybdène . . .	36
2.1.2 Mise en forme du composite	38
2.1.3 Microstructure du composite	39
2.1.4 Étude de la phase carbure mixte	44
2.2 Caractérisation mécanique	51
2.2.1 Mesure de module de Young	51
2.2.2 Comportement du matériau en compression	56

2.2.3	Comportement mécanique du TiC	62
3	Caractérisation du comportement thermiquement activé	67
3.1	Caractérisation du comportement en traction et des faciès de rupture	68
3.1.1	Comportement du molybdène en traction	68
3.1.2	Comportement du composite $MoTiC_{30\%}$ en traction	71
3.2	Caractérisation du comportement thermiquement activé	73
3.2.1	Essais de sauts de vitesse en compression	73
3.2.2	Essais de sauts de température	76
3.3	Analyse des modes de déformation	80
3.3.1	Rappel bibliographique sur les mécanismes élémentaires de déformation des monocristaux de structure cubique centrée	81
3.3.2	Étude des structures de dislocations du molybdène - Mise en évidence de la transition de comportement	86
4	Etude Numérique	93
4.1	Présentation générale du mésoscope	94
4.2	Modèle de comportement du molybdène	94
4.2.1	Loi d'écoulement	94
4.2.2	Loi d'érouissage	96
4.2.3	Loi d'évolution des densités de dislocations	98
4.3	Implémentation numérique des équations du modèle	99
4.3.1	Description du formalisme en grandes transformations	99
5	Modélisation du comportement du molybdène et du composite	109
5.1	Outils de la simulation multi-échelles	110
5.1.1	Choix des agrégats polycristallins	110
5.1.2	Génération du maillage et conditions aux limites	113
5.1.3	Identifications des paramètres	114
5.2	Modélisation à l'échelle de l'agrégat pour le molybdène	117
5.2.1	Résultats de l'identification	117
5.2.2	Effet des mécanismes de plasticité dans le polycristal de molybdène	120
5.3	Modélisation des champs locaux dans le composite	126
5.3.1	Champs mécaniques locaux dans le composite	126
5.3.2	Modèle de comportement avec endommagement des carbures	129
5.3.3	Étude du comportement du composite avec endommagement	130
	Conclusion Générale	137
5.4	Synthèse	137
5.5	Perspectives	139
A	Annexe A : Méthodes expérimentales mises en œuvre	141
A.1	Essais mécaniques	141
A.2	Tomographie X	146
A.3	Microscopie - EBSD - FIB	147

B	Annexe B	151
B.1	Détermination de la taille du volume élémentaire représentatif	151
B.2	Étude de la taille de maillage	154
C	Annexe C : Champs Mécaniques	159
C.1	Simulation numérique Molybdène	159
C.2	Simulation numérique agrégat A sans endommagement	162
	Bibliographie	165

Table des figures

1.1	Schéma pour la résolution du problème d'Eshelby pour une inclusion ellipsoïdale.	8
1.2	Multiplication des dislocations selon le mécanisme de Frank-Read. . .	13
1.3	Contournement de précipités par une dislocation et abandon de boucles.	14
1.4	Différentes configurations d'amorçage de fissures : (a) rupture de la matrice ; (b) décohésion de l'interface ; (c) rupture simple de l'inclusion ; (d) rupture multiple de l'inclusion.	23
1.5	Détermination de l'énergie d'interface inclusion-matrice	25
2.1	Structure des carbures cubiques. Les ions métalliques (titane), et les atomes de carbone forment chacun un sous-réseau de structure CFC. Les atomes de carbone occupent les sites octaédriques du réseau des atomes métalliques.	36
2.2	Le diagramme de phase ternaire Mo-C-N à 1473 K montre que les nitrures de molybdène se forment comme les carbures, tant qu'aucun autre élément n'est présent.	37
2.3	Le diagramme de phase ternaire Ti-Mo-N à 1420 K montre que les nitrures de molybdène en sont absents, au profit des nitrures de titane très stables	38
2.4	Matrices utilisées dans la machine HIP et principe de fonctionnement du HIP.	39
2.5	Microstructure du composite $MoTiC_{30\%}$	40
2.6	Cliché MET d'un grain de TiC et d'un grain de Mo.	40
2.7	Diagramme de phase binaire Mo-TiC.	41
2.8	Clichés MEB des microstructures des différentes nuances de composites.	42
2.9	Traitement des images pour obtenir les proportions surfaciques pour le composite $MoTiC_{30\%}$	43
2.10	Microstructure du composite $MoTiC_{30\%}$ reconstruite par Tomographie X 3D	44
2.11	Formation de ponts entre deux sphères matérialisant des grains lors de l'étape de frittage.	45
2.12	Diagramme de phase ternaire Mo-Ti-C.	46
2.13	Clichés MET du molybdène et du carbure de titane dans le composite après mise en forme.	47
2.14	Diagramme de diffraction réalisé sur le composite.	48

2.15	Image MEB de la microstructure sur laquelle les analyses X ont été effectuées.	48
2.16	Proportion des phases le long des lignes d'analyse.	49
2.17	Analyses EDS effectuées suivant un profil au travers de la phase carbure mixte.	49
2.18	Analyses EDS effectuées suivant un profil à travers un joint de grains.	50
2.19	Cartographie EDX et clichés MET de la zone analysée.	50
2.20	Mesure de microdureté en fonction du taux de TiC présent dans le composite.	52
2.21	Clichés MEB de nanoindentations réalisées sur $MoTiC_{30\%}$ triphasé.	53
2.22	Valeurs obtenues par nanoindentation sur $MoTiC_{30\%}$ triphasé.	53
2.23	Clichés MEB en électrons retrodiffusés de la microstructure biphasée de $Mo - TiC_{30\%}$ recuit, pendant 20 h à 1800 °C.	54
2.24	Valeurs obtenues par nanoindentation sur un échantillon biphasé de $Mo - TiC_{30\%}$	54
2.25	Prédiction de l'évolution du module de Young du composite en fonction de la fraction volumique de TiC.	56
2.26	Texture du molybdène commercial (Goodfellow) obtenue par diffraction des neutrons	57
2.27	Courbes de compression du molybdène à 25, 150, 300, 500 et 700 °C	58
2.28	Courbes de compression obtenues pour différentes nuances de composite (0 %, 12,5 %, 25 %, et 30 % de TiC) à T=25 °C	58
2.29	Courbes de compression du composite $MoTiC_{30\%}$ à 25, 150, 300, 500 et 700 °C	59
2.30	Identification des paramètres K et n de la loi Hollomon à partir des courbes de compression pour le molybdène.	60
2.31	Identification des paramètres K et n de la loi Hollomon à partir des courbes de compression sur le composite $MoTiC_{30\%}$	61
2.32	Ajustement de la fonction de répartition de Weibull à 2 paramètres pour le TiC seul.	63
2.33	Diagramme de Weibull pour le TiC seul.	64
2.34	Faciès de rupture du TiC après essais de flexion 4 points.	64
3.1	Image au microscope optique de la décohéation aux joints de grains du molybdène à 25 °C.	69
3.2	Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de traction du molybdène à 25 °C.	69
3.3	Images au microscope optique des modes de déformation du molybdène à 200 °C	70
3.4	Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette en traction du molybdène à 200 °C.	70
3.5	Image au microscope optique du glissement dans les grains de molybdène à 300°C.	71
3.6	Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette en traction du molybdène à 300 °C.	71

3.7	Clichés MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de $MoTiC_{30\%}$ à 25 °C.	72
3.8	Clichés MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de $MoTiC_{30\%}$ à 300 °C.	72
3.9	Molybdène : Courbes de sauts de vitesse σ vs ε pour $d\varepsilon/dt = 5.10^{-2} - 5.10^{-4} s^{-1}$	73
3.10	Composite : Courbes de sauts de vitesse σ vs ε pour $d\varepsilon/dt = 5.10^{-2} - 5.10^{-4} s^{-1}$	74
3.11	Molybdène : Évolution des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de T	74
3.12	$MoTiC_{30\%}$: Évolution des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de T	75
3.13	Molybdène : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 35, 150 et 300 °C.	77
3.14	Molybdène : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 300, 500 et 700 °C.	78
3.15	Composite : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 25, 150 et 300 °C.	78
3.16	Composite : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 300 et 500 °C.	79
3.17	Évolution de ΔG en fonction de T - Comparaison avec la loi $\Delta G = Ck_B T$	80
3.18	Description des stades sur les courbes de traction d'un monocristal de structure cubique centrée et du molybdène.	82
3.19	Modes de dissociation de cœur et de recombinaison possible pour une dislocations vis $b = \frac{a}{2} < 111 >$	84
3.20	Franchissement des vallées de Peierls par double décrochement.	86
3.21	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=25\text{ °C}$. La dislocation 1 est vis ($\vec{b}=-111$).	87
3.22	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 20\%$ à $T=25\text{ °C}$	87
3.23	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=150\text{ °C}$. La dislocation 2 est vis ($\vec{b}=-111$).	88
3.24	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=300\text{ °C}$. La dislocation 3 est vis ($\vec{b}=-111$).	89
3.25	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 20\%$ à $T=300\text{ °C}$	89
3.26	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=500\text{ °C}$. La dislocation 4 est coin ($\vec{b}=-111$).	90
3.27	Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=700\text{ °C}$	90
4.1	Schéma de double décrochement : ancrage d'une dislocation sur des obstacles ($T < T_a$).	95
4.2	Principe de la décomposition $\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^p$ en grandes déformations du tenseur gradient $\bar{\bar{F}}$ en contributions élastique $\bar{\bar{F}}^e$ et plastique $\bar{\bar{F}}^p$	101
5.1	Texture $<110>$ correspondant aux zones EBSD choisies pour les quatre couches dans l'agrégat de molybdène.	110

5.2	Agrégat numérique du molybdène reconstruit à partir de quatre acquisitions EBSD	111
5.3	Agrégat A reconstruit à partir d'une seule acquisition EBSD.	112
5.4	Schéma de l'installation du MEB avec caméra EBSD couplée au FIB.	112
5.5	Schéma du principe d'usinage par FIB et cliché MEB du résultat obtenu après usinage de l'agrégat.	113
5.6	Agrégat numérique reconstruit à partir des couches EBSD obtenues par FIB.	113
5.7	Représentation des normales sur les faces de l'agrégat numérique.	114
5.8	Comportement macroscopique du molybdène en compression simple $F/S = f(\varepsilon)$: résultats expérimentaux et résultats des simulations aux différentes températures d'identification.	117
5.9	Molybdène : Courbes expérimentales et simulées de sauts de vitesse en compression.	118
5.10	Molybdène : Évolution expérimentale et simulée des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de la température.	119
5.11	Molybdène : Évolution expérimentale et simulée du volume d'activation V^* en fonction de la température.	119
5.12	Déformation dans la direction de compression (ε_{22}) pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ }^\circ\text{C}$	120
5.13	Contrainte équivalente de von Mises (σ_{mises}) pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ }^\circ\text{C}$	121
5.14	Nombre de systèmes actifs pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ }^\circ\text{C}$	121
5.15	Cartes d'orientation pour $E_{22} = 0\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ }^\circ\text{C}$ suivant RD (axe de compression).	121
5.16	Cartes d'orientation pour $E_{22} = 0\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ }^\circ\text{C}$ suivant TD.	122
5.17	Contrainte équivalente de von Mises (σ_{mises}) pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=500\text{ }^\circ\text{C}$	122
5.18	Déformation dans la direction de compression (ε_{22}) pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=500\text{ }^\circ\text{C}$	123
5.19	Nombre de systèmes actifs pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=500\text{ }^\circ\text{C}$	123
5.20	Distribution de la contrainte axiale dans l'agrégat numérique en fonction de la température pour $E_{22} = 0, 15$	124
5.21	Distribution de la contrainte de von Mises dans l'agrégat numérique en fonction de la température pour $E_{22} = 0, 15$	124
5.22	Différentes trajectoires de comportement empruntées en moyenne par chaque grain en cours de compression à $25\text{ }^\circ\text{C}$	125
5.23	Différentes trajectoires de comportement empruntées en moyenne par chaque grain en cours de compression à $500\text{ }^\circ\text{C}$	125
5.24	Agrégat A : Courbes expérimentale et simulée de tests de compression à $25\text{ }^\circ\text{C}$ - Contribution de chacune des phases	126

5.25	Déformation $\varepsilon_{MaxPrinc}$ dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25$ °C.	127
5.26	Cartes des contraintes σ_{22} pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25$ °C.	128
5.27	Cartes des contraintes $\sigma_{MaxPrinc}$ pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25$ °C.	128
5.28	Agrégat A : Courbes expérimentales et simulées de tests de compression à différentes températures	131
5.29	Agrégat B : Courbes de compression expérimentale et simulée - Contribution des deux phases.	132
5.30	Variable d'endommagement dans le TiC pour $E_{22} = 0,03, E_{22} = 0,06, E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.	132
5.31	Cartes de la contrainte équivalente de von Mises σ_{Mises} dans le TiC pour $E_{22} = 0,03, E_{22} = 0,06, E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.	133
5.32	Cartes des déformations ε_{22} dans Mo pour $E_{22} = 0,03, E_{22} = 0,06, E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.	133
5.33	Cartes des déformations ε_{22} dans le TiC pour $E_{22} = 0,03, E_{22} = 0,06, E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.	133
5.34	Agrégat B : Courbes expérimentales et simulées de tests de compression à différentes températures.	134
5.35	Agrégat B : Distribution des contraintes σ_{22} dans TiC pour $E_{22} = 0,09$ à différentes températures	135
5.36	Agrégat B : Distribution des contraintes σ_{22} dans Mo pour $E_{22} = 0,09$ à différentes températures.	135
A.1	a) Montage de compression avant essai, b) montage de compression lors du refroidissement.	141
A.2	Éprouvette de compression cylindrique $\phi_0 = 12$ mm/ $L_0 = 18$ mm.	143
A.3	Montage de micromachine de traction de type Fondis.	143
A.4	Éprouvette de traction présentant une zone utile de dimension $L = 8$ mm/ $l = 3$ mm/ $e = 1,5$ mm	144
A.5	Dispositif d'essai de flexion quatre points	144
A.6	Analyse de la nanoindentation	145
A.7	Schéma général du principe de l'acquisition de projections en tomographie.	147
A.8	a) Cônes de diffraction des électrons, b) Formation de lignes de Kikuchi sur un écran de phosphore.	148
A.9	a) Diagramme complet, b) Indexation d'un diagramme.	148
A.10	Schéma de l'installation du MEB avec caméra EBSD couplée au FIB.	149
A.11	a) Position d'usinage, b) Position d'acquisition EBSD	150
B.1	Agrégats construits à partir de cartes EBSD de côté : a) 10 μ m b) 20 μ m c) 30 μ m d) 40 μ m e) 50 μ m.	152
B.2	Courbes de compression simulées sur des agrégats de tailles différentes.	153
B.3	Histogramme des contraintes σ_{22} au sein des agrégats de tailles différentes.	153
B.4	Histogramme des déformations au sein des agrégats de tailles différentes.	154

B.5	Agrégat de 30 μm de côté avec une taille d'éléments de : a) 0,3 μm b) 0,5 μm c) 0,7 μm d) 1 μm e) 2 μm f) 5 μm . (maillage de 2 couches).	155
B.6	Courbes de compression simulées sur des agrégats de taille de maille différentes.	156
B.7	Histogramme des contraintes σ_{22} au sein des agrégats de taille de maille différentes.	157
B.8	Histogramme des déformations au sein des agrégats de taille de maille différentes.	157
C.1	Cartes de la contrainte σ_{22} pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15$ $\%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	160
C.2	Densité de dislocations pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	160
C.3	Cartes de la contrainte σ_{22} pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15$ $\%$ dans le molybdène à $T=500 \text{ }^\circ\text{C}$	161
C.4	Densité de dislocations pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=500 \text{ }^\circ\text{C}$	161
C.5	Déformation $\varepsilon_{MaxPrinc}$ dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	162
C.6	Déformation ε_{22} dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	162
C.7	Cartes des contraintes σ_{mises} dans le TiC pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	163
C.8	Densité de dislocations et nombre de systèmes actifs dans le molyb- dène pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$	163

Liste des tableaux

2.1	Composition des poudres de TiC de départ (% massique)	38
2.2	Composition des poudres de Mo de départ (% massique)	38
2.3	Proportions volumiques des différentes phases déterminées par analyse d'image.	43
2.4	Composition de la phase carbure mixte	51
2.5	Évolution du coefficient d'écroissage n en fonction de la température (molybdène et composite $MoTiC_{30\%}$).	61
2.6	Évolution du module d'écroissage calculé à partir de K et n en fonction de T et ε_{eq} dans le molybdène et le composite $MoTiC_{30\%}$. .	62
3.1	Comparaison des valeurs de V^* obtenues à différentes températures pour le molybdène et $MoTiC_{30\%}$	76
3.2	Comparaison des valeurs de ΔG obtenues à différentes températures dans le molybdène et dans le $MoTiC_{30\%}$	79
3.3	Valeurs de T_c obtenues par différents auteurs pour des monocristaux de molybdène.	82
5.1	Paramètres identifiés et utilisés dans la modélisation	116
5.2	Paramètres d'endommagement utilisés dans la modélisation	130
B.1	Composition des zones de différentes tailles choisies (% volumique). .	151

Introduction

0.1 Contexte

Dans le cadre du renouvellement du parc nucléaire français, les différents investisseurs que sont le Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA), Electricité De France (EDF), Areva ..., doivent s'attacher à développer les filières du réacteur du futur. Le nucléaire reste une technologie jeune, qui peut et doit encore progresser. Les efforts de recherche doivent être poursuivis sur les nouvelles générations de centrales, qui devront satisfaire à des exigences toujours plus fortes en termes de sûreté, d'impact sur l'environnement et de compétitivité.

Le CEA doit également s'inscrire dans le plus long terme et s'attacher à étudier la possibilité de construire un réacteur totalement "propre", c'est-à-dire ne produisant pratiquement ni actinides, ni produits de fission. En vue d'y parvenir, la fusion nucléaire apparaît comme une solution très séduisante mais l'échéance demeure encore très lointaine. À échéance plus rapprochée, il est fondamental d'assurer la pérennité et l'avenir de la filière nucléaire actuelle à eau légère. L'avenir semble tracé avec la Génération III+ des réacteurs à eau légère destinée à remplacer l'actuelle Génération III mise en service entre les années 70 et 90. Cette nouvelle génération dont l'EPR (European Pressurized water Reactor) fait partie devrait être mise en route vers 2010 environ. Au-delà de cette date, les réacteurs de Génération IV, à l'étude et qui pourraient être mis en service vers les années 2030, trouvent tout leur intérêt : 3 réacteurs à neutrons thermiques (Very High Temperature Reactor, Supercritical Water reactor, Molten Salt Reactor) 3 réacteurs à neutrons rapides (Gas Fast Reactor, Sodium Fast Reactor, Lead Fast Reactor).

L'intérêt renouvelé, depuis la fin des années 1990, pour le concept de réacteur à neutrons rapides tient certes au rôle que ce dernier pourrait jouer pour la production d'énergie, mais surtout à la réflexion sur les concepts innovants concernant la transmutation des déchets à vie longue. Un autre attrait majeur du concept neutrons rapides proposé réside dans le cycle fermé du combustible permettant la régénération du plutonium et le recyclage de l'ensemble des actinides : l'énergie et le flux des neutrons produits y sont suffisamment importants pour casser ou transmuter des noyaux lourds ou des produits de fission, transformant ainsi les éléments radioactifs à vie longue en éléments à vie plus courte, voire en éléments stables. À la clé : moins de déchets à gérer à long terme...

En France, les réacteurs rapides au sodium (SFR) et au gaz (GFR) se sont impo-

sés comme future technologie des centrales nucléaires de 4ème génération. Dans la perspective de la réalisation d'un démonstrateur en 2020 et d'une mise en production en 2030, le choix entre l'un des deux concepts doit être fait d'ici 2012. La France possède d'ores et déjà un fort retour d'expérience dans le domaine des réacteurs à neutrons rapides au sodium (Phénix, Super Phénix), et si la question de la durée de vie des matériaux est toujours d'actualité, les classes des matériaux envisagés pour sa construction ont été déjà abordées par le passé et demandent à être précisées aujourd'hui et qualifiées pour une éventuelle utilisation. En revanche, aucun réacteur rapide refroidit au gaz n'a été construit à ce jour et le cahier des charges très ambitieux des matériaux de cur en terme de dose et surtout de température (1000°C-1600°C) conduit à considérer des solutions matériaux en forte rupture avec le passé. Pour le gainage du combustible en particulier, les matériaux céramiques de type carbure semblent s'imposer, les métaux réfractaires étant peu compatibles d'un point de vue neutronique avec le fonctionnement sous flux rapide ou du moins apportant de fortes pénalités et également une réduction des températures de fonctionnement. L'utilisation de matériaux céramique en tant que matériaux de structure soulève plusieurs verrous technologiques en terme de design, de fabrication, de mise en uvre, surtout lorsque les considérations de fiabilité et de sureté sont aussi essentielles que dans le domaine nucléaire. Outre leur tenue en température, ces céramiques offrent généralement un bon comportement mécanique (jusqu'à très haute température), excepté en termes de ténacité et de déformation. Le défi consiste donc à contourner le caractère fragile de ces matériaux notamment par une voie composite. Les composites à matrice céramique renforcés par des fibres longues (type SiCf/SiC) apparaissent comme candidats potentiels et sont actuellement la solution de référence pour le gainage du combustible. Une autre solution est de s'inscrire dans une l'approche d'un composite céramique-métal (cermet) pour allier les bonnes propriétés neutroniques et l'excellent comportement thermomécanique de la céramique carbure au caractère plus ductile d'un métal, même réfractaire (la limitation neutronique est pondéré par la quantité de métal mise en uvre).

C'est précisément dans ce cadre que le composite Mo-TiC a été étudié. Les choix de ce couple céramique-métal s'est basé sur les avantages que présente le TiC comme matériau de structure dans le cur des GFR (bonne conductivité thermique, résistance mécanique, transparence aux neutrons) et sur les potentialités du Mo, à la limite de l'acceptation neutronique : ce métal a en particulier été envisagé comme composant principal des liners des gaines combustible en SiC/SiC des GFR (le rôle du liner est d'assurer l'étanchéité de la gaine vis-à-vis des produits de fission).

0.2 Introduction Générale

Ce travail s'inscrit dans la réponse au besoin industriel de maîtriser non seulement la description des propriétés des matériaux, mais aussi la détermination de leurs propriétés en lien direct avec leurs microstructures.

L'objectif de ce travail est d'apporter une contribution originale à l'étude du

comportement mécanique d'un composite céramique-métal par une approche multi-échelles faisant le lien entre la microstructure réelle et les propriétés mécaniques macroscopiques. Un attrait additionnel est également apporté par la spécificité du composite, une matrice réfractaire présentant un comportement plastique très particulier et un carbure totalement indéformable.

Cela passe tout d'abord par l'utilisation de méthodes expérimentales de caractérisation. Une description la plus fine possible de la morphologie et du comportement du matériau est nécessaire afin de quantifier les hétérogénéités mécaniques apparaissant en cours de sollicitation, et surtout de relier ces hétérogénéités à la morphologie de la microstructure. Il semble assez naturel d'établir un lien entre la perte de certaines propriétés avec la présence de fortes hétérogénéités des champs mécaniques locaux.

Au travers du chapitre bibliographique présenté en première partie de ce mémoire, nous exposerons les concepts inhérents au traitement des hétérogénéités et des accommodations des contraintes générées et nous donnerons un aperçu des principales méthodes numériques utilisées pour modéliser mécaniquement ces phénomènes. Les principaux modes d'amorçage et une liste non exhaustive d'approches utilisées dans la simulation de l'endommagement de matériaux hétérogènes sont proposés.

Le chapitre II présente la caractérisation des différents matériaux élaborés, d'une part, d'un point de vue microstructural et, d'autre part, d'un point de vue mécanique. La première partie s'attache à comprendre la microstructure complexe du matériau composite et les mécanismes mis en jeu lors de l'élaboration. Puis, des essais mécaniques réalisés dans le domaine de température [25 - 700 °C] visent à caractériser l'évolution du comportement avec la température.

À l'échelle macroscopique, les mesures de déformation en traction permettent une étude directe des propriétés mécaniques du matériau. Parallèlement, une caractérisation microstructurale des échantillons avant et après leur déformation est indispensable à l'identification et à la compréhension des mécanismes mis en œuvre lors de la déformation du matériau.

Ces techniques expérimentales ont été mises en œuvre, dans le chapitre III, sur le molybdène et le composite afin d'en caractériser le comportement thermiquement activé. L'étude a été complétée par des essais de sauts de vitesse et de température dans le but d'identifier l'évolution du volume d'activation V^* et de l'énergie d'activation ΔG_0 . Cette approche a permis d'identifier la température de transition ainsi que l'effet significatif du molybdène sur le comportement activé thermiquement du composite.

Sur la base des résultats des essais mécaniques et d'observations microstructurales, un modèle de comportement micromécanique est proposé dans le chapitre IV. Les équations constitutives du modèle prennent en compte les mécanismes de plasticité et, notamment, la transition de comportement intervenant dans la gamme

de températures étudiée pour le molybdène et le composite. L'écriture du modèle en grandes transformations et le schéma d'intégration numérique y sont également présentés.

On expose dans le chapitre V une méthodologie de modélisation multi-échelles basée sur le calcul de microstructures à l'échelle de l'agrégat polycristallin. Les récentes avancées du calcul de microstructures, liées à l'augmentation des puissances de calcul disponibles, permettent d'accéder aux distributions des champs mécaniques à l'échelle intragranulaire, jusque-là inaccessibles par les approches utilisant les modèles à champs moyens.

Ainsi, cette modélisation permet de faire le lien entre les hypothèses sur les micromécanismes et la réponse macroscopique à la sollicitation. On y utilise la richesse des informations locales en déformation et en contrainte obtenues par le calcul de microstructures pour en prédire l'endommagement de l'agrégat, tout en se basant sur un critère micromécanique réaliste de l'amorçage.

Chapitre 1

Bibliographie

Sommaire

Les composites céramique-métal étudiés ici comportent une fraction volumique de métal ductile importante. Ils se distinguent donc des composites utilisés pour les outils de coupe. Le $MoTiC_{30\%}$ est un matériau exploratoire et, à notre connaissance, les travaux sur les propriétés chimiques, physiques et mécaniques sont quasiment inexistantes. Notre objectif étant de comprendre la microstructure fine et les propriétés mécaniques locales du MoTiC avec l'aide de la modélisation, nous rappelons dans ce chapitre les mécanismes de plasticité et les différentes approches cristallines utilisées pour déterminer les hétérogénéités des champs mécaniques locaux qui peuvent conduire à l'endommagement.

Le chapitre est divisé en quatre parties :

- les hétérogénéités de microstructure et les deux modèles de base qui permettent le calcul des contraintes internes associées ;
- les mécanismes de la plasticité ;
- les approches cristallines utilisées pour comprendre et prévoir le comportement d'un matériau et/ou d'un composite ;
- les origines de l'endommagement et, tout particulièrement, de ceux liés à la localisation des champs mécaniques locaux et les mécanismes physiques d'amorçage.

1.1 Généralités sur les matériaux hétérogènes

La mise en forme d'un matériau par pression hydrostatique à chaud, conduit généralement à une microstructure homogène à l'échelle macroscopique, mais où des contraintes résiduelles dues à l'élaboration peuvent subsister. Sous chargement monotone ou complexe, les hétérogénéités de microstructure conduisent à la formation d'hétérogénéités de champs de contraintes et de déformations à l'échelle mésoscopique.

Il existe plusieurs types d'hétérogénéités microstructurales :

- Dans les métaux purs, les hétérogénéités proviennent de la morphologie des grains et de leur orientation cristalline.
- Dans les alliages, les inclusions et les précipités vont ajouter des degrés d'hétérogénéité.
- Dans les composites, vont se rajouter les effets du comportement de chacune des phases.

À ce niveau, le rôle des joints de grains dans les matériaux purs et des interfaces entre inclusion/matrice ou entre phases (grains) est important. Notons que la nature des interfaces peut évoluer avec la température par diffusion des éléments des phases et présenter sous chargement une décohésion et un glissement.

Le composite étudié ici, formé d'un matériau fragile TiC et d'une matrice métallique contenant des impuretés, présente tous les types d'hétérogénéités.

1.1.1 Description des hétérogénéités

Les hétérogénéités de microstructure provenant de la composition chimique du matériau ou de celle de chacune des phases, sont appelées les hétérogénéités "intrinsèques". Les hétérogénéités liées aux procédés d'élaboration et de mise en forme, sont nommées "extrinsèques".

- Les hétérogénéités dites "intrinsèques" sont en relation avec la composition chimique du matériau ou de ses phases. Elles peuvent résulter de transformations de phases au cours des traitements thermo-mécaniques que subit le matériau et sont constituées de précipités, de dispersoïdes, de différents types de joints et d'interfaces. Les mécanismes physiques de déformation plastique font intervenir les interactions de type dislocations-impuretés (solutions solides) et dislocations-précipités cohérents ou incohérents.
- Les hétérogénéités, dites "extrinsèques", résultent de l'élaboration et de la mise en forme des matériaux. En effet, les différents procédés peuvent modifier, en partie ou totalement, la microstructure du matériau d'origine : inclusions résiduelles d'élaboration, recristallisation partielle, microfissures dues à des traitements thermo-mécaniques, porosités. Ces hétérogénéités sont étudiées aux échelles micro ou mesoscopiques.

Eshelby [1] et Kröner [2] ont proposé des modèles simples pour évaluer les contraintes internes dans les grains ou les phases des matériaux et Kröner a montré l'importance d'avoir une bonne description géométrique des interfaces.

1.1.2 Solution du problème d'Eshelby

Considérons une matrice infinie, élastique isotrope (E, ν) non chargée contenant une inclusion ellipsoïdale dont les trois axes sont de dimensions $a, b,$ et c . L'inclusion est élastique isotrope, supposée pour simplifier de même nature (E, ν) que la matrice. Supposons que l'inclusion subisse une déformation libre $\bar{\epsilon}^*$ qui entraîne un changement de forme. L'origine de cette déformation n'a pas ici à être précisée. Elle peut être d'origine plastique, thermique ou liée à un changement de phase. La figure 1.1 illustre le schéma de l'insertion de l'inclusion déformée dans la matrice.

Une fois replacée dans la matrice, l'inclusion présente une déformation $\bar{\epsilon}^I$ et la matrice une déformation $\bar{\epsilon}^M$.

Eshelby a proposé le schéma suivant pour calculer les champs de déformation et de contrainte dans l'inclusion :

- L'inclusion déformée est soumise à un champ de déformation supposé élastique pour simplifier :

$$\bar{\epsilon}^e = -\bar{\epsilon}^* \text{ de façon à retrouver sa forme initiale.}$$

$$\text{Pour cela on applique sur sa surface des forces : } \vec{f} = - \left(\bar{C} : \bar{\epsilon}^* \right) \cdot \vec{n}.$$

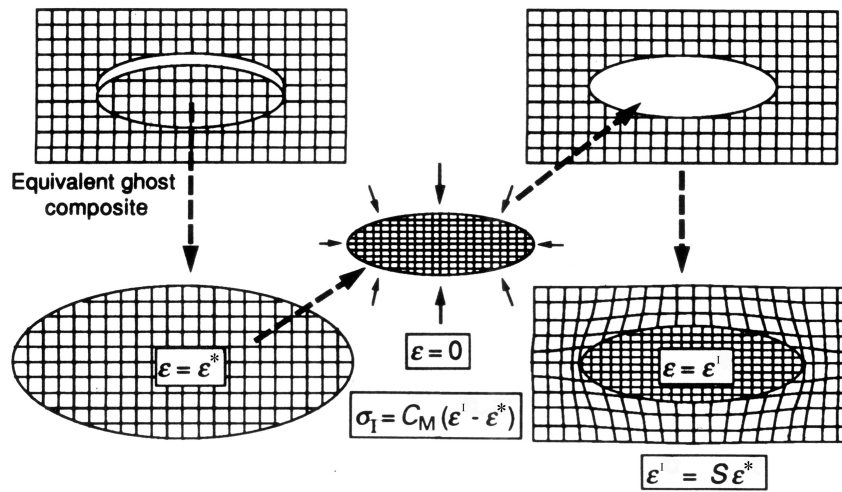


Figure 1.1 – Schéma pour la résolution du problème d'Eshelby pour une inclusion ellipsoïdale.

- L'inclusion soumise à ces forces est remise dans la matrice. La déformation de la matrice est donc nulle : $\bar{\varepsilon}^M = 0$.
 - Les forces f sont relâchées par l'application de forces $-\vec{f}$, appliquées à l'interface inclusion-matrice.
 - Le champ de déplacement \vec{u}^I dû aux forces $-\vec{f}$ est calculé par l'intermédiaire du tenseur de Green.
 - Le champ de déformation $\bar{\varepsilon}^I$ est déduit du gradient du déplacement.
- Au final, le champ de déformation dans l'inclusion est donné par : $\bar{\varepsilon}^I = \bar{\bar{S}} : \bar{\varepsilon}^*$ où $\bar{\bar{S}}$ est un tenseur du quatrième ordre, homogène dans l'inclusion et dépendant des rapports b/a et c/a .
- Si le champ de déformation est purement élastique, le champ de contrainte dans l'inclusion se déduit de la loi de Hooke.
 - Dans le cas général d'une déformation élasto-plastique :

$$\bar{\sigma}^I = \bar{\bar{C}} : \left(\left(\bar{\bar{S}} - \bar{\bar{I}} \right) : \bar{\varepsilon}^* \right) \quad (1.1)$$

La solution a été étendue au cas d'une inclusion dont les constantes élastiques $\bar{\bar{C}}^I$ sont différentes de celle de la matrice $\bar{\bar{C}}^M$, l'ensemble étant soumis à un champ de déformation ou de contrainte (E, Σ) uniforme à l'infini.

La solution s'applique également au cas d'un ensemble matrice-inclusion dont les coefficients de dilatation sont différents, l'ensemble étant soumis à un changement de température uniforme. Ce phénomène prend une grande importance lors des étapes d'élaboration des matériaux, de mise en forme à chaud et de soudage.

1.1.3 Théorie de Kröner, notion d'incompatibilité de déformation

La théorie de Kröner a mis en évidence le rôle des interfaces sur la formation de contraintes résiduelles, ces interfaces (zones de désordre atomique à l'échelle des deux phases qu'elles limitent) sont supposées sans épaisseur.

Kröner a proposé une quantification de la notion d'incompatibilité de déformation entre des grains séparés par des interfaces définies géométriquement par rapport à l'orientation des grains.

La déformation est compatible si :

$$\text{rot}(\bar{\bar{\varepsilon}}^P) = 0 \text{ ou } \bar{\bar{\eta}} = \text{Inc}(\bar{\bar{\varepsilon}}^P) = \bar{\bar{0}} \quad (1.2)$$

Le tenseur $\bar{\bar{\eta}}$ mesure l'incompatibilité de déformation plastique de part et d'autre de l'interface.

Pour une interface plane séparant deux grains d'orientation différente et déformés plastiquement de $\bar{\bar{\varepsilon}}_A^P$ et de $\bar{\bar{\varepsilon}}_B^P$ respectivement, la déformation plastique s'écrit :

$$\bar{\bar{\varepsilon}}^P = \bar{\bar{\varepsilon}}_A^P + \Delta \bar{\bar{\varepsilon}}^P \text{ avec } \bar{\bar{\varepsilon}}^P = \bar{\bar{\varepsilon}}_A^P + (\bar{\bar{\varepsilon}}_B^P - \bar{\bar{\varepsilon}}_A^P)Y(x_2) \quad (1.3)$$

où $Y(x_2)$ est la fonction d'Heaviside traduisant la discontinuité de la déformation plastique au passage de l'interface. Dans le cas d'une interface plane, l'opérateur Inc va dériver de la fonction d'Heaviside pour obtenir une distribution δ' .

Le tenseur d'incompatibilité est difficile à utiliser pour caractériser les polycristaux. Aussi, pour déterminer les contraintes internes dans un polycristal déformé plastiquement, Kröner utilise la solution d'Eshelby. Pour une inclusion sphérique (g) déformée plastiquement de façon uniforme ($\bar{\bar{\varepsilon}}^{pg}$) dans une matrice infinie déformée plastiquement de façon également uniforme $\bar{\bar{E}}^p$, l'ensemble étant soumis à des contraintes $\bar{\bar{\Sigma}}^p$ à l'infini, le champ de contrainte dans l'inclusion est donné par :

$$\bar{\bar{\sigma}}^g = \bar{\bar{\Sigma}}^p + \alpha \mu \left(\bar{\bar{E}}^p - \bar{\bar{\varepsilon}}^{pg} \right) \text{ avec } \alpha = -\frac{2(7-\nu)}{15(1-\nu)} \quad (1.4)$$

Les travaux d'Eshelby et de Kröner sont à la base des modèles auto-cohérents.

Avant de décrire les modèles utilisés pour décrire les champs mécaniques locaux dans les phases d'un matériau, nous allons faire quelques rappels sur les mécanismes de plasticité qui sont utilisés dans ces modèles.

1.2 Mécanismes de plasticité cristalline

La déformation des matériaux est classiquement décomposée en deux composantes : élastique (réversible) et anélastique.

La composante élastique, due à une distorsion réversible du réseau cristallin, est la première mise en jeu lors du chargement d'une structure quelconque.

La description de la composante anélastique de la déformation passe par la prise en compte de deux principaux modes de déformation anélastiques que sont le maclage et le glissement plastique. Le maclage peut être écarté, car celui-ci est favorisé par les grosses tailles de grain, par les vitesses de sollicitation élevées et à des basses températures, trois conditions qui ne seront pas réunies pendant notre étude.

La déformation s'effectue par mouvement des dislocations dans des plans cristallographiques denses, selon les directions denses du réseau cristallin. Dans le cas des matériaux de structure cubique centré, les directions de glissement sont identifiées comme étant de la famille $\langle 111 \rangle$. Ces directions sont associées à des plans de glissement qui peuvent être de différentes natures :

- $\langle 111 \rangle \{110\}$ 12 systèmes
- $\langle 111 \rangle \{112\}$ 12 systèmes
- $\langle 111 \rangle \{123\}$ 24 systèmes

Alors que les deux premières familles de glissement sont actives quelle que soit la température, les 24 derniers systèmes ne sont considérés comme actifs qu'aux très hautes températures (à partir de $T_{fusion}/2$). Certains auteurs ont également montré que leur "proximité" avec les plans de la famille précédente ($\langle 111 \rangle \{112\}$) ne rend pas leur activation indispensable pour bien décrire la plasticité [3]. Dans ses travaux, Franciosi écarte complètement le glissement sur ces systèmes [4].

Systèmes de glissement et conditions d'écoulement

La loi de Peach et Koehler constitue le point de départ des théories de la déformation plastique. Elle définit la force agissant par unité de longueur sur une dislocation en fonction du vecteur de Burgers \vec{b} , du vecteur unitaire donnant la direction de la ligne de dislocation $\vec{\ell}$, en présence d'un champ de contrainte macroscopique défini par $\bar{\bar{\Sigma}}$:

$$\vec{F} = (\bar{\bar{\Sigma}} \cdot \vec{b}) \wedge \vec{\ell} \quad (1.5)$$

En exprimant cette relation suivant les trois composantes d'un repère, on distingue le terme de cisaillement, qui tend à déplacer la dislocation dans le plan de glissement défini par \vec{b} et $\vec{\ell}$, et le terme de contrainte normale qui produit le mécanisme de "montée" de la dislocation, perpendiculairement à son vecteur de Burgers. Le mécanisme de glissement est le plus courant, il correspond à un mouvement conservatif de la dislocation. La cission réduite τ^s sur un système s est donnée par :

$$\tau^s = \bar{\bar{\Sigma}} \cdot \vec{n}^s \cdot \vec{m}^s \quad (1.6)$$

Avec \vec{n} la normale au plan de glissement, \vec{m} vecteur unitaire colinéaire à \vec{b} et $\bar{\bar{\Sigma}}$ la contrainte macroscopique appliquée.

L'écroutissage est lié à la nature des obstacles au mouvement des dislocations. Dans un monocristal de métal pur, les obstacles proviennent des interactions dislocations/ dislocations. Dans le cas des solutions solides, les impuretés constituent des obstacles supplémentaires au glissement. Dans les polycristaux, il faut ajouter

les joints de grains ou interfaces. Il y a glissement du système s si la loi de Schmid est vérifiée, c'est-à-dire si la cission réduite sur ce système est égale à une valeur critique :

$$|\tau^s| - \tau_c^s = 0 \quad (1.7)$$

La cission critique dépend de la nature des obstacles et peut dépendre à basse température de la nature des systèmes actifs. Les principaux obstacles aux mouvements de dislocations sont décrits ci-après.

Friction de réseau

À basse température, l'énergie de cœur le long d'une dislocation vis est minimale lorsque celle-ci est dans un puits de potentiel : les vallées de Peierls. Pour passer d'une vallée à la suivante, la dislocation doit franchir une barrière de potentiel ΔE_p , à laquelle correspond une cission critique σ_p qui traduit la résistance du réseau cristallin au glissement des dislocations.

Cette contrainte σ_p est la contrainte de Peierls-Nabarro, elle dépend de la structure atomique du cristal et du type de liaison. σ_p est beaucoup plus élevée dans les cristaux covalents et ioniques que dans les métaux. À basse température, le passage d'une dislocation vis d'une vallée à l'autre s'effectue, par propagation d'une partie de la dislocation par formation d'un double décrochement.

Écoulement plastique

Dans le cas du glissement, la vitesse de déformation plastique est généralement reliée à la densité de dislocations mobiles ρ_m et à leur vitesse de déplacement v [5] :

$$\dot{\gamma}_p = \rho_m b v \quad (1.8)$$

Le déplacement de la dislocation est un phénomène activé thermiquement. L'activation thermique sera étudiée en détail dans le chapitre 4.

La limite d'élasticité macroscopique (σ_y) est reliée à la densité de dislocations par une relation phénoménologique [6], présentée par l'équation 1.9, où interviennent le module de cisaillement macroscopique μ et une constante α :

$$\sigma_y = \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (1.9)$$

Ce type d'approche a été amélioré, d'une part, en introduisant une matrice d'érouissage dans l'expression de la cission critique et, d'autre part, en explicitant la loi d'évolution des densités de dislocations, afin de prendre en compte la multiplication et l'annihilation des dislocations pendant un chargement. Ces deux points seront explicités dans le paragraphe 1.3.3 sur les approches cristallines.

Dans les métaux de structure Cubique Faces Centrées (CFC) et Cubique Centré (CC) à haute température ($T > 0,3T_f$), l'érouissage est de type "forêt" : une dislocation qui glisse dans son plan va devoir franchir les dislocations qui coupent ce plan.

Franciosi [4] a donné, pour des déformations supérieures à 0,5 % dans les matériaux CFC, un classement des interactions entre dislocations. Il distingue différents types d'interaction entre les dislocations suivant qu'elles appartiennent à :

- une même famille c'est l'auto-écrouissage (a0) ;
 - des systèmes coplanaires (a1) ;
 - des paires de systèmes à vecteur de Burgers perpendiculaires (a1) ;
 - des paires de systèmes formant des jonctions glissiles (a2) ;
 - des paires de systèmes formant des verrous de Lomer-Cottrell (a3) ;
- avec $a3 > a2 > a1 > a0$.

Les rapports entre les termes dépendent du matériau et doivent être identifiés.

Pour les structures CC, les interactions sont plus complexes et font encore l'objet de travaux. Néanmoins Franciosi a proposé une matrice d'écrouissage 24 x 24 formée de 8 termes : a0, a"0, a1, a'1, a"1, a2, a'2 et a"2. Ces termes sont mis sous forme d'une matrice dite d'interaction ou d'écrouissage et entrent dans l'expression de la cission critique :

$$\tau_c^s = \sqrt{\sum a^{su} \rho^u} \quad (1.10)$$

Les travaux basés sur la dynamique des dislocations ont fait faire de grands progrès à la détermination de la matrice d'écrouissage et ont remis en cause, pour de très faibles déformations, le classement de Franciosi. Cependant, pour des déformations supérieures à 5 % ou pour des situations où une microstructure de dislocations du type parois-canaux (fatigue olygocyclique) se forme, le problème reste ouvert.

Les barrières de Lomer-Cottrell résultent de la formation d'une jonction sessile entre deux familles de dislocations. Ce sont donc des barrières au glissement. Pour franchir ces barrières, les dislocations quittent leur plan de glissement initial pour un autre plan contenant la même direction de glissement. C'est le glissement dévié. Plusieurs systèmes de glissement peuvent donc avoir une direction de glissement commune et des plans différents, ce qui donne lieu à l'apparition, à la surface des grains déformés, de lignes de glissement sinueuses [7].

Évolution des densités de dislocations : multiplication et annihilation

L'augmentation progressive de la contrainte appliquée conduit souvent à la formation d'une structure de dislocations. La multiplication des dislocations se fait naturellement par le mécanisme de Frank-Read [8], d'abord à partir des boucles ancrées sur des dislocations mais aussi sur des obstacles du type impuretés. Les sources de Frank-Read, présentées sur la figure 1.2, sont des mécanismes efficaces de multiplication des dislocations.

Sous l'effet de la cission τ qui s'exerce sur le plan de glissement, la dislocation ancrée en deux points A et B distants de L, se courbe de telle manière qu'un élément d'arc ds soit en équilibre sous l'action combinée de la force $F_{\perp} = \tau b$ et de la tension de ligne $T = \frac{1}{2} \mu b^2$. θ étant l'angle sous lequel on voit le segment ds depuis le centre de courbure, l'équilibre des forces s'écrit $F_{\perp} ds = 2T \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \approx T\theta$. Lorsque τ

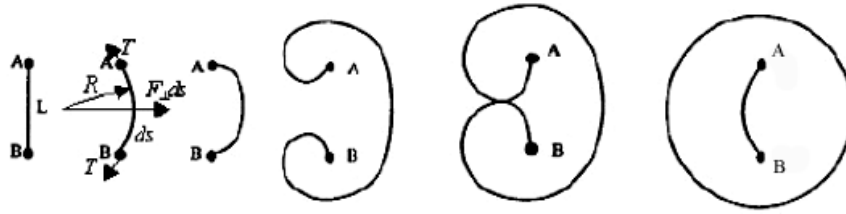


Figure 1.2 – Multiplication des dislocations selon le mécanisme de Frank-Read.

augmente, R diminue jusqu'à atteindre $L/2$, la contrainte critique d'activation des sources s'écrit alors :

$$\tau_{FR} = \frac{\mu b}{L} \quad (1.11)$$

Si la cisssion appliquée continue à croître, l'équilibre devient instable, l'arc tourne autour des points A et B distants de L et la recombinaison des portions de signes opposés en regard éjecte une boucle qui se propage par glissement et recrée un nouveau segment AB qui démarre un nouveau cycle.

Lorsque la direction de chargement est inversée, les sources de Frank-Read produisent des dislocations de signes inverses. Ces dislocations interagissent avec les dislocations de signes opposés, pour créer des dipôles plus ou moins stables pendant le chargement, leur stabilité dépendant du niveau de chargement.

Mecking et Kocks [9], puis Estrin et Mecking [10] ont proposé une loi d'évolution des densités de dislocations qui prend en compte des termes de création et d'annihilation et/ou de restauration dynamique :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left[\frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K} - g_c \rho^s \right] |\dot{\gamma}^s| \quad (1.12)$$

où K est un paramètre du matériau et g_c la distance moyenne d'annihilation. Ces deux termes dépendent de la température [11].

Remarque : Lorsque l'écroûissage est trop important, le réseau de Frank-Read est quasi figé. Pour rétablir la ductilité, il faut débloquent les dislocations par un recuit. Lors du recuit, les atomes et les lacunes diffusent au sein du matériau ce qui implique une activation thermique forte. C'est au cours de l'opération de recuit que les dislocations voisines de signes opposées, comme celles formant des dipôles, vont s'annihiler tandis que les dislocations de même signe vont se placer les unes près des autres, afin de minimiser leur énergie d'interaction. La montée, rendue possible par la migration de lacunes jusqu'au cœur des dislocations, les amène à égale distance les unes des autres, formant des parois de dislocations qui introduisent une désorientation et qui partagent les grains en sous-grains : c'est la polygonisation.

Contournement, cisaillement des précipités

Si l'on écrit l'équilibre d'un arc de dislocation courbé entre deux obstacles, on voit apparaître un terme lié à la tension de ligne T des deux branches de la dislocation, qui est donnée par l'écriture du champ de contrainte autour de la dislocation, et la force dans la direction de glissement, soit pour une longueur de glissement :

$$T \approx 0,5\mu b^2 \quad (1.13)$$

$$F = \tau bL \quad (1.14)$$

on obtient donc :

$$\cos(\phi/2) = \frac{\tau L}{\mu b} \quad (1.15)$$

Pour des obstacles ponctuels infiniment résistants, la dislocation ne peut franchir ces obstacles que lorsque $\phi=0$, selon le mécanisme de contournement décrit par Orowan (figure 1.3).

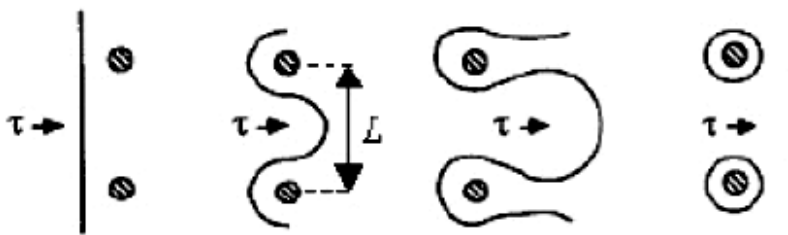


Figure 1.3 – Contournement de précipités par une dislocation et abandon de boucles.

On en déduit une évaluation de la cission critique sur le système de glissement considéré pour obtenir une déformation plastique :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{L} \quad (1.16)$$

Cette expression définit la contrainte minimale à appliquer sur le matériau pour qu'il plastifie. On va la retrouver quel que soit le sens de la sollicitation appliquée : il s'agit d'une "contrainte de friction".

Dans le cas d'un durcissement par précipités, l'introduction de la fraction volumique de précipités f et de leur rayon moyen r conduit à :

$$\tau_c = \frac{\mu b f^{1/2}}{r} \quad (1.17)$$

Le contournement est donc d'autant plus facile que le rayon des précipités est grand.

Les petits précipités sont cisailés, l'échappement de la dislocation se produisant pour un angle ϕ_m non nul. Dans ce cas, la contrainte à appliquer sur la dislocation

pour qu'elle franchisse l'obstacle augmente avec le rayon de la particule.

En résumé, l'augmentation de résistance produite par les précipités est croissante pour les faibles rayons, décroissante pour les grands. Ce schéma est bien sûr fortement simplifié car les interactions dislocations-précipités comportent d'autres paramètres, parmi lesquels il faut citer l'existence de contraintes de cohérence lorsque précipités et matrice ont des mailles de dimension ou de structure différentes, le durcissement lié à la différence de constantes élastiques, les effets de l'énergie de défaut d'empilement qui se développe dans un précipité au passage d'une dislocation...

1.3 Présentation des modèles

Le problème commun aux approches cristallines, qu'elles fassent appel aux méthodes auto-cohérentes ou à la Méthode des *Éléments Finis*, est celui de la définition du Volume *Élémentaire Représentatif* (VER). Avant de donner un rapide éclairage sur les approches cristallines, il est nécessaire de discuter du Volume *Élémentaire Représentatif* qui correspond aux agrégats, et des conditions aux limites imposées à ces agrégats.

1.3.1 Notion de volume élémentaire représentatif

Le Volume *Élémentaire Représentatif* (VER), essentiel aux approches micro-macro représente le volume macroscopique comprenant un ensemble de phases et/ou de grains dont les orientations cristallines doivent décrire la texture globale. À chaque phase, on attribue des lois de comportement et d'écrouissage souvent fonction de paramètres qui sont identifiés par des essais macroscopiques. Le VER doit, après un essai mécanique différent de ceux utilisés pour l'identification, reproduire le comportement global, la texture de déformation et, si possible, être en accord avec des champs de déformations mesurés en surface. Dans tous les cas, les nombres de grains et d'orientations doivent être suffisants pour rendre correctement compte de la texture.

Dans le cas de calculs par éléments finis, plusieurs techniques sont envisagées.

Il est possible de définir des agrégats 3D comportant des grains générés aléatoirement ainsi que leurs orientations. La méthode utilisée est celle des polyèdres de Voronoï qui reproduisent le phénomène de cristallisation (germination-croissance) s'effectuant à partir d'un germe et s'étendent de manière isotrope selon une vitesse définie par la physique de diffusion. Le seul obstacle définitif à la croissance d'un grain est sa rencontre avec un autre grain en cours de formation, ce qui forme une interface : le joint de grains. Ce processus permet de faire croître des volumes en 3D dont les interfaces (les joints de grains) sont planes. Cette technique proposée par Gilbert [12], d'abord utilisée par Canova [13], a été étendue et adaptée aux générations de microstructures 3D [14], tout en y apportant une meilleure maîtrise de la morphologie des grains générés.

Pour certaines études théoriques, le matériau est représenté par un agencement périodique de cellules qui ont toutes le même comportement (homogénéisation périodique). Les grains sont discrétisés et représentés sous forme d'éléments ou d'assemblages réguliers d'éléments de formes carrées ou hexagonales, extrudées en 3D [15][16]. La cellule élémentaire peut contenir une ou plusieurs inclusions. Elle est reproduite dans toutes les directions de l'espace pour reconstruire le matériau. Si cette périodicité simplifie les calculs effectués, les conditions limites doivent aussi tenir compte de cette périodicité. Cette méthode reste très restrictive dans la description de la microstructure. Cette technique est assez récente puisque les premiers travaux utilisant ces méthodes en 3D sur des volumes significatifs avec prise en compte de la plasticité cristalline ont moins d'une décennie [17]. Il n'en reste pas moins que cette méthode ne rend pas compte de la morphologie réelle des grains, ni des orientations entre grains voisins ni, par conséquent, de l'orientation des joints de grains.

La méthode des éléments finis s'est enrichie de l'apport des développements récents de l'imagerie pour la prise en compte de la microstructure réelle, notamment dans les composites. Par différence de contraste d'absorption aux rayons X, la microstructure réelle de chaque phase peut être reconstruite en 3D et maillée. À titre d'exemple, les travaux de thèse de Kanit [18] ont proposé cette méthode pour faire le lien entre la microstructure biphasée d'une crème glacée et ses caractéristiques mécaniques et thermiques, en insistant sur la discrétisation et les tailles de volumes représentés. Ainsi, de nombreux matériaux font l'objet de travaux similaires car cette méthode est devenue, sinon courante, au moins plus accessible. Néanmoins, l'orientation des grains n'est pas considérée dans ce type de représentation.

D'autres méthodes consistent à contruire un agrégat 3D par polissages successifs et analyses simultanées de l'orientation par Electron Back Scatter Diffraction (EBSD). Cette méthode a l'avantage de tenir compte de la texture locale, de la morphologie et des interactions entre grains, mais ne s'applique qu'à des matériaux à gros grains. C'est pourquoi l'utilisation d'un microscope couplant une caméra EBSD et un Focussed Ion Beam (FIB) se développe, car elle permet par micro-usinages successifs de reconstruire un agrégat 3D de matériaux à petits grains. Cette technique reste encore assez rarement utilisée et ne permet pas de décrire les joints de grains.

La taille de l'agrégat 3D ou du VER est parfois trop importante et conduit à des durées de calcul prohibitives. Il est donc parfois difficile de concilier représentativité et durée de calcul.

Conditions aux limites :

La méthode la plus courante est d'appliquer à l'agrégat 3D les conditions de chargement de la structure. Si la taille de l'agrégat 3D est faible, il est préférable d'utiliser la méthode dite du "Sub Modelling" qui consiste à appliquer à l'agrégat les conditions qui seraient les siennes dans la structure. D'autres méthodes sont actuellement en cours de développement, comme la méthode Arlequin qui modélise la structure et vient appliquer un "patch" là où le matériau risque de s'endommager

[19].

Dans le cas des agrégats 2D extrudés, la meilleure méthode consiste à appliquer des conditions aux limites hétérogènes, déterminées par des mesures de déplacement à l'échelle de la microstructure (méthode de corrélation d'images). Ces méthodes sont extrêmement lourdes et coûteuses en durées de calcul.

Les modélisations présentées dans les deux paragraphes qui suivent font appel à la mécanique des milieux continus, elles sont multi-échelle (macro-méso) et peuvent être multi-physiques.

1.3.2 Modèles autocohérents

Le schéma inclusion-matrice a donné naissance aux modèles autocohérents. Ceux-ci décrivent bien la réponse macroscopique des matériaux soumis à des chargements complexes. En revanche, les champs mécaniques calculés sont des champs homogènes moyens par phase. La prise en compte des interactions entre phases voisines à travers les interfaces réelles est, à l'heure actuelle, impossible.

Ces modèles sont très utilisés pour décrire le comportement macroscopique et les champs mécaniques moyens au sein des phases dans les composites. De nombreux modèles ont été proposés en élasto-plasticité et en visco-plasticité. Seul le modèle d'origine de Berveiller-Zaoui (BZ) est décrit succinctement ici, afin de rappeler les différentes étapes du schéma autocohérent. Ce modèle ne décrit que les composites présentant une élasticité isotrope et soumis à un chargement monotone.

Soit un matériau, formé de grains présentant chacun un comportement local connu. Pour déterminer le comportement macroscopique de ce matériau, on suppose que celui-ci est un matériau homogène dit "équivalent" (MHE) qui a les mêmes propriétés que le matériau réel.

Le comportement du MHE s'appuie sur des lois d'interactions entre les MHE (de comportement inconnu) et chacun des grains représentant une famille d'orientation.

Plusieurs lois d'interaction ont été proposées (Cailletaud-Pilvin, Molinari, Lehenbenson). La plus simple est celle du modèle BZ :

$$\bar{\sigma}^g = \bar{\Sigma} + L^* \left(\bar{E}^P - \bar{\varepsilon}^{pg} \right) \quad (1.18)$$

avec :

$$- L^* = \mu \frac{1}{\alpha} = 1 + \frac{3\mu |E^P|}{J_2(\Sigma)}$$

- le champ de contrainte macroscopique ($\bar{\Sigma}$);

- le champ de déformation (\bar{E}^P);

- le champ de contrainte dans la phase g représentée par une inclusion ($\bar{\sigma}^g$);

- le champ de déformation dans la phase g ($\bar{\varepsilon}^{pg}$).

On suppose, dans cette étape, que la loi de comportement de la phase (grain) est connue :

$$\bar{\sigma}^g = \bar{l}^g : \bar{\varepsilon}^g \quad (1.19)$$

La seconde étape est celle de l'homogénéisation sur les déformations : le taux de déformation plastique du MHE est obtenu par une moyenne sur les taux de déformation des inclusions, où f_g est la fraction volumique des différentes phases.

La dernière étape est celle de la localisation. On suppose que la loi de comportement du MHE est de la forme :

$$- \Sigma = L : E$$

L est le tenseur recherché et il se déduit d'un tenseur dit de localisation A .

$$- E = L : \Sigma = \langle \varepsilon \rangle = \langle l : \sigma \rangle = \langle LA \rangle \Sigma$$

- Comme $\langle A \rangle = 1$, on en déduit la loi de comportement donnée par L .

Ces modèles sont utilisés aussi bien pour décrire les incompatibilités de déformation d'origine mécanique que d'origine thermique.

1.3.3 Approches cristallines utilisant la méthode des éléments finis

Pierce, Asaro et Needleman [20] ont proposé un modèle décrivant le comportement du monocristal. Ce modèle, écrit en grandes transformations, décrit l'évolution, en fonction du chargement, des quantités de glissement plastique et des rotations cristallines associées. Ces auteurs proposent tous les éléments (physique, mécanique et numérique) qui sont à la base des différents modèles actuels. Toutefois, des améliorations, des adaptations à des situations plus complexes, et le passage du monocristal au polycristal ont été proposés par d'autres auteurs. En particulier, Teodosiu *et al.* [21], puis Tabourot [22] ont introduit la loi d'évolution des densités de dislocations de Mecking *et al.* [9], pour mieux décrire le comportement du monocristal.

Ces approches visent à déterminer, pour des agrégats représentatifs, l'évolution des champs mécaniques locaux et la texture de déformation, en fonction de la microstructure initiale (morphologie, texture locale et taille de grain). Il existe des approches phénoménologiques et d'autres plus physiques qui s'appuient sur une description moyenne des densités de dislocations et une matrice d'écrouissage donnée par la littérature ou identifiée. Toutes les lois proposées incluent des paramètres dont l'identification s'effectue par des méthodes inverses [23][24] à partir d'essais mécaniques sur des polycristaux. À notre connaissance, peu de modèles décrivent à cette échelle le rôle des carbures, des précipités et des solutions solides. Les propriétés liées à ces éléments d'addition sont incorporées dans le comportement moyen, à travers les paramètres des modèles. La prise en compte de la température et de la vitesse de déformation n'est pas encore parfaitement résolue. Longtemps limitées à des représentations très simplifiées des polycristaux, ce sont les méthodes de génération aléatoire de grains et de microstructures, puis les progrès dans l'analyse (EBSD, FIB) permettant de construire des microstructures réalistes, qui ont donné l'essor aux approches cristallines. Citons Becker [25], Bhattacharya [26], Barbe [27], Delaire [28], Hoc [29], Eriau [30] et Libert [11].

Lois de comportement issues de la théorie des dislocations

Les lois de comportement et d'écrouissage sont nombreuses, nous n'en citerons

ici que deux assez représentatives.

Sur un système de glissement (s), il y a déclenchement de la plasticité dès que le critère de Schmid est atteint :

$$|\tau^s| = \tau_s^c \quad (1.20)$$

La cission critique τ_s^c peut dépendre de la nature des systèmes activés et de la température (matériau de structure CC) et augmente avec le taux d'activation de chaque système au cours du trajet de chargement.

Pour les CC, dans le domaine athermique où les interactions de type forêt prédominent, l'évolution de la vitesse de glissement sur un système (s) s'écrit :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{\tau^s}{\tau_s^c} \right)^m \quad (1.21)$$

où m est l'inverse du coefficient de sensibilité à la vitesse.

Ce modèle, valable pour les CFC et CC au-dessus de la température de transition, s'appuie sur les concepts introduits par Kocks [31]. La cission critique s'écrit :

$$\dot{\tau}_s^c = \mu b \sqrt{\sum_u a^{su} \rho^u} \quad (1.22)$$

où a^{su} est la matrice d'interaction entre dislocations, ρ^u est la densité de dislocations sur les systèmes activés (u). La loi d'évolution des dislocations comporte classiquement deux termes, l'un de création et l'autre d'annihilation, et s'exprime suivant la formule suivante :

$$\dot{\rho}^s = \frac{|\dot{\gamma}^s|}{b} \left[\frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K} - g_c \rho^s \right] \quad (1.23)$$

où K et g_c sont des paramètres du matériau, fonction de la température et du taux de déformation, le premier lié au libre parcours moyen et le second à la distance d'annihilation des dislocations. Au final l'écroutissage s'écrit :

$$\dot{\tau}_c^s = \sum h^{su} |\dot{\gamma}^u| \quad (1.24)$$

où h^{su} est une matrice fortement non linéaire qui évolue avec les densités de dislocations et dépend de la matrice d'interaction a^{su} . Cette matrice, étudiée par Franciosi [32] à partir d'essais expérimentaux, fait actuellement l'objet de nombreuses études notamment pour de très faibles déformations par simulation en dynamique des dislocations. En revanche pour de moyennes et grandes déformations, il convient d'être prudent.

Dans ces approches, l'écroutissage est anisotrope et traduit bien l'anisotropie liée à la déformation. En revanche, comme l'a signalé Pierce [20], les cissions sur les systèmes et les amplitudes de glissement étant en valeurs absolues, l'approche ne peut

décrire l'écroissage cinématique sous cette forme.

Lois phénoménologiques

Une loi de comportement cinématique non linéaire a été introduite de manière phénoménologique par Cailletaud [33] et Barbe [27], en considérant la partition :

$$|\tau^s - x^s| = r^s + k^s + K\dot{\gamma}^{sm} \quad (1.25)$$

où x^s est une composante cinématique associée à la présence de structures hétérogènes de dislocations, r^s est un écroissage isotrope, lié aux interactions de type forêt, le dernier terme est une contribution visqueuse. Ce modèle est largement utilisé, car parfaitement adapté à la prévision du comportement cyclique. L'écroissage est décrit par les lois :

$$x^s = C\alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = \alpha^s - d|\dot{\gamma}^s|\alpha^s \quad (1.26)$$

$$\text{et } r^s = r_0 + q \sum H^{su} \left(1 - \exp \left(-b \int_0^t |\dot{\gamma}^u| dt \right) \right) \quad (1.27)$$

Remarques sur les approches

Remarque 1 :

La méthode des éléments finis prend en compte la géométrie des interfaces et leurs orientations par rapport aux deux phases, mais il est encore difficile, pour des problèmes de maillage, de donner à ces interfaces une épaisseur réaliste (quelques angströms) et de lui conférer des propriétés résultant de sa composition chimique. De nouvelles techniques comme les éléments cohésifs devraient permettre d'améliorer ces descriptions.

Si l'agrégat est représentatif d'un matériau réel, les orientations cristallines des grains ne sont pas aléatoires, la géométrie des interfaces est bien décrite et les interactions entre grains sont prises en compte. De tels agrégats sont encore difficiles à obtenir, mais les méthodes d'analyse par Focus Ion Beam ou par diffraction 3D des rayons X (synchrotron) sont en plein essor.

L'intérêt des méthodes par EF est dans la recherche de conditions locales d'endommagement.

Remarque 2 :

Si les champs de déformation obtenus par ces simulations peuvent être confrontés aux champs expérimentaux mesurés par les méthodes de corrélation d'images [34][35][36], il n'en est pas de même pour les contraintes résiduelles. De nombreux travaux sur l'identification des contraintes internes d'origine thermique, par diffraction des rayons X ou des neutrons, ont été réalisés sur des composites [37][38]. La technique, basée sur l'observation de la forme et des positions de pics de diffraction,

permet d'évaluer les variations des paramètres cristallins par rapport à ceux de référence. Il est donc possible de remonter aux champs de déformation élastique et par la loi de Hooke aux contraintes internes. Malheureusement à une échelle inférieure à 100 micromètres, le manque de signal rend les essais difficiles.

1.3.4 Approches multi-physiques

Pour avoir une bonne description du comportement aux échelles macroscopique et mésoscopique, il faut introduire des phénomènes physiques et chimiques qui relèvent d'une échelle plus fine (nanométrique). Il est donc nécessaire de mettre en place des approches qui établissent des relations structures/propriétés, en assemblant des modèles adaptés aux échelles pertinentes (nano, micro, méso, macro) des problèmes étudiés.

Des approches ont été développées à l'échelle des dislocations discrètes, comme la dynamique moléculaire et, à une échelle supérieure, la Dynamique Des Dislocations (DDD). L'élément de discrétisation est l'atome en simulation de dynamique moléculaire et le segment de dislocation en DDD.

Concernant la DDD, l'objectif est d'avoir accès à une description physiquement pertinente de la déformation plastique dans un volume représentatif largement supérieur à ce que permettent les simulations atomiques. On modélise les interactions entre dislocations contenues dans une boîte. Cette boîte est soumise à des chargements monotones ou séquentiels. Dans tous les cas, les déformations appliquées sont faibles et de l'ordre de 10^{-3} .

Depuis les débuts des simulations de DDD en trois dimensions initiées par Canova et Kubin [39], d'autres codes de simulation ont vu le jour. Actuellement il existe deux familles de simulations de DDD, se différenciant l'une de l'autre par le choix de la description topologique des lignes de dislocations. Ainsi, on peut citer :

- Les simulations sur réseau, dans lesquelles l'espace et le temps sont discrétisés, avec notamment les modèles "Coin-Vis" et "Mixte" développés par Devincere [40] et Madec *et al.* [41].
- Les simulations nodales dans lesquelles l'espace est continu et où l'orientation des segments varie continûment, qui ont été développées par Ghoniem *et al.* [42], Zbib *et al.* [43] et Schwarz [44].

Il est important de noter que toutes ces simulations utilisent l'élasticité isotrope. De nombreux résultats ont été obtenus, en particulier sur les matrices d'écrouissage et les premiers stades de déformation [45][46].

Depuis quelques années, des simulations anisotropes ont commencé à voir le jour. Bien que la majorité de ces dernières-nées soient encore numériquement coûteuses et limitées à l'étude de configurations élémentaires [47], elles laissent envisager beaucoup de développements intéressants. En effet, une de ces simulations anisotropes [48] a permis de revisiter le problème des interactions entre dislocations, avec notamment une application liée au mécanisme de destruction des jonctions.

Actuellement, l'intégration de ces modèles microscopiques, basés sur une approche discrète des phénomènes dans les approches mésoscopiques décrivant des phénomènes continus, reste à faire.

Concernant les mécanismes de plasticité, il est toutefois possible de définir des densités de dislocations moyennées sur un élément de volume (éléments du maillage pour les méthodes par EF) et des lois de comportement dérivant de la théorie des dislocations moyennées par système de glissement plastique. Toutefois, il n'en est pas de même pour d'autres phénomènes physiques. En particulier, la diffusion des éléments d'addition lors de traitements thermomécaniques, la diffusion de lacunes, etc., restent encore du domaine de la dynamique moléculaire.

Le recours à ces différents types de modèles est freiné, d'une part, par des problèmes mathématiques pour passer du discret au continu par des moyennes adaptées et, d'autre part, par les durées de calcul qu'ils entraînent. Cela signifie que des méthodes innovantes d'économie de stockage des données et de durées de calcul, sont nécessaires. Les validations des différentes approches nécessiteront, en plus des moyens expérimentaux classiques (MET, MEB...), des moyens à l'échelle des grands instruments.

1.4 Mécanismes d'endommagement - Phase d'amorçage

Les inclusions céramiques des composites céramique-métal ont un comportement fragile à basse température. L'endommagement de cette phase céramique se traduit par une perte progressive des propriétés mécaniques du composite. La matrice métallique, par ses possibilités d'accommoder le champ de contrainte local lié aux différences de propriétés élastiques entre matrice et inclusion, puis à la fissuration, retarde la rupture brutale de l'ensemble. La phase céramique du composite de cette étude présentant de l'endommagement, les critères d'amorçage des microfissures, ou plus largement un endommagement, sont brièvement rappelés.

L'endommagement se manifeste, sous l'effet d'une sollicitation, par la création de nouvelles surfaces libres. Ce phénomène qui correspond à la rupture des liaisons atomiques survient lorsque les contraintes locales sont élevées et ne peuvent être relaxées par la déformation plastique. Le processus d'endommagement peut être subdivisé en trois étapes :

- L'amorçage qui se matérialise par la création de microfissures. Les sites d'amorçage sont impossibles à détecter avec nos moyens expérimentaux, seules les premières microfissures les matérialisent.
- La croissance des microfissures dans le stade I où leur progression dépend de la microstructure.
- Une fois les premières barrières microstructurales franchies, la rupture mène à la ruine de l'échantillon.

Seule l'étape d'amorçage sera abordée dans ce paragraphe.

L'amorçage correspond à la formation, dans la matière, de cavités microscopiques tridimensionnelles (trous) ou quasi-planes (fissures), donc au passage d'un milieu continu à un milieu discontinu. Il est difficile de mettre expérimentalement en évidence l'amorçage de l'endommagement et on le confond avec le début de la phase de croissance des micro-défauts. Ainsi, les critères de nucléation se réfèrent à l'apparition d'un défaut observable, qui a donc déjà subi une certaine croissance à une échelle atomique.

L'amorçage des fissures peut occuper une fraction importante de l'histoire du matériau. La compréhension des mécanismes d'amorçage se situe à l'échelle atomique mais c'est à l'échelle micro-mésoscopique que le phénomène est le plus facile à appréhender. L'objectif final est d'agir sur les conditions d'amorçage et de propagation des micro-fissures.

La première partie sera consacrée à la localisation spatiale et temporelle de l'amorçage, avec plus particulièrement la classification des différentes formes d'amorçage liées aux inclusions plongées dans une matrice. Enfin, une liste non exhaustive de différentes modélisations de l'amorçage et des critères associés sera présentée.

1.4.1 Mécanismes d'amorçage et localisation des sites d'amorçage

L'amorçage de l'endommagement en un point résulte d'une localisation des contraintes ou des déformations locales en ce point. Cette localisation microscopique provient de la présence d'hétérogénéités microstructurales au sein du matériau : porosités résiduelles, inclusions, interfaces (échelle du grain).

À l'instar des cavités [49][50], les inclusions sont des sites potentiels d'amorçage de fissures des matériaux composites. Si l'hétérogénéité est plus rigide que la matrice environnante et que le coefficient de Poisson de la matrice est suffisamment élevé, le chargement appliqué génère dans la direction orthogonale, une contrainte de traction à l'intérieur et au voisinage de l'inclusion. Plusieurs mécanismes de rupture sont alors susceptibles de se produire : la rupture de la matrice, la décohésion de l'interface, la rupture simple ou multiple de l'inclusion (figure 1.4).

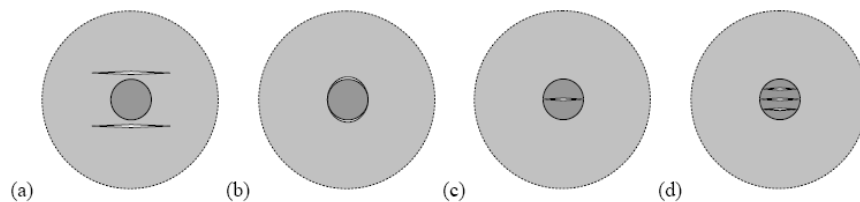


Figure 1.4 – Différentes configurations d'amorçage de fissures : (a) rupture de la matrice ; (b) décohésion de l'interface ; (c) rupture simple de l'inclusion ; (d) rupture multiple de l'inclusion.

1.4.1.1 Création de fissures dans l'inclusion

La fissuration d'une inclusion est généralement générée par le transfert de charge de la matrice vers celle-ci. L'inclusion présente alors une fissure perpendiculaire à l'axe de sollicitation. La multi-fissuration de l'inclusion dépend de sa morphologie et de la nature de la sollicitation appliquée.

Les exemples les plus caractéristiques sont la rupture :

- des renforts dans les composites ;
- des inclusions résiduelles d'élaboration dans les aciers (MnS, carbures) ;
- des phases intermétalliques.

En général, les critères d'amorçage présentent un caractère mixte. Le critère mixte est fondé sur deux conditions nécessaires, l'une en contrainte et l'autre en énergie [51] :

$$\sigma \geq \sigma_c \text{ et } G = -\frac{\delta W_p}{l} = -\frac{\delta W_p}{\mu d} \geq G_c \quad (1.28)$$

où σ est la contrainte de traction le long d'un trajet présumé de(s) fissure(s) dans le matériau sain et σ_c est la résistance à la rupture en traction du matériau. δW_p est la variation d'énergie potentielle entre un état initial avant rupture et un état final après l'apparition d'une ou plusieurs fissures (de longueur totale l) dans l'inclusion. G est le taux de restitution d'énergie incrémental du système et G_c la ténacité du matériau.

Dans l'hypothèse où ce critère est vérifié, l'uniformité de la contrainte de traction implique que la fissure qui s'amorce traverse instantanément toute l'inclusion.

La multifissuration d'une inclusion peut être due à un mécanisme de ruptures successives et de rechargements ou bien à des ruptures se produisant simultanément sans effet d'écran (fissures parallèles avec un faible espacement).

Le nombre de ruptures potentielles est étroitement lié à un effet de taille du diamètre de l'inclusion (paragraphe 1.4.1.4).

1.4.1.2 Création de fissures à l'interface inclusion/matrice - Décohésion

Dans les matériaux composites, le processus de décohésion nécessite la nucléation d'une fissure et sa propagation le long de l'interface. L'amorçage intergranulaire résulte souvent de l'interaction entre l'inclusion et la matrice à travers l'interface dont l'énergie de cohésion peut favoriser la fissuration interfaciale [52].

Si l'on considère un système matrice-inclusion représenté par la figure 1.5, l'équilibre des forces au point triple P montre que :

$$\gamma_{IM} = \gamma_I + \gamma_M \cos\theta \quad (1.29)$$

D'où l'énergie de décohésion (par unité de surface) :

$$\omega_d = \gamma_I + \gamma_M - \gamma_{IM} = \gamma_M(1 - \cos\theta) \quad (1.30)$$

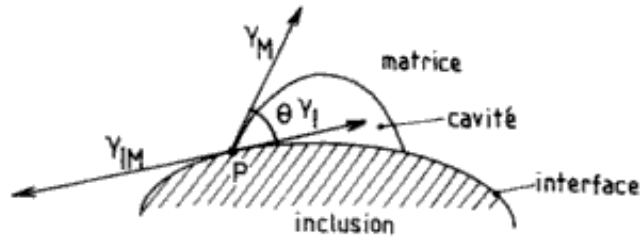


Figure 1.5 – Détermination de l'énergie d'interface inclusion-matrice

où l'indice M , l'indice I et l'indice IM représentent respectivement la matrice, l'inclusion et l'interface respectivement. Ainsi, plus l'angle θ est grand, plus l'énergie d'interface est faible et plus l'énergie de décohésion est élevée. Les énergies de décohésion ainsi déterminées sont généralement de l'ordre de 1 J.m^{-2} .

Une autre estimation de l'énergie de décohésion peut être faite à l'aide de la relation établie par Ashby [53], qui exprime la déformation de la matrice à l'amorçage sous la forme :

$$\bar{\varepsilon}_{\infty}^a = \frac{a}{\mu b R} \omega_d \quad (1.31)$$

où R et a désignent respectivement le rayon moyen des inclusions et la distance moyenne entre celles-ci, b le vecteur de Burgers des dislocations et μ le module de cisaillement de la matrice.

Les observations de divers auteurs [54][55] montrent que l'énergie de décohésion inclusion-matrice et l'énergie de rupture des inclusions sont voisines. Il est néanmoins fréquent d'observer des fissures interfaciales se propageant alternativement d'un côté et de l'autre de l'interface.

D'autre part, les travaux de Leroy [55] ont permis de distinguer deux types de décohésions, qui peuvent éventuellement se combiner :

- par séparation des deux faces sous l'action d'une contrainte de traction normale à l'interface ;
- par glissement relatif des deux faces l'une sur l'autre sans ouverture de cavité, sous l'action d'une cission parallèle à l'interface.

Cependant, les fissures ainsi créées à l'interface inclusion-matrice sont généralement arrêtées au cours de leur propagation le long de l'inclusion et la décohésion complète autour de celle-ci a rarement été observée. Ces travaux ont été confortés par ceux de Whitehouse et Clyne 1993, qui montrent que l'apparition de fissures est favorisée sur des inclusions présentant des surfaces plates orientées perpendiculairement à l'axe de sollicitation.

1.4.1.3 Amorçage de fissures dans la matrice

Bien que les inclusions et précipités soient des sites préférentiels d'amorçage de l'endommagement, plusieurs travaux prennent en considération l'amorçage dans un matériau initialement homogène ou au moins dépourvu d'inclusions.

Dans les métaux cubiques centrés à faible énergie de défaut d'empilement, le glissement multiple conduit à la formation de barrières de Lomer-Cottrell par des réactions entre dislocations partielles. Les dislocations de Lomer-Cottrell ainsi formées sont sessiles et constituent un obstacle au passage de dislocations dans les plans de glissement (111). L'empilement ainsi produit est susceptible de conduire à l'apparition d'une microfissure par coalescence des dislocations de tête.

De même, en chargement olygocyclique (traction-compression par exemple), où le matériau est globalement soumis à une contrainte inférieure à sa limite d'élasticité), il y a formation de bandes de glissement persistantes dans certains grains. Ces bandes de glissement peuvent donner lieu à des microfissures par formation d'intrusions et d'extrusions [56], ou par réunion entre elles [57].

Les inclusions en surface peuvent aussi être des sites préférentiels pour l'amorçage des fissures de fatigue.

Dans une matrice déformée plastiquement, la fissure peut apparaître en relation avec des bandes de glissement qui naissent en raison de concentrations de contraintes autour d'une inclusion. Ce mode d'amorçage est plutôt observé en fatigue et plus particulièrement autour des inclusions résiduelles dans l'acier [58].

Ce type d'amorçage a aussi été identifié en fatigue aux alentours d'une porosité et dans le cas de composites à forte concentration d'inclusions ($> 40\%$) [59], quand les distances entre inclusions deviennent faibles [60].

1.4.1.4 Facteurs déterminant le type d'amorçage

Taille des inclusions

Différents travaux [61][62] ont étudié l'effet de taille des inclusions sur le mécanisme de nucléation dans des matériaux composites. Pour les composites métal-céramique renforcés à hauteur de 20 %, Downes *et al.* [63] ont montré que le mécanisme de décohésion était prédominant pour des tailles moyennes d'inclusions inférieures à 6 μm . En revanche, Pour des tailles supérieures à 20 μm , il y a rupture des inclusions.

Température

Le passage du mode de rupture de l'inclusion à celui de la décohésion au niveau de l'interface dépend de la température [64][65]. À température ambiante, l'amorçage par rupture d'inclusion est privilégié. Lorsque la température augmente le mécanisme de décohésion devient prépondérant. Ce changement de mécanisme s'explique par l'adoucissement de la matrice à haute température d'où une diminution des champs de contraintes dans les inclusions et aux interfaces inclusion-matrice. Cependant, à

haute température, la résistance de l'interface évolue et peut devenir fragile à cause de la formation de composés fragilisants et de précipités. Cette fragilisation favorise le phénomène de décohésion.

1.4.1.5 Croissance de l'endommagement

La propagation des microfissures dans le stade I, où elles sont sensibles aux barrières microstructurales, s'accompagne de la multiplication des sites d'amorçage [66]. Cela ne concerne pas les matériaux fragiles qui présentent une propagation brutale d'une des fissures.

Dans les matériaux contenant une forte fraction volumique d'inclusions, un nombre critique de sites d'amorçage conduit directement à une coalescence spontanée des fissures menant à la rupture finale [67][68]. En effet, lors de chargements monotones, l'endommagement est généralement diffus, et la rupture apparaît par percolation (ou coalescence) entre microfissures ou entre cavités. Expérimentalement, il semble que la jonction entre microfissures ou cavités apparaît très rapidement au-dessus d'une valeur seuil de la fraction volumique d'inclusions, de la taille ou de la distance entre les défauts résultant de l'amorçage. Néanmoins, la détermination expérimentale du seuil de percolation reste difficile à obtenir, même si les progrès réalisés ces dernières années à travers la tomographie X [69] apportent des réponses pour des matériaux modèles.

Néanmoins, l'extension de l'endommagement reste dépendant du type d'amorçage :

- Lorsque qu'une fissure se crée dans une inclusion fragile, elle se propage instantanément mais est bloquée par la matrice ductile au niveau de l'interface. La fissure est en général normale à la sollicitation principale. Si la ténacité de la matrice n'est pas suffisante pour arrêter la fissure, la propagation se poursuit au sein de la matrice selon un cheminement encore mal maîtrisé (propagation inter- ou intragranulaire). Il s'agit le plus souvent de rupture brutale (quasi-instantanée) et totale.
- Dans le cas d'une décohésion, la fissure produit une concentration de contrainte et de déformation locale dans la matrice. En augmentant la déformation de la matrice, la fissure va subir une croissance de volume essentiellement dirigée selon l'axe de sollicitation. Contrairement à la rupture inclusionnaire, la décohésion est progressive et reste en général partielle pendant un stade d'évolution qui peut être significatif.

1.4.2 Modélisation de l'amorçage et de la nucléation

De nombreux critères ont été développés pour prédire l'amorçage sous chargements monotones dans des MMC à inclusions céramiques. Ces critères portent sur la rupture de l'inclusion ou la décohésion de l'interface. Ces modes dépendent de la température et de la taille de l'inclusion [63][61].

De plus, l'analyse de l'influence de la température sur le mode d'amorçage a mis en évidence la tendance à passer d'un mode par rupture de l'inclusion à un mode par décohésion lorsque la température augmente [70]. Ce phénomène s'explique par un adoucissement de la matrice métallique à haute température, atténuant ainsi les champs de contraintes dans les inclusions et aux interfaces matrice-inclusion. La résistance des inclusions étant athermique, l'accommodation par une plus grande déformation plastique de la matrice va entraîner un amorçage de l'endommagement par fissuration à l'interface.

Les critères reposent sur l'une ou l'autre des conditions suivantes :

- Condition énergétique : il y a amorçage si l'apparition de la fissure libère assez d'énergie pour créer de nouvelles surfaces libres [71]. Cette condition est nécessaire pour la nucléation de microvides par décohésion à l'interface, mais elle n'apparaît suffisante qu'au tout début de la déformation plastique de la matrice pour des inclusions inférieures à 100 nm de diamètre [72].
- Dans le cas d'inclusion de taille plus élevée, la condition énergétique étant toujours vérifiée, la condition suffisante pour l'amorçage fait intervenir une contrainte critique [73]. Il y a amorçage si la contrainte dans l'inclusion ou à l'interface dépasse un seuil tel qu'une nucléation se produise. La fragmentation de l'inclusion peut être pilotée par la contrainte normale ou par cisaillement.
- Enfin, et plus particulièrement dans l'amorçage par décohésion à l'interface, la condition suffisante s'exprime en déformation : il y a amorçage si une déformation critique est atteinte à l'interface. Mc Clintock [74] a suggéré que la formation de cavités à l'interface doit obéir à un critère de déformation locale critique, ou à un critère qui serait un combinaison entre une déformation interfaciale critique par cisaillement et une contrainte interfaciale normale.

Dans un MMC présentant des inclusions de tailles hétérogènes, la difficulté est de trouver l'approche la plus cohérente. En effet, l'échelle déterminante pour des particules de petite taille est celle des dislocations. Pour des particules plus importantes, l'approche sera basée sur la solution du problème d'Eshelby. Dans ce cas, les champs de contrainte et de déformation dans l'inclusion sont uniformes.

1.4.2.1 Approche par métallurgie physique

Analyse de Yeh et Liu [75]

Selon ces auteurs, un empilement de dislocations est susceptible d'amorcer une fissure dans une inclusion si la contrainte effective en tête d'empilement est supérieure à la contrainte de clivage de l'inclusion. La contrainte effective σ_{eff} est régie par l'équation :

$$\sigma_{eff} = \frac{2(1 - \nu)\pi M^2 m L \sigma}{Gb} \quad (1.32)$$

où ν et G sont respectivement le coefficient de Poisson et le module de cisaillement de la matrice, m et L étant la densité et la longueur de dislocations dans une ligne de glissement, b le vecteur de Burgers, M le facteur de Taylor et σ la contrainte macroscopique.

La contrainte théorique de clivage, dans le cas d'un matériau fragile sans plasticité, est donnée par :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{d}} \quad (1.33)$$

où E est le module d'Young des inclusions, γ_s l'énergie de surface du plan de clivage et d la distance interatomique.

En considérant que σ_c est proche de E/π et que l'amorçage apparaît quand $\sigma_{eff} = \sigma_c$, les auteurs expriment une contrainte critique appliquée donnée par l'expression suivante :

$$\sigma \geq \left[\frac{EGb}{2(1-\nu)\pi^2 M^2 mL} \right]^{1/2} \quad (1.34)$$

La probabilité de rupture des inclusions dépend de la probabilité qu'une bande de glissement rencontre une inclusion ($P_1 \propto DM\sigma$ où D est le diamètre d'une inclusion) et de la probabilité que cette bande amorce un clivage ($P_2 \propto \sigma_{eff}^2$).

Ce modèle simple est basé sur des observations en deux dimensions. Dans ce cas, la normale au plan de glissement et la direction des glissements sont coplanaires avec l'axe de sollicitation et respectivement orientées d'un angle θ et $90 - \theta$ par rapport à l'axe de chargement. Cependant, cette analyse 2D suppose que les inclusions sont des cylindres dont l'axe central est perpendiculaire à la direction de sollicitation. L'interface inclusion/matrice est supposée parfaite. Ce critère de rupture est aussi indépendant de la taille des inclusions. À trois dimensions les calculs sont complexes.

Analyse de Goods et Brown [76]

Ces auteurs proposent un modèle capable de prévoir quantitativement la déformation plastique critique, nécessaire à la germination d'une cavité dans les systèmes $Fe-Fe_3C$ et $Cu-SiO_2$. En effet, pour les tailles de particules considérées ($\approx 1 \mu m$), la condition énergétique est nécessaire mais pas suffisante pour amorcer la nucléation à l'interface (ou la fracture de la particule elle-même). Il faut que la contrainte locale à l'interface atteigne une contrainte critique σ_c pour amorcer l'endommagement. La contrainte locale au voisinage de l'inclusion, dans la matrice supposée déformée plastiquement, peut s'écrire :

$$\sigma_l = \alpha \mu b (\rho_l)^{1/2} \quad (1.35)$$

où μ est le module de cisaillement de la matrice, b le vecteur de Burgers, ρ_l la densité locale de dislocations et α une constante comprise entre $1/3$ et $1/7$. La contrainte locale σ_l dans la matrice au voisinage de l'inclusion (de rayon r) est plus faible que la contrainte à l'interface σ_{int} . Les auteurs montrent que $\sigma_{int} \approx 4, 2\sigma_l$. En considérant la densité locale de dislocations comme une fonction de la déformation ($\rho_l \approx 1, 7(\varepsilon_p/rb)$), la déformation critique de décohésion s'exprime suivant :

$$\varepsilon_c = \frac{1}{30} \left(\frac{\sigma_c}{\alpha\mu} \right)^2 \frac{r}{b} \quad (1.36)$$

Cependant, cette expression n'est valable que pour des taux de renforts faibles et sous une sollicitation en traction uniaxiale.

Brown et Stobbs [73] proposent une généralisation de ce critère, valable pour les fortes fractions volumiques d'inclusions. Pour des éprouvettes dans le domaine de la striction, avant la rupture ductile, ils prennent en compte la pression hydrostatique σ_H (sollicitation triaxiale appliquée) :

$$\sigma_c = \sigma_I + \sigma_f + \sigma_H \quad (1.37)$$

où σ_f est la contrainte d'écoulement du matériau lorsque la déformation plastique est égale à la déformation critique, qui tend à ouvrir la cavité parallèlement à l'axe de sollicitation. Cette contrainte est la somme de trois termes : la contrainte d'Orowan, le durcissement dû aux interactions de dislocations de type forêt et la contrainte interne moyenne dans la matrice déformée plastiquement. σ_I est la contrainte dans l'inclusion.

En analysant les différentes contributions de la microstructure (fraction volumique f_v , rayon des inclusions, module de cisaillement de la matrice ...) sur la contrainte d'écoulement du composite, Brown et Stobbs ont proposé une expression de la déformation plastique critique, en tenant compte de chacune des contributions :

$$\varepsilon_c \geq 1,7 \frac{r}{b} \left(\frac{\sigma_{int} - \sigma_H - 3\sigma_0}{\mu} \right)^2 \left(1 + 3f_v + \frac{f_v^{1/2}}{1,8} \right)^{-2} \quad (1.38)$$

La déformation plastique critique pour amorcer une décohésion est donc une fonction linéaire du rayon moyen des inclusions.

Enfin, à basse température, la création de cavités autour de particules élastiques ($\leq 1 \mu m$) est contrôlée par la formation de contraintes internes résultant d'un écrouissage local autour de ces particules. Ce modèle permet une prédiction quantitative de ces décohésions à basse température, mais ne tient pas compte des phénomènes haute température ou des effets comme la ségrégation aux interfaces.

1.4.2.2 Approches macroscopiques

Analyse de Argon et al. [77]

Il a été observé que les inclusions équiaxes génèrent presque toujours un endommagement par décohésion aux interfaces, alors que les inclusions de forme complexe subissent de multiples fracturations internes. Pour déterminer les états de contrainte au voisinage de l'interface d'inclusions sphériques non déformables au sein d'une matrice élastique-plastique parfaite, Argon *et al.* schématisent l'inclusion comme un cylindre dans un milieu représentant la matrice. Cette hypothèse simplifie les calculs et leur permet d'appliquer une approche par la méthode des éléments finis.

Rhee et Mc Clintock [78] et Argon *et al.* ont étudié deux cas limites concernant le comportement plastique de la matrice : plasticité parfaite et durcissement linéaire. Ils montrent que, si l'ensemble est soumis à un champ de déplacement à l'infini $\vec{u}(u1, -u1, 0)$, la contrainte normale maximale à l'interface est comprise entre deux bornes, correspondant aux deux hypothèses sur le comportement de la matrice.

Dans le cas où, à grande distance de l'inclusion, le champ de déformation n'est pas un pur cisaillement, il faut retrancher à la contrainte normale à l'interface σ_{rr} la pression négative σ_T :

$$\frac{3}{2}k \leq \sigma_{rr} - \sigma_T \leq 2k \quad (1.39)$$

où k est la contrainte d'écoulement en cisaillement pur de la matrice et σ_m est la contrainte hydrostatique (ou contrainte moyenne). La pression hydrostatique σ_T étant nulle lors d'un cisaillement pur, les auteurs définissent une proportionnalité entre la contrainte d'écoulement équivalente de von Mises et la contrainte d'écoulement en traction (cisaillement) loin de l'inclusion. La contrainte normale maximale σ_{int}^{max} à l'interface inclusion/matrice lors d'un cisaillement pur peut être exprimée par :

$$\sigma_{int}^{max} = \sigma_{eq} = Y(\varepsilon_{eq}^p) \quad (1.40)$$

avec Y la limite d'écoulement en traction.

Dans le cas d'un chargement plus général, la condition critique de l'amorçage de la décohésion à l'interface inclusion-matrice (ayant lieu lorsque $\sigma_{int}^{max} = \sigma_c$) est donnée par :

$$\sigma_c = \sigma_{eq} + \sigma_T \quad (1.41)$$

Néanmoins, ce critère, déterminé par une approche de mécanique des milieux continus pour une inclusion isolée, n'est valable que tant que les interactions entre inclusions sont négligeables et ne prend pas en compte la taille de l'inclusion. Le critère en contrainte peut être exprimé en critère de déformation, ε_{rr} , via les relations liants les différents champs.

Analyse de Beremin [79]

L'approche de Beremin a été appliquée au cas de l'acier de type A508, contenant des inclusions intrinsèques de MnS. L'étude porte sur la zone localisée d'une éprouvette entaillée (notched specimen) en traction d'où des états de déformation et de contrainte non homogènes. Ces inclusions sont des sources de cavités, lesquelles grossissent au cours de la déformation plastique et conduisent à la rupture complète du matériau. Beremin considère que la formation de cavités à l'interface, en un point donné de la zone endommageable, se produit pour une contrainte locale critique σ_c . Celle-ci résulte de deux composantes :

- la contrainte dans la matrice (σ_m);

- la contrainte créée par l'hétérogénéité de déformation entre les inclusions et la matrice (σ_{inh}).

$$\sigma_c = \Sigma_1 + \sigma_{inh} \text{ avec } \sigma_{inh} = \lambda.E_p.\varepsilon_{eq} \quad (1.42)$$

où Σ_1 est la contrainte de traction appliquée à l'éprouvette, λ est un facteur dépendant de la forme de l'inclusion ($\lambda=1$ pour des inclusions sphériques). E_p peut être considéré comme le module de Young tangent ou le module de Young sécant équivalent de la matrice ($E_p = \sigma_{eq}/\varepsilon_{eq}$).

Dans le cas du module sécant, l'expression du critère est similaire à celle proposée par Argon et s'écrit :

$$\sigma_c = \sigma_m + \left(\frac{2}{3} + \lambda\right)\sigma_{eq} \quad (1.43)$$

Remarque : Pour ce type de composite avec des inclusions de tailles importantes ($\approx 10 \mu m$) espacées de $60 \mu m$, la deuxième composante (σ_{inh}) est calculée à partir de la solution d'Eshelby [1], étendue au domaine plastique par Berveiller et Zaoui [80]. Ceux-ci ont remplacé le module de Young par un module de Young équivalent sécant E_p , ainsi qu'un coefficient ν_p dépendant de la déformation appliquée.

La contrainte maximale dans l'inclusion pouvant être calculée, le critère de rupture s'exprime sous la forme :

$$\sigma_c = \sigma_I^{max} = \sigma_m + \frac{2}{3}\sigma_{eq} + \sigma_{inh} \text{ avec } \sigma_{inh} = \lambda.E_p.\varepsilon_{eq} \quad (1.44)$$

La comparaison de ce modèle avec les résultats expérimentaux montrent que ce choix n'est pas adapté. Notamment, l'expression du critère implique une dépendance de σ_c avec la température d'essai, qui provient de l'évolution en température de la limite d'élasticité σ_0 . Selon les différents auteurs, le module tangent ($E_p = (\sigma_{eq} - \sigma_0)/\beta\varepsilon_{eq}$) semblerait donc plus adapté car il permet, dans le cas d'un écrouissage linéaire, de tenir compte de la limite d'élasticité de la matrice (σ_0) et donc de s'affranchir de l'effet de température. β est un paramètre ajustable ($\beta > 1$), qui permet de réduire le module tangent équivalent si l'écrouissage de la matrice est non linéaire.

Le critère s'exprime alors :

$$\sigma_c = \sigma_I^{max} = \sigma_m + \frac{2}{3}\sigma_{eq} + \frac{\lambda}{\beta}(\sigma_{eq} - \sigma_0) \quad (1.45)$$

Ce critère, comme le précédent, ne prend pas en compte la taille des inclusions, mais fait intervenir un facteur dépendant de la forme. Plusieurs valeurs de λ sont proposées pour différentes formes d'inclusions.

En conclusion :

- Dans tous les modèles présentés, l'interface inclusion-matrice est supposée parfaite.
- L'amorçage est régi par la déformation plastique de la matrice.

- Le contraste entre les propriétés élastiques des différentes phases n'est pas pris en compte mais pourrait l'être.
- Ces modèles sont restreints aux matériaux contenant une faible fraction volumique d'inclusions, de taille variable puisque seule la morphologie de l'inclusion intervient.
- D'après Beremin qui s'appuie sur des résultats expérimentaux, la contrainte de décohésion est indépendante de la température.

Cette présentation des critères d'amorçage dans des matériaux contenant des inclusions n'est pas exhaustive. En effet, notre objectif était de montrer quelles approches ont été adoptées pour résoudre ce problème, et surtout les approximations/hypothèses réalisées pour simplifier les calculs. Si les méthodes par éléments finis permettent actuellement d'étudier des cas plus complexes, la prise en compte de la nature de l'interface (souvent considérée comme parfaite) reste un problème non résolu.

Si les critères d'amorçage sont nombreux et variés, il existe peu d'approches permettant de prédire le type d'amorçage : rupture dans l'inclusion, décohésion à l'interface ou fissuration dans la matrice. Les critères les plus physiquement fondés permettent de rendre compte d'une distribution de seuils d'amorçage ou nucléation, en supposant, non pas une dispersion du chargement, mais une distribution de la résistance du site à la rupture. Ceci se traduit par une loi de Weibull en contrainte pour les ruptures d'inclusions [81] soit par une loi normale en déformation pour les décohésions [82].

Enfin, il convient de rappeler la difficulté d'obtenir une validation expérimentale de ces critères. En effet, les études expérimentales, généralement réalisées en surface, ne sont pas forcément en adéquation avec les modèles qui établissent, pour la plupart, des critères en 3D. Néanmoins, l'observation de l'endommagement en 3D des matériaux à inclusions a fait un grand pas technologique avec la réalisation d'essais mécaniques couplés à la tomographie X [83].

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré que les matériaux hétérogènes, et plus particulièrement les composites qui font l'objet de ce mémoire, peuvent être modélisés par différentes approches. Nous avons choisi l'approche cristalline par éléments finis.

Ces approches ont pour objectifs de déterminer le comportement macroscopique, mais surtout de déterminer les champs mécaniques locaux qui sont à l'origine des trois sites possibles d'endommagement : matrice, inclusion, interface inclusion/matrice.

Cet endommagement doit être pris en compte dans le comportement. Les inclusions fragiles dans une matrice ductile sont des sources de fortes concentrations de contraintes. Dès que l'ensemble est soumis à une sollicitation thermomécanique, l'endommagement va créer au sein du matériau des microfissures, à l'intérieur ou au voisinage des inclusions. Le mode d'endommagement étant très influencé par les caractéristiques mécaniques de la matrice, il devrait dans notre cas dépendre de la température.

Dans ce chapitre, nous avons montré que plusieurs problèmes freinent la compréhension des processus physiques liés à l'endommagement :

- la complexité de la microstructure ne permet pas d'appréhender de manière simple le stade d'amorçage;*
 - les propriétés réelles de l'interface et sa modélisation sont encore des points à améliorer;*
 - les méthodes de caractérisation de l'endommagement en 3D sont encore restreintes mais nécessaires, sans quoi une incohérence (observations microstructurales en 2D et calculs de champs locaux en 3D) est possible.*
-

Chapitre 2

Caractérisation du matériau

Sommaire

1.1	Généralités sur les matériaux hétérogènes	6
1.1.1	Description des hétérogénéités	7
1.1.2	Solution du problème d'Eshelby	7
1.1.3	Théorie de Kröner, notion d'incompatibilité de déformation	9
1.2	Mécanismes de plasticité cristalline	9
1.3	Présentation des modèles	15
1.3.1	Notion de volume élémentaire représentatif	15
1.3.2	Modèles autocohérents	17
1.3.3	Approches cristallines utilisant la méthode des éléments finis	18
1.3.4	Approches multi-physiques	21
1.4	Mécanismes d'endommagement - Phase d'amorçage	22
1.4.1	Mécanismes d'amorçage et localisation des sites d'amorçage	23
1.4.2	Modélisation de l'amorçage et de la nucléation	27

Ce chapitre concerne l'analyse de la microstructure du composite Mo-TiC puis celle du comportement mécanique de celui-ci. Différentes techniques à différentes échelles ont été utilisées pour déterminer :

- la morphologie des phases ;
- la proportion des phases ;
- la percolation ;
- la composition chimique d'une troisième phase nommée phase carbure mixte.

L'étude de la microstructure et plus particulièrement de la phase carbure mixte apporte des éléments sur l'influence du mode d'élaboration sur les mécanismes de densification.

La deuxième partie concerne l'évolution en température du comportement mécanique et de l'endommagement du composite et de la phase majoritaire, le molybdène.

Ce chapitre va également permettre de déterminer des paramètres caractéristiques des matériaux pour alimenter la modélisation.

2.1 Caractérisation microstructurale

2.1.1 Caractéristiques des carbures de titane et du molybdène

Le composé TiC est de structure cubique face centrée (figure 2.1), constituée de deux sous-réseaux imbriqués, chacun de structure CFC : réseau des ions métalliques et réseau des atomes de carbone [84].

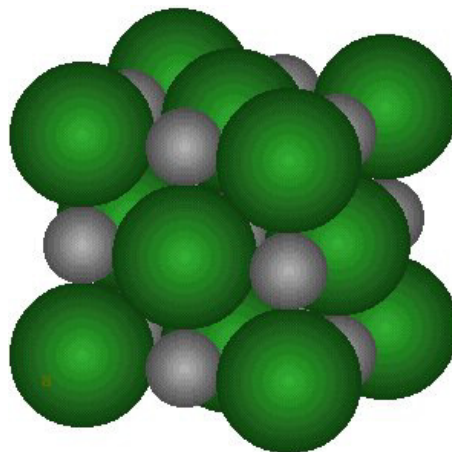


Figure 2.1 – Structure des carbures cubiques. Les ions métalliques (titane), et les atomes de carbone forment chacun un sous-réseau de structure CFC. Les atomes de carbone occupent les sites octaédriques du réseau des atomes métalliques.

Par opposition au carbure de tungstène, les composants de TiC, TiN ou TiCN

ont la particularité de toujours présenter un déficit en carbone ou en azote par rapport à la composition stoechiométrique [85]. Le réseau accepte en nombre élevé les défauts lacunaires, sans perte de l'ordre à longue distance. En effet, la grande stabilité des oxydes TiO_2 présents rend difficile la carburation (ou nitruration) complète du titane. De par cette caractéristique structurale, l'ordre atomique de tels composés non-stoechiométriques est guidé par la mobilité des atomes interstitiels.

Le réseau acceptant des écarts à la stoechiométrie, des substitutions par des atomes étrangers sont tolérées dans l'un ou l'autre des deux sous-réseaux sans perte de l'ordre à longue distance. La substitution des atomes de carbone par ceux d'azote permet de former des carbonitrides de titane $Ti(C_x, N_{1-x})$, en toutes proportions de TiC jusqu'à TiN. La formation de ces nitrures a une influence sur la solubilité de Mo dans TiC.

Du fait de la faible stabilité des liaisons Mo-N, la solubilité des atomes de Mo dans le réseau des atomes de Ti est plus faible en présence d'atomes d'azote dans le réseau des éléments légers. Les études sur le système Ti-Mo-N menées par Lengauer et Ettmayer [86] montrent bien, qu'en présence d'azote, il s'opère une séparation presque totale entre les nitrures TiN ou TiCN et le Mo qui reste sous forme métallique. Le titane forme avec l'azote des nitrures très stables TiN ou carbonitrides TiCN ; cette forme est énergétiquement beaucoup plus favorable qu'une solution solide du titane sous forme métallique. Le diagramme de la figure 2.2 [87] montre que des phases de nitrures de molybdène existent à 1473 K, mais la figure 2.3 [86] montre aussi que cette forme de nitrure n'est plus stable lorsque du titane est présent dans le système.

2.1.2 Mise en forme du composite

Les composites Mo-TiC ont été élaborés par la technique de Compression Iso-statique à Chaud, connue sous la dénomination anglophone Hot Isostatic Pressing (HIP). Les constituants de base sont introduits sous forme de fines poudres commerciales (H.C.Starck) : la poudre de carbure de titane, dont la composition est indiquée dans le tableau 2.1, présente une taille de grain fine (2-3 μm), mais contient de multiples impuretés.

Tableau 2.1 – Composition des poudres de TiC de départ (% massique)

Ctotal	O	N	Ca	Co	W	Ni	Al	Fe	S
19,23	0,6126	0,0279	0,002	0,032	0,39	<4E-4	0,0014	0,0061	0,0019

Le molybdène se trouve sous forme de poudre micrométrique (5 μm) avec une pureté annoncée de 99,98 %, dont la composition est donnée dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 – Composition des poudres de Mo de départ (% massique)

Mo	O	Fe	K
99,98	0,0620	9ppm	29ppm

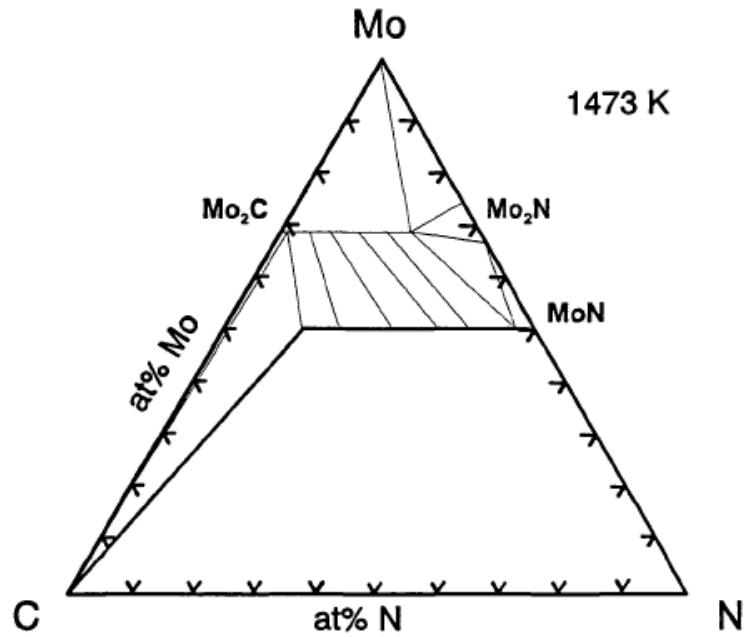


Figure 2.2 – Le diagramme de phase ternaire Mo-C-N à 1473 K montre que les nitrures de molybdène se forment comme les carbures, tant qu'aucun autre élément n'est présent.

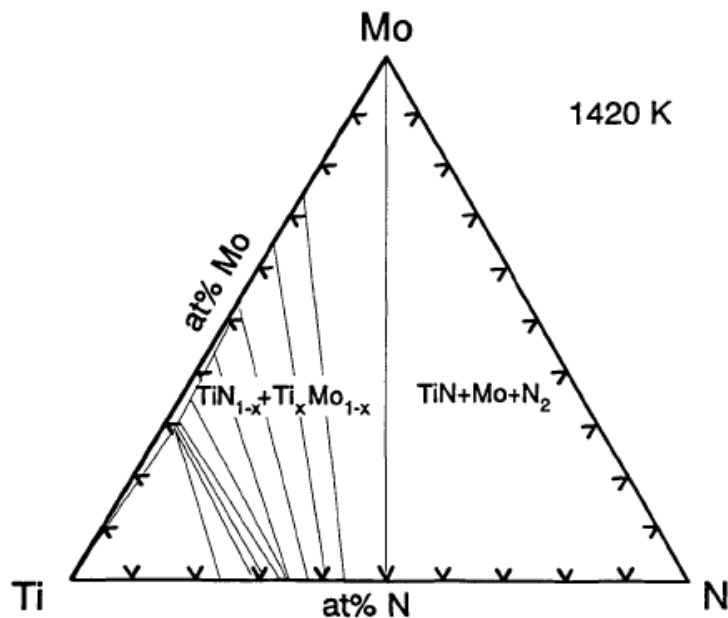


Figure 2.3 – Le diagramme de phase ternaire Ti-Mo-N à 1420 K montre que les nitrures de molybdène en sont absents, au profit des nitrures de titane très stables

Les poudres sont tout d'abord mélangées à sec puis broyées en milieu alcoolique dans des jarres contenant des billes de zircone. Après le broyage, la poudre est placée en étuve pour l'évaporation. Une fois séchée, la poudre est introduite dans une gaine de latex afin de procéder à une compression isostatique à froid sous 2500 bars pendant 1 minute. L'échantillon compacté est alors usiné afin d'atteindre les dimensions souhaitées. L'échantillon à fritter est ensuite placé dans une gaine en titane (figure 2.4) avant d'être déposé dans l'enceinte sous pression.

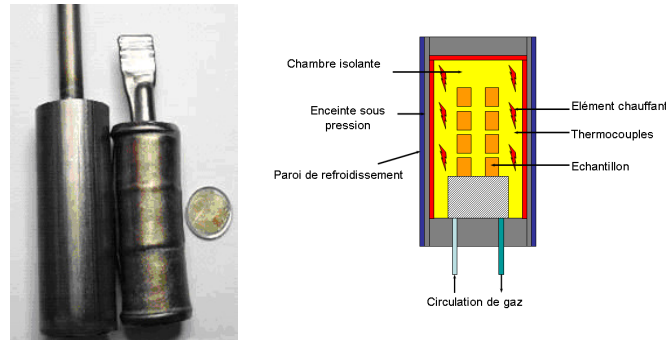


Figure 2.4 – Matrices utilisées dans la machine HIP et principe de fonctionnement du HIP.

Lors de l'étape de densification, on procède à une mise sous vide secondaire pendant 12 heures à une température de 600 °C. Enfin, le palier de frittage est réalisé par compression isostatique à chaud ou HIP (1630 °C) sous une pression de 1610 bars durant 2 heures [88]. Après frittage, les échantillons présentent une densité égale à 8,52 avec un taux de porosité totale de 1,24 % (porosité ouverte = 0,10 %, porosité fermée de 1,13 %). Plusieurs nuances de composite ont été mises en forme par ce procédé : $MoTiC_{12,5\%vol.}$, $MoTiC_{25\%vol.}$, $MoTiC_{30\%vol.}$, $MoTiC_{37,5\%vol.}$, $MoTiC_{50\%vol.}$ et $MoTiC_{75\%vol.}$.

2.1.3 Microstructure du composite

Parmi les nuances élaborées par le CEA, nous avons particulièrement étudié le $MoTiC_{30\%}$ et les résultats ont été comparés à ceux d'autres nuances. La micrographie (figure 2.5), obtenue en électrons rétrodiffusés (microscope électronique à balayage Gemini Léo 1530), rend compte de la structure dite de cœur-coquille (triphasee). Le matériau présente une microstructure cohésive présentant les trois contrastes liés à ces phases.

En effet, les cœurs, ayant la densité électronique la plus faible, apparaissent plus foncés que les coquilles (grises). Sur la figure 2.5, la phase noire est le TiC, la blanche est le Mo et la phase grise est une phase carbure mixte pour laquelle une étude plus précise sera menée ultérieurement.

Les observations MET (figure 2.6) ont permis d'identifier la taille moyenne de grains de chaque phase. Ainsi, la taille moyenne des grains de TiC est de l'ordre de un ou deux microns alors que la taille de grains du molybdène est légèrement

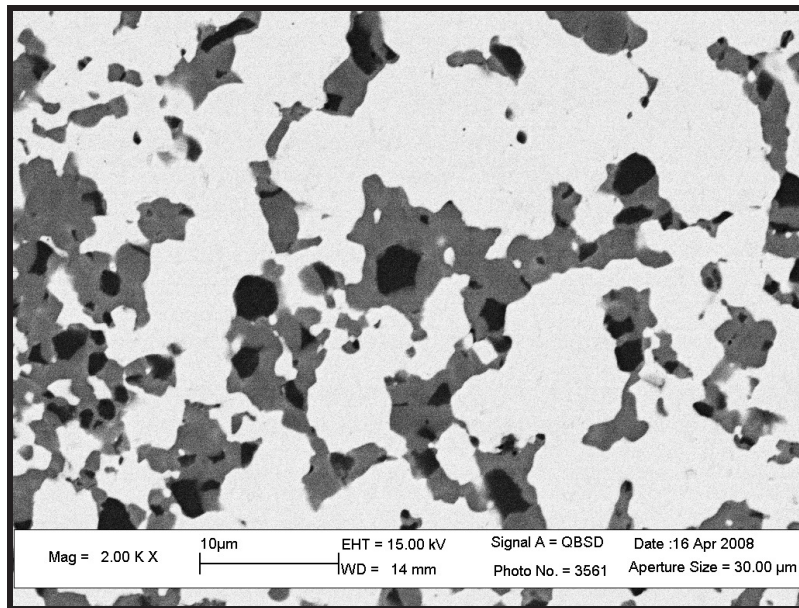


Figure 2.5 – Microstructure du composite $MoTiC_{30\%}$.

supérieure (2-3 μm). Il est intéressant de noter que la phase carbure mixte présente une taille de grains submicronique.

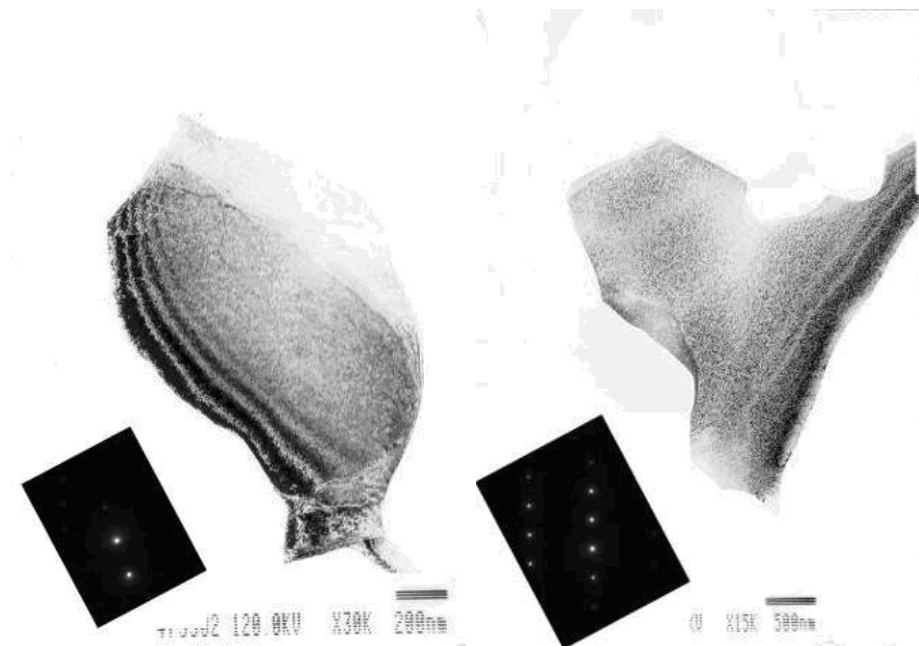


Figure 2.6 – Cliché MET d'un grain de TiC et d'un grain de Mo.

La microstructure obtenue par le procédé HIP est toutefois très différente de celle obtenue par des élaborations par fusion à l'arc rapportées dans les travaux de Suzuki *et al.* [89], Nomura *et al.* [90] ou encore Tan *et al.* [91]. Dans ces travaux, l'équilibre s'établit à partir de la phase liquide et la microstructure, signant l'eutectique, est en

accord avec le diagramme de phase.

Dans cette présente étude, la recherche de l'équilibre s'effectue depuis la forme solide, à relativement basse température où les processus de diffusion des espèces sont peu activés. Ainsi, malgré le fait que le diagramme de phases pseudo-binaire Mo-TiC (figure 2.7) [92] propose un large domaine de compositions permettant de stabiliser une structure biphasée composée d'une phase riche en Mo ($Mo-TiC_{5\%vol}$) et d'une phase céramique riche en TiC ($Mo-TiC_{89\%vol}$), tous les composites élaborés sont triphasés.

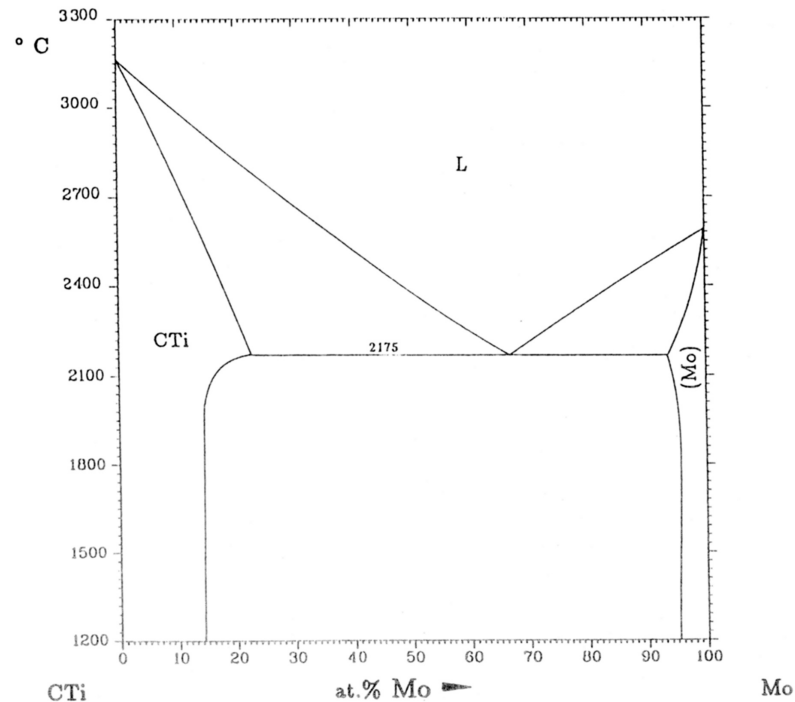


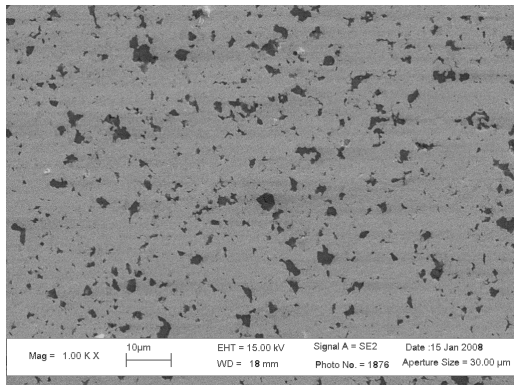
Figure 2.7 – Diagramme de phase binaire Mo-TiC.

Proportions des phases

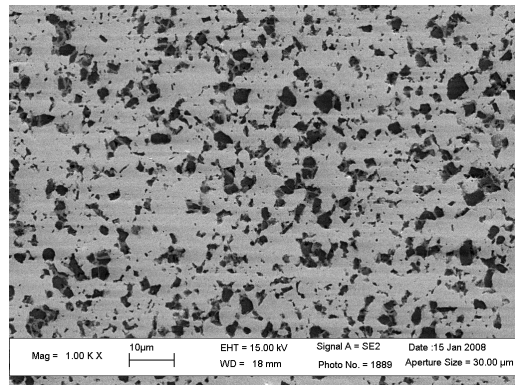
Les proportions de ces trois phases, qui évoluent avec la composition initiale, ont été quantifiées par analyse d'images. En effet, en considérant la dispersion de chaque phase homogène en volume, ce qui est une des caractéristique du frittage par HIP, il est possible de corrélérer le pourcentage surfacique et le pourcentage volumique. Ces analyses ont été réalisées sur plusieurs nuances de composites (figure 2.8) ce qui permet d'étudier l'évolution de la répartition des phases en fonction des proportions initialement introduites.

Une analyse d'image basée sur les différences de niveaux de gris a été effectuée à partir des clichés des microstructures des composites obtenues en électrons rétro-diffusés au microscope à balayage. Un seuillage va permettre de distinguer les trois phases (figure 2.9).

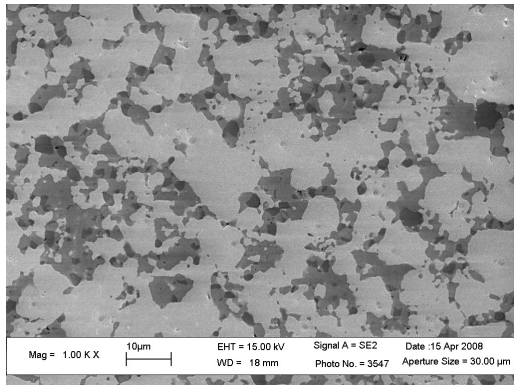
Les proportions surfaciques de chaque phase sont calculées (tableau 2.3) ce qui



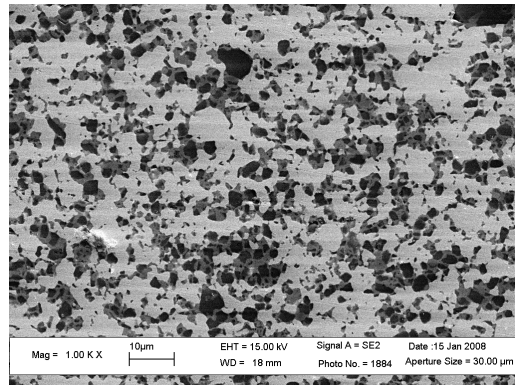
(a) $MoTiC_{12,5\%}$



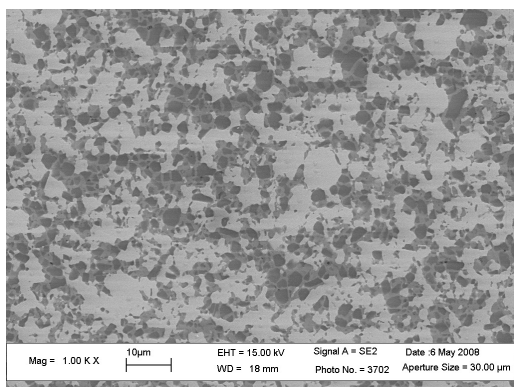
(b) $MoTiC_{25\%}$



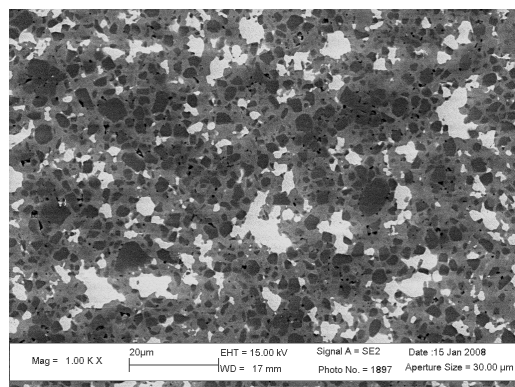
(c) $MoTiC_{30\%}$



(d) $MoTiC_{37,5\%}$

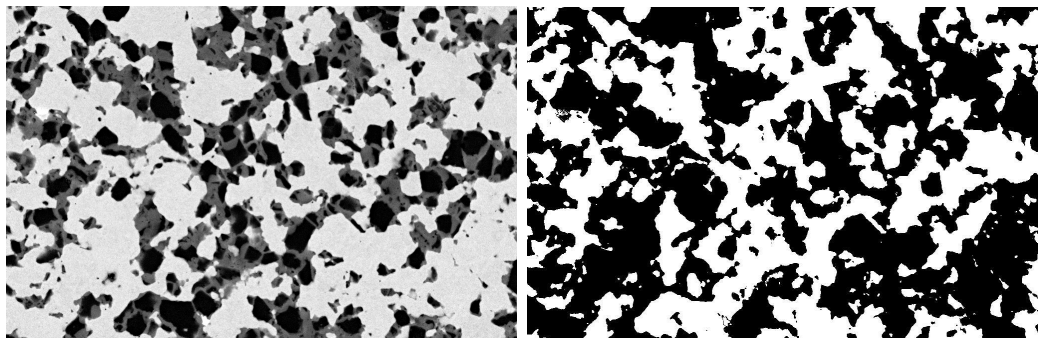


(e) $MoTiC_{50\%}$



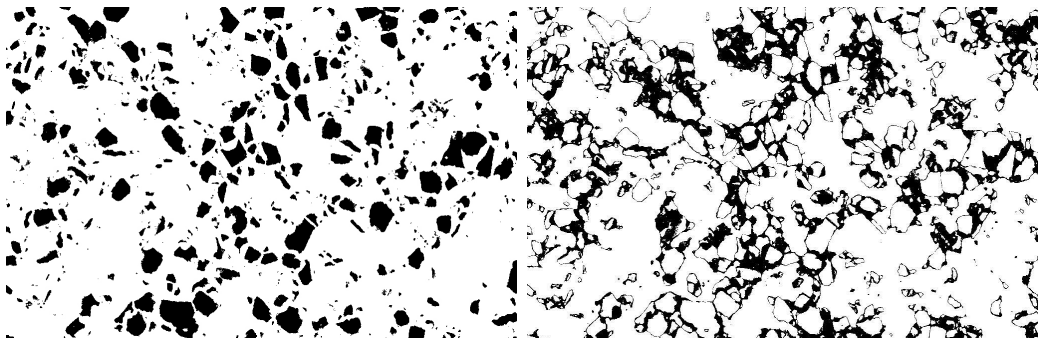
(f) $MoTiC_{75\%}$

Figure 2.8 – Clichés MEB des microstructures des différentes nuances de composites.



(a) image initiale

(b) Phase Mo



(c) Phase TiC

(d) Phase (Mo,Ti)C

Figure 2.9 – Traitement des images pour obtenir les proportions surfaciques pour le composite $MoTiC_{30\%}$.

permet de rendre compte de la formation de la troisième phase.

Tableau 2.3 – Proportions volumiques des différentes phases déterminées par analyse d'image.

	Proportion initiale (%volumique)		Proportion finale (%volumique)		
	Phase métallique	Phase carbure	Phase métallique	Phase carbure	
	Mo	TiC	Mo	(Mo,Ti)C	TiC
Mo-TiC _{12,5%}	87,5	12,5	82	8	10
Mo-TiC _{25%}	75	25	74	15	11
Mo-TiC _{30%}	70	30	67	19	14
Mo-TiC _{37,5%}	62,5	37,5	59	19	22
Mo-TiC _{50%}	50	50	50	21	29
Mo-TiC _{75%}	25	75	18	29	53

La proportion de la phase TiC, initialement introduite, semble être la plus sensible à la formation de la phase carbure mixte.

Percolation des phases

Pour les microstructures comportant du TiC au moins à hauteur de 30 % volumique, la phase carbure (TiC + (Mo,Ti)C) semble percoler. En effet, d'après les travaux réalisés sur les différentes nuances par Le Flem *et al.* [93], la conductivité thermique des composites marque un changement à partir du composite $MoTiC_{30\%}$, ce qui a été attribué à une contiguïté des grains de carbure accrue.

Une étude en tomographie X 3D a été effectuée, afin d'obtenir la microstructure en trois dimensions et la répartition des phases au sein d'un échantillon. Le principe de cette approche est développé en Annexe A.2.

La génération d'un contraste de phase est utile dans notre cas car les coefficients d'atténuation des matériaux constituant le composite sont assez proches. Il a ainsi été possible de différencier la phase molybdène du squelette carbure. En revanche, les coefficients d'atténuation du TiC et du carbure mixte (Mo,Ti)C étant trop similaires, ces phases n'ont pas pu être séparées.

Ainsi, la figure 2.10 présente la répartition de la phase métallique et celle de la phase carbure au sein d'un cube de dimension $35 \times 35 \times 35 \mu m^3$.

L'étude en tomographie X haute résolution a permis de montrer que le système $MoTiC_{30\%}$ était composé de deux squelettes continus imbriqués l'un dans l'autre. Le squelette carbure présente une structure double, composée à la fois d'un noyau de TiC et d'une couronne de carbure mixte (Mo,Ti)C.

2.1.4 Étude de la phase carbure mixte

Mécanismes de formation de la phase carbure mixte

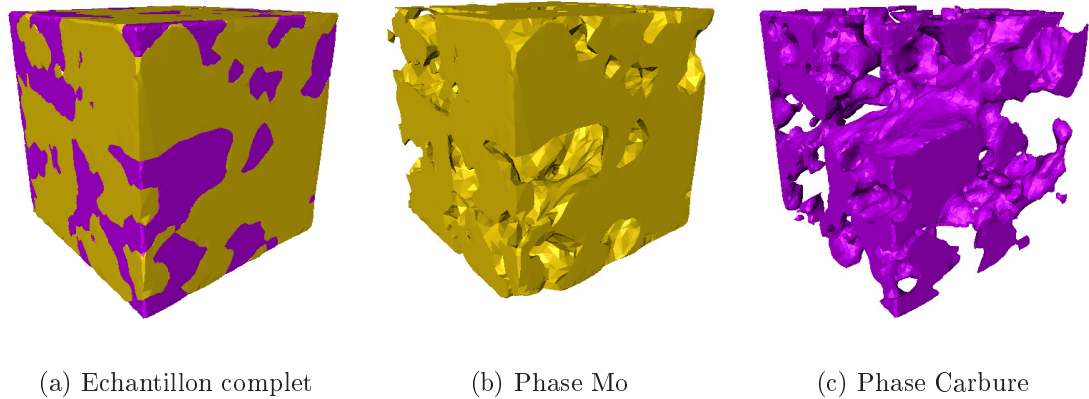


Figure 2.10 – Microstructure du composite $MoTiC_{30\%}$ reconstruite par Tomographie X 3D

Le diagramme de phase binaire Mo/TiC ne prévoit pas la présence de la phase carbure mixte lors de l'élaboration par voie solide. Dès lors, l'hypothèse la plus simple est que la formation de cette phase s'explique par les divers mécanismes physiques dus au mode d'élaboration par HIP. Une première étude porte donc sur les phénomènes et les conditions thermo-mécaniques intrinsèques à ce type de processus d'élaboration.

Les premières étapes d'agglomération conduisent schématiquement à la création de ponts entre les grains au niveau du point de contact (figure 2.11). Puis, le transport, essentiellement de type diffusion, va engendrer au cours du frittage la croissance des ponts entre les particules de poudre [94].

Dans le système considéré, ces phénomènes sont d'autant plus importants que les surfaces spécifiques des grains sont importantes. En effet, le TiC présente une surface spécifique de $300 \text{ m}^2.\text{kg}^{-1}$ alors que celle du Mo est plus faible ($97 \text{ m}^2.\text{kg}^{-1}$).

Cependant, la croissance de ces ponts (des régions concaves) réduit l'énergie superficielle, et fait ainsi de ces régions des sources de sites vacants. La répartition des contraintes et la différence de concentration de sites vacants rendent le transfert plus facile par des phénomènes de diffusion le long de la surface, aux frontières de grains ou même par de la diffusion en volume.

Les échanges ont d'abord lieu par diffusion en phase solide et permettent la formation d'enveloppes mixtes plus stables de type (Ti,Mo)C autour de grains initiaux TiC. En effet, en présence de titane, le molybdène présente une très faible affinité avec l'azote, les nitrures de molybdène sont instables. Les atomes de Mo précipitent avec ceux de Ti dans les enveloppes cristallisées (Ti,Mo)C. Ainsi se développe, tout au long du frittage, la structure double, formée de coquilles de carbures (Ti,Mo)C enveloppant les noyaux de TiC.

Des travaux sur les mécanismes intervenant au cours du frittage [95][96] ont révélé que la mise en solution d'atomes de Mo avaient lieu en dessous de $1100 \text{ }^\circ\text{C}$. L'apparition de ce phénomène accélère ces échanges et permet d'établir un équilibre

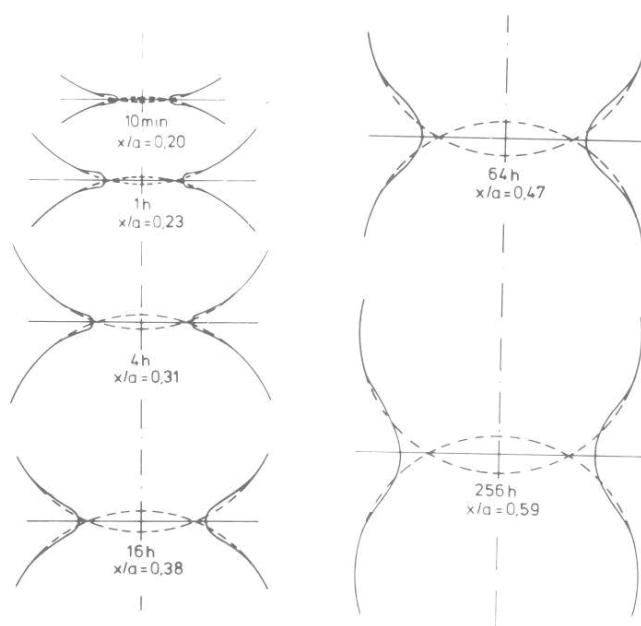


Figure 2.11 – Formation de ponts entre deux sphères matérialisant des grains lors de l'étape de frittage.

entre différentes phases en présence :

- phase céramique : carbures de titane TiC ;
- phase carbure mixte : (Ti,Mo)C ;
- phase métallique : Mo.

L'équilibre entre les phases citées est donc contrôlé par plusieurs grandeurs et notamment par le rapport initial à la stoechiométrie :

- le rapport $(C + N)/(Ti + Mo)$ qui influe sur la quantité, la nature des éléments dissous, la structure et la contiguïté des grains de TiC et de leur enveloppe (Ti,Mo)C ;
- la teneur initiale en carbure de titane (%TiC) qui contrôle la taille des enveloppes (Ti,Mo)C

Selon le diagramme de phase du système ternaire Mo-Ti-C (figure 2.12), la solubilité du molybdène dans le TiC pourrait atteindre 25 %at. à l'eutectique ($MoTiC_{35\%at.}$ à 2175 °C) et a été rapporté à 15 %at. dans les conditions de frittage appliquées au composite Mo-TiC étudié. Les carbures mixtes (Ti,Mo)C existent sur un large domaine Mo/Ti. La teneur en carbone fixe la répartition de Mo et Ti entre l'état carbure et métallique [97].

La structure finale des composites Mo-TiC résulte d'une réorganisation profonde des phases carbure et métallique au cours du frittage ; cette réorganisation étant contrôlée par la mise en équilibre des éléments en présence.

Des observations au MET, réalisées dans le but de déterminer la densité de dis-

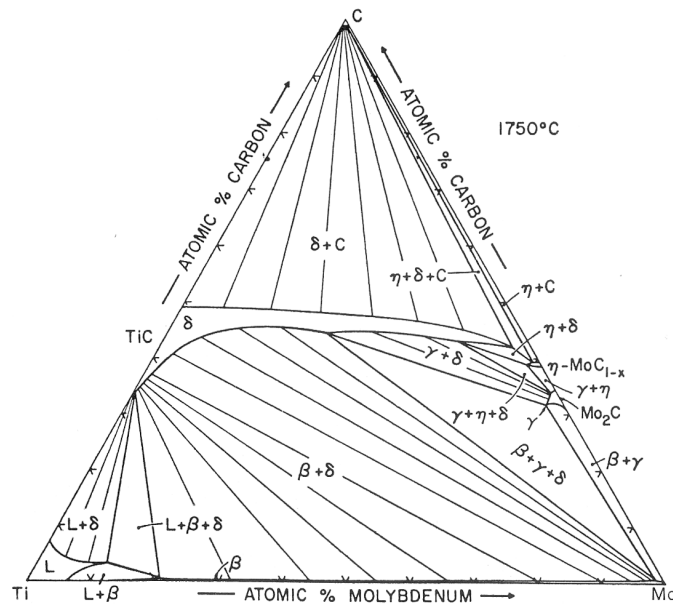


Figure 2.12 – Diagramme de phase ternaire Mo-Ti-C.

locations dans chaque phase, ont montré que le molybdène subissait une étape de recristallisation lors de la mise en forme, alors que la phase TiC présente des traces de réarrangement de dislocations (polygonisation). Ceci se caractérise par une densité de dislocations très faible dans le molybdène ($\rho = 10^{12} m^{-2}$) et des configurations de basse énergie (hexagonale pour un CFC) dans le carbure de titane (figure 2.13-b). La densité de dislocations mesurée dans la phase TiC est de l'ordre de $\rho = 10^{13} m^{-2}$.

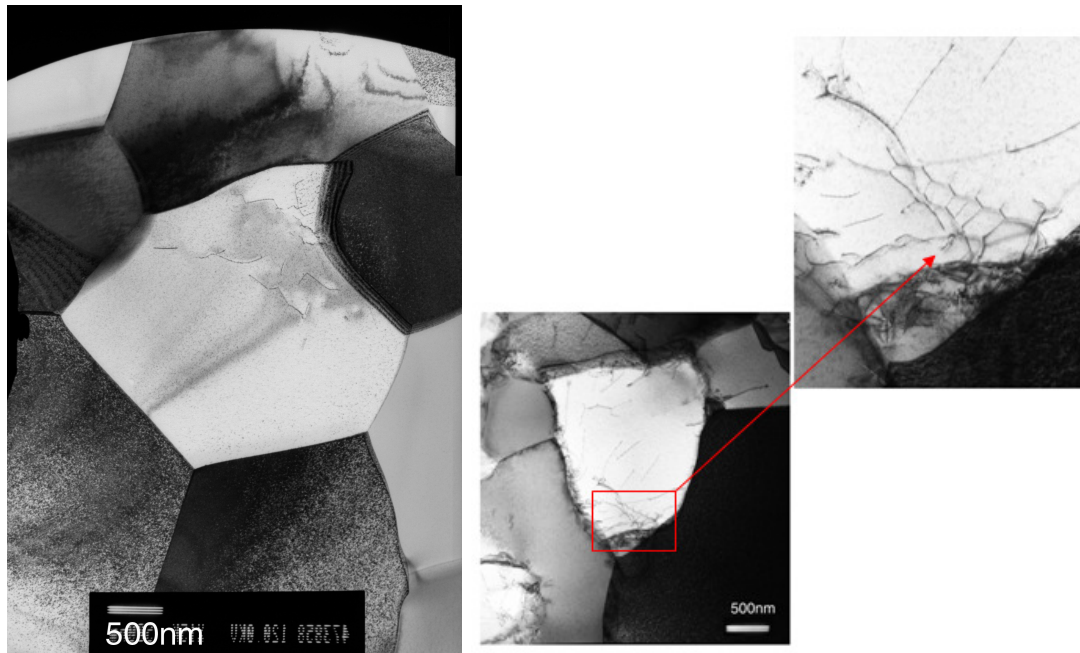
Structure et composition de la phase carbure mixte

La caractérisation de la phase (Mo,Ti)C des échantillons frittés a fait l'objet d'une étude plus précise. Les études ont porté sur la composition et la microstructure de cette phase.

Le diagramme de diffraction des rayons X montre qu'aux angles des pics caractéristiques du TiC, un second composé est présent (figure 2.14). La raie [220] du TiC présente deux pics de diffraction, ce qui montre que la phase (Mo,Ti)C a la même structure cristalline et un paramètre de maille très proche de la phase TiC.

Afin de mieux comprendre la composition de la phase intermédiaire, des analyses X, couplées à la microscopie optique, ont été menées sur des échantillons de compositions $MoTiC_{30vol.}\%$. Une première analyse, réalisée à partir d'une sonde RX couplée au microscope à balayage, a été effectuée le long des lignes blanches visibles sur la figure 2.15.

Ainsi, il a été possible d'analyser une zone présentant les trois contrastes caractéristiques des phases du matériau. Les paliers observés sur les figures 2.16-a et 2.16-b caractérisent la phase intermédiaire, ce qui conforte l'hypothèse de phase définie et permet d'écarter le profil de diffusion.



(a) Faible densité de dislocations dans un grain de molybdène recristallisé.

(b) Sous-joint de polygonisation dans un grain de TiC.

Figure 2.13 – Clichés MET du molybdène et du carbure de titane dans le composite après mise en forme.

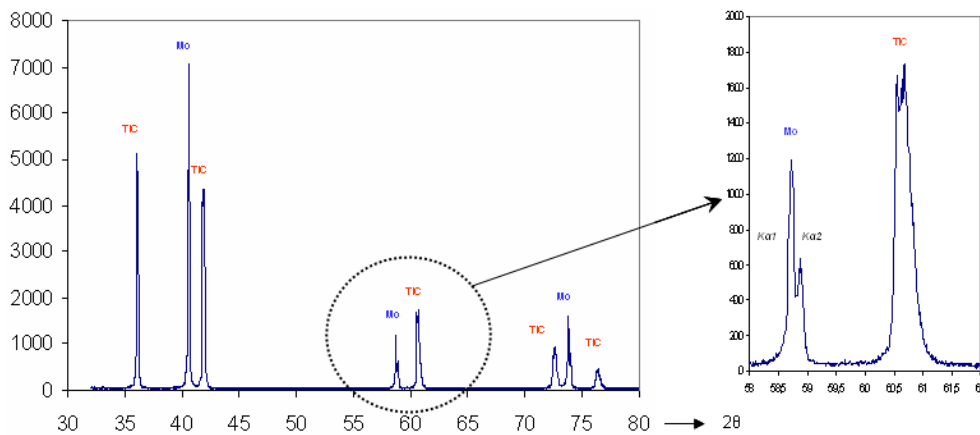


Figure 2.14 – Diagramme de diffraction réalisé sur le composite.

La précision de ces résultats dépend de l'erreur que peut engendrer la "poire d'interaction". En effet, du fait de la microstructure fine du matériau, il est possible que l'analyse X se fasse sur une profondeur telle que les grains sous-jacents soient

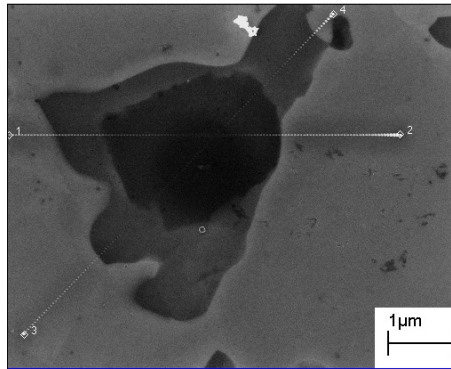
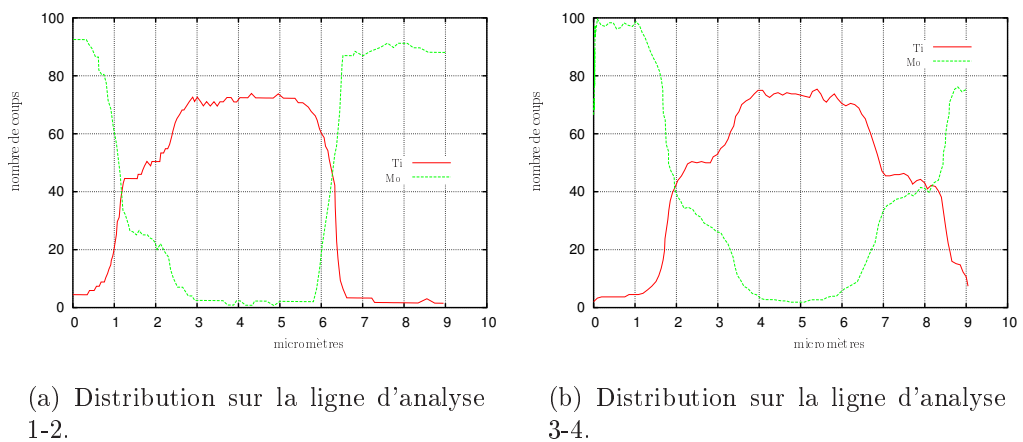


Figure 2.15 – Image MEB de la microstructure sur laquelle les analyses X ont été effectuées.



(a) Distribution sur la ligne d'analyse 1-2.

(b) Distribution sur la ligne d'analyse 3-4.

Figure 2.16 – Proportion des phases le long des lignes d'analyse.

aussi analysés.

Afin de vérifier ces résultats, l'analyse X, couplée au microscope en transmission, est une méthode appropriée car elle est réalisée sur une zone mince de la lame. Les analyses chimiques par élément de Ti et Mo sur les matériaux frittés ont été réalisées dans un microscope (MET) Philips Tecnaï (200KV), équipé d'un spectromètre à rayons X de type EDS (Energy Dispersive Spectrometer). Ces expériences ont été menées au sein du Centre d'Études de Chimie Métallurgique (UPR 2801).

Les analyses suivant la ligne spécifiée en rouge sur la figure 2.17 qui traverse une zone présentant les trois phases présentent bien un palier de composition en présence de cette phase intermédiaire.

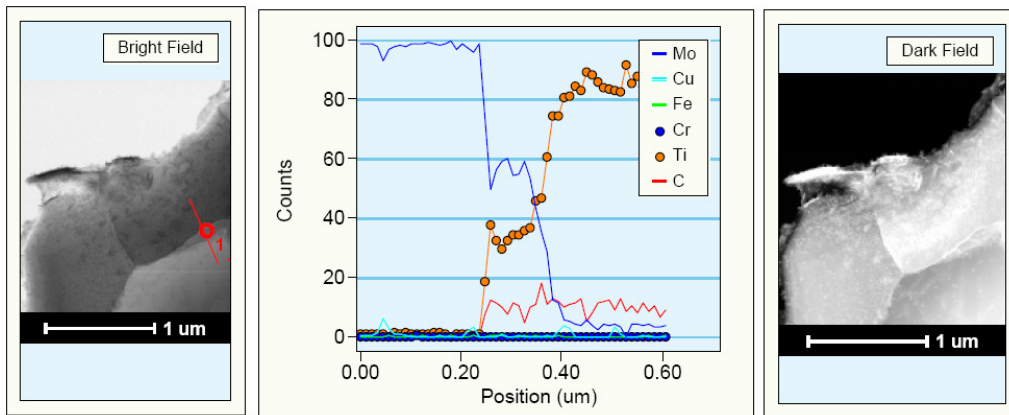


Figure 2.17 – Analyses EDS effectuées suivant un profil au travers de la phase carbure mixte.

Lorsque l'analyse est menée sur une zone où le joint de grains est exempt de troisième phase (figure 2.18), l'analyse X ne procure qu'un profil de diffusion. Il est cependant important de noter que le molybdène est présent dans le TiC alors que la phase molybdène reste pure, ce qui avait aussi été observé par Craig *et al.* [85]. Cela vient conforter l'hypothèse de diffusion du molybdène vers la phase carbure.

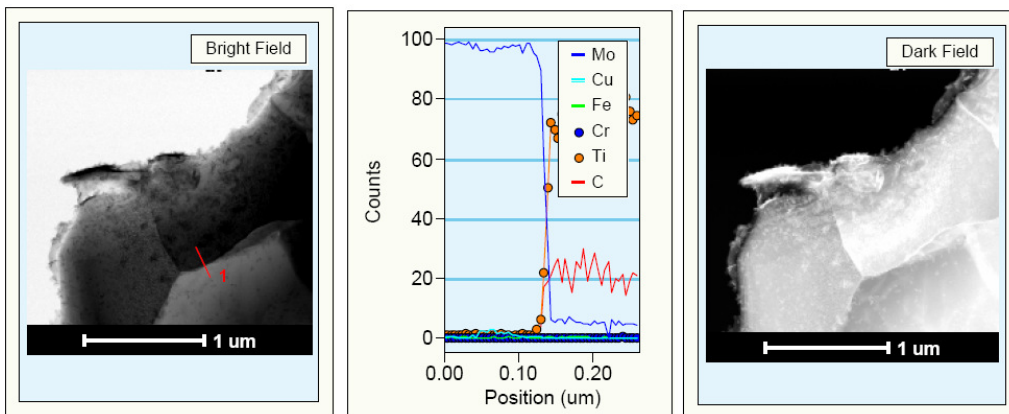


Figure 2.18 – Analyses EDS effectuées suivant un profil à travers un joint de grains.

Une cartographie X a été réalisée sur une autre zone présentant les trois phases (figure 2.19). À chaque élément est attribuée une couleur et son intensité est proportionnelle au taux de cet élément dans la phase étudiée. Ainsi, la zone étudiée présente clairement un grain de TiC et un grain de molybdène. Au niveau du joint de grains, un grain de la phase intermédiaire (Mo,Ti)C est présent. La présence d'une phase (Mo,Ti)C définie entre les grains de Mo et TiC confirme l'hypothèse d'une réaction lors du frittage et non pas uniquement d'un phénomène de diffusion.

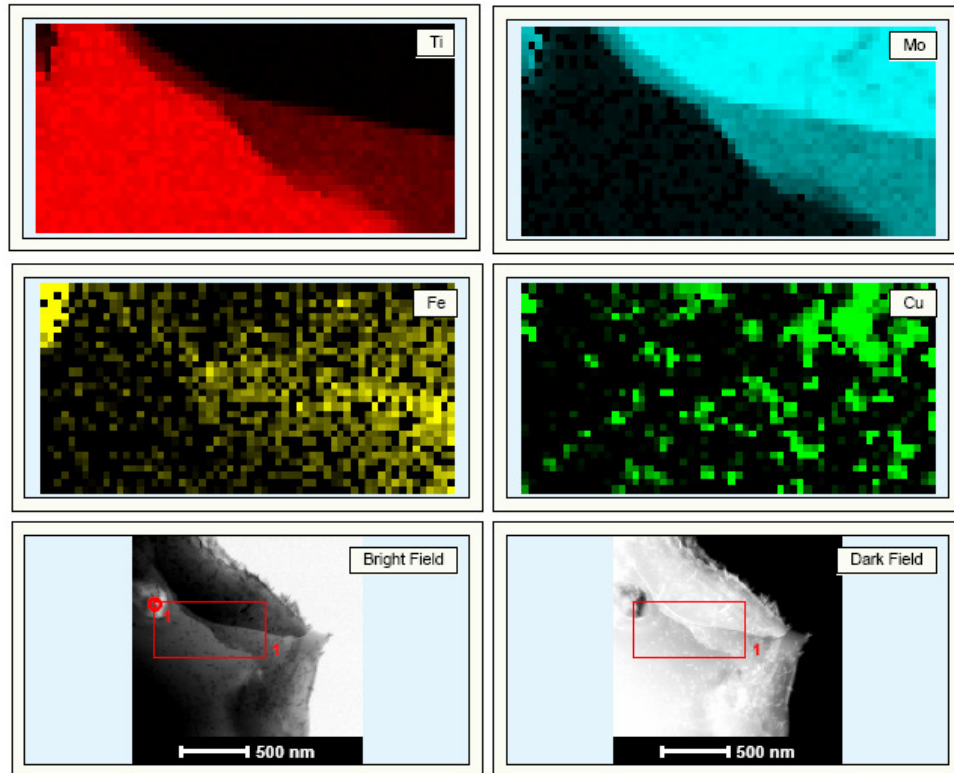


Figure 2.19 – Cartographie EDX et clichés MET de la zone analysée.

Cette analyse a aussi permis de caractériser les éléments présents dans les précipités. En effet, les impuretés des poudres de départ (Fe, Cu ...) se retrouvent donc sous forme de précipités dans le matériau fritté.

Pour préciser la composition de chaque phase, des dosages ponctuels par WDS (Wavelength Dispersive Spectrometer) à la microsonde de Castaing ont été réalisés dans chaque phase (tableau 2.4). Ainsi, la composition de la phase (Mo,Ti)C est : $TiC Mo_{10-15at.}\%$ [98].

La faible miscibilité entre les phases carbures TiC formant le cœur des grains et les phases carbures (Ti,Mo)C qui les enveloppent, apporte une stabilité thermique intéressante. En effet, une étude visant à évaluer l'impact d'un maintien à haute température (1000 °C, 1600 °C et 1800 °C) sur la stabilité microstructurale, a montré que le composite $MoTiC_{30\%vol.}$ était stable jusqu'à 1000 °C, aussi bien en termes de microstructure (pas d'évolution de la proportion des phases, ni de leur composition)

Tableau 2.4 – Composition de la phase carbure mixte

	%at Mo	%at Ti	%at C
Phase Mo	88,23 ± 2	8,2 ± 0,2	2,71 ± 1,57
Phase (Ti,Mo)C	11,36 ± 0,7	45,76 ± 0,52	40,42 ± 0,29
Phase TiC	1,3 ± 0,3	55,32 ± 0,3	37,89 ± 0,46

qu'en termes de propriétés thermiques comme la chaleur spécifique ou la conductivité thermique [99].

Ces résultats permettent de définir les plages de température des essais mécaniques dans lesquels la microstructure peut être considérée comme stable.

2.2 Caractérisation mécanique

Le matériau fourni par le CEA se présentant sous forme de lopin de faibles dimensions ($\Phi=40\text{mm}$, $H=60\text{mm}$), la caractérisation mécanique du composite en fonction de la température (module d'Young, pente d'érouissage, contrainte - déformation à la rupture) s'est limitée à des essais de microdureté et de compression.

2.2.1 Mesure de module de Young

2.2.1.1 Essais de microdureté

Des essais de microdureté Vickers (figure 2.20) ont été réalisés sur les différentes nuances élaborées. Ces mesures sont effectuées sous une charge de 100 g.

Les résultats montrent que la dureté du composite suit une loi exponentielle ($y = 261,84 \times e^{0,0257x}$) en fonction de la proportion de TiC. Les mesures de microdureté justifient le choix des nuances retenues pour la mise en forme par filage.

2.2.1.2 Essais de nanodureté

La plupart des modèles de comportement permettent de prédire les propriétés des mélanges matrice/particules à partir des propriétés des deux constituants. Un problème se pose quant au choix des constantes d'élasticité du renfort. Si les constantes d'élasticité du molybdène sont bien connues, il n'en est pas de même pour le carbure de titane, car il a été montré que le niveau de sous-stoechiométrie avait une influence sur les constantes élastiques [100][101].

Pour connaître ces valeurs, la méthode par nanoindentation a été choisie, celle-ci permettant de déterminer la valeur réelle du module des constituants à partir des mesures *in situ* dans le composite (Annexe A.1). Il s'agit de réaliser un test de nanodureté local sur chacune des phases en présence, et de déduire de la courbe charge-décharge en fonction du déplacement, le module de la phase étudiée [102][103].

Plusieurs campagnes de nanoindentation ont été réalisées afin d'identifier la profondeur d'indentation optimale permettant d'obtenir les caractéristiques d'une phase

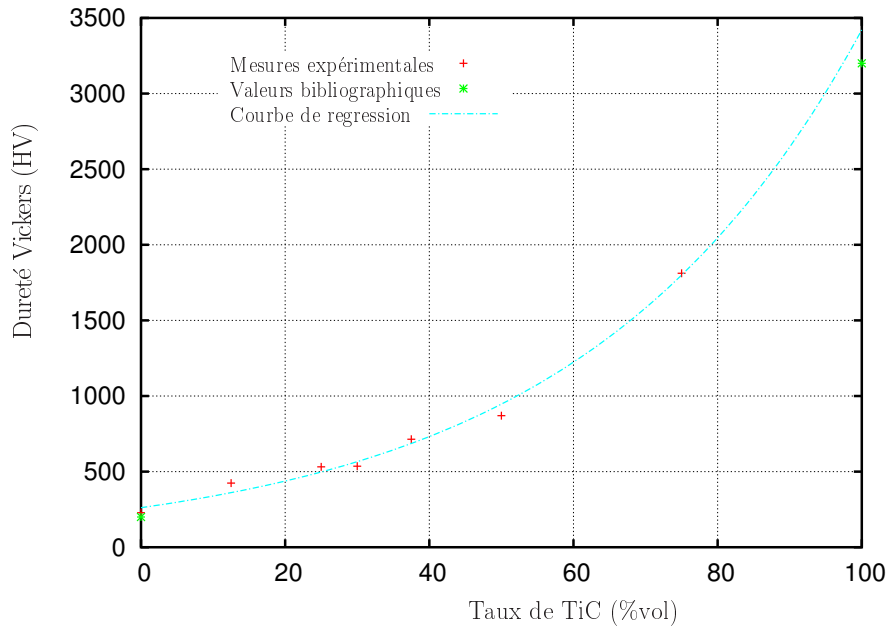


Figure 2.20 – Mesure de microdureté en fonction du taux de TiC présent dans le composite.

indépendamment de l'autre. Ainsi, il s'est avéré que les données peuvent être analysées jusqu'à une profondeur d'environ 100 nm. Pour une valeur supérieure, les résultats dépendent de l'interaction entre phases :

- écrouissage de la phase molybdène sous-jacente d'un grain de carbure sur lequel se fait l'indentation ;
- contact avec un carbure après avoir fait l'indentation sur un grain de molybdène.

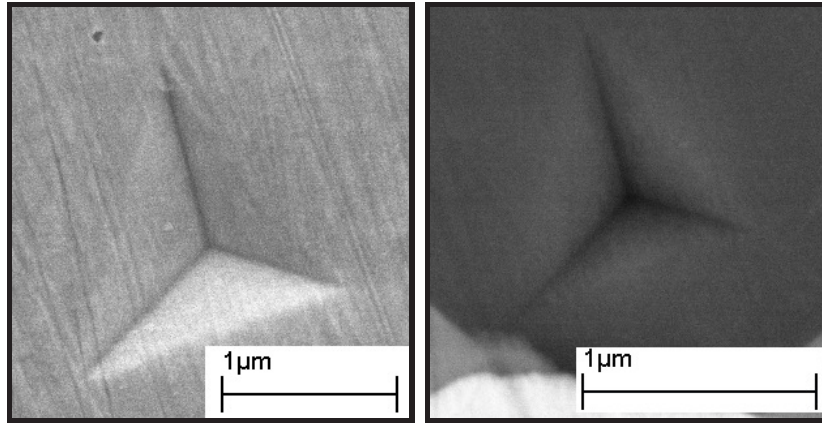
Ainsi, les charges appliquées ont été calculées pour que la pénétration de la pointe soit d'environ 200 nm (figure 2.21).

Les résultats présentés sur le graphique 2.22, constitués de 100 mesures, sont caractéristiques d'un matériau biphasé métal-céramique.

En effet, on peut différencier deux domaines :

- Pour les mesures de dureté inférieures à 10 GPa, on observe que, de façon concomitante, le module de Young se trouve inférieur à 400 GPa. On retrouve en moyenne, pour ce domaine, une dureté de 7 GPa et un module d'Young de 333 GPa, ce qui est en accord avec les données de littérature du molybdène ($E = 329$ GPa, $H = 5$ GPa).
- Pour des duretés supérieures à 10 GPa, les valeurs de module de Young sont supérieures à 400 GPa. Les valeurs moyennes de cette phase sont de 30,5 GPa de dureté, ce qui correspond à un module de Young de 447 GPa. Ces valeurs se rapprochent des caractéristiques du TiC ($E = 440$ GPa, $H = 30$ GPa).

Néanmoins, ces mesures ont été effectuées sur un matériau triphasé ce qui signifie que les mesures sont obtenues à la fois sur les carbures TiC et $TiC - Mo_{10-15\%}$.



(a) Image en électrons secondaires du Molybdène.

(b) Image en électrons retrodiffusés du TiC.

Figure 2.21 – Clichés MEB de nanoindentations réalisées sur $MoTiC_{30\%}$ triphasé.

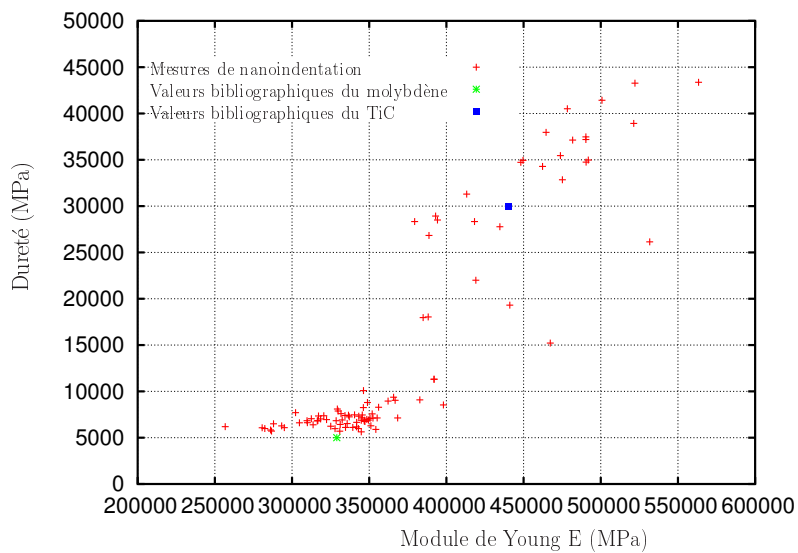


Figure 2.22 – Valeurs obtenues par nanoindentation sur $MoTiC_{30\%}$ triphasé.

Pour s'affranchir de ce problème, des tests de nanoindentation (50 mesures) ont été réalisés sur un échantillon recuit pendant 20 h à 1800 °C. Ce traitement thermique ayant permis la réaction et la consommation de toute la phase TiC, la microstructure résultante est biphasée (Mo , $TiC - Mo_{10-15\%}$) comme le montre la figure 2.23.

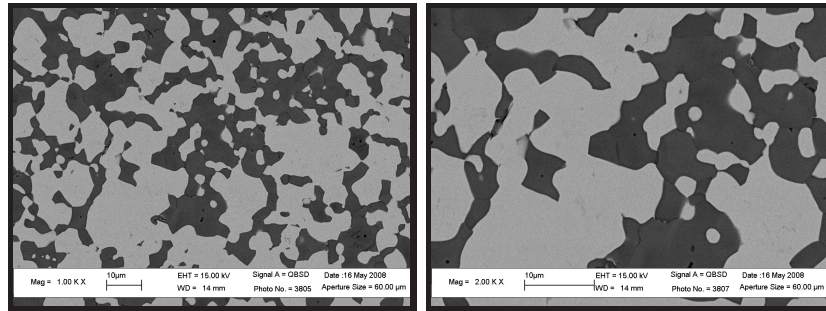


Figure 2.23 – Clichés MEB en électrons retrodiffusés de la microstructure biphasée de $Mo - TiC_{30\%}$ recuit, pendant 20 h à 1800 °C.

Les essais de nanodureté réalisés sur ce composite (figure 2.24) présentent aussi un comportement bipolaire avec d'un côté des mesures correspondantes à la phase molybdène ($E = 329$ GPa, $H = 7,5$ GPa) et de l'autre des valeurs très proches des grandeurs obtenues précédemment pour la phase carbure ($E = 444$ GPa, $H = 31$ GPa).

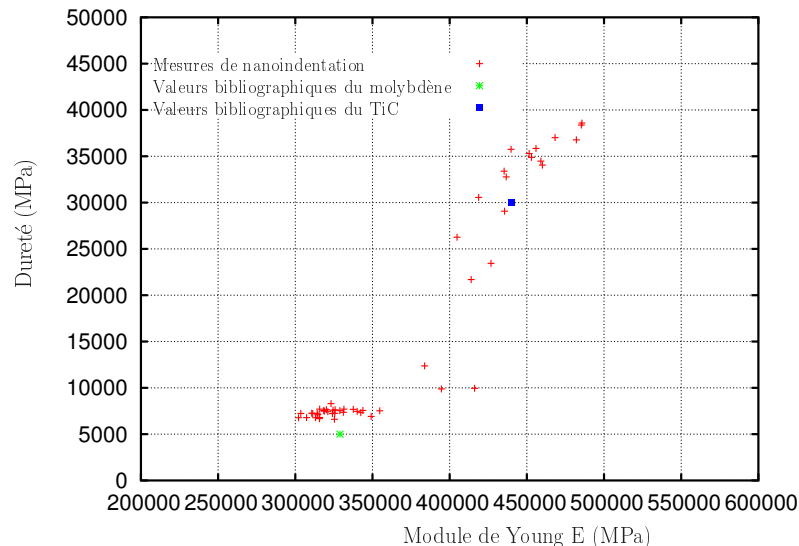


Figure 2.24 – Valeurs obtenues par nanoindentation sur un échantillon biphasé de $Mo - TiC_{30\%}$.

De ces résultats, il est possible de considérer que les deux phases carbures (TiC et phase carbure mixte) ont sensiblement le même comportement élastique.

2.2.1.3 Calcul du module de Young du composite - Bornes de Voigt et Reuss

Le modèle le plus simple pour calculer le module d'un composite est de considérer un matériau composé de fibres longues (avec une fraction volumique f) dans une matrice infinie, l'ensemble étant sollicité dans le sens longitudinal puis transversal. Dans le sens longitudinal :

$$\varepsilon_{1C} = \varepsilon_{1I} = \frac{\sigma_{1I}}{E_I} = \varepsilon_{1M} = \frac{\sigma_{1M}}{E_M}$$

où C se réfère au composite, I à l'inclusion et M à la matrice. La contrainte du composite (suivant la direction 1) peut être exprimée en fonction de la contribution de chaque phase par une loi des mélanges :

$$\sigma_{1C} = (1 - f)\sigma_{1M} + f\sigma_{1I}$$

Le module de Young du composite peut alors être écrit :

$$E_{1C} = (1 - f)E_M + fE_I \quad (2.1)$$

Cette "loi des mélanges" indique que la rigidité du composite est simplement une moyenne pondérée entre le module des deux composants, variant selon la fraction volumique du renfort. Ce modèle correspond au "modèle de Voigt".

Si le composite est sollicité dans la direction transversale, et en considérant que $\nu_1 = \nu_2$:

$$\sigma_{2C} = \sigma_{2I} = \varepsilon_{2I}E_I = \sigma_{2M} = \varepsilon_{2M}E_M$$

Les déformations des phases peuvent être exprimées en fonction de la contrainte appliquée. La déformation du composite complet s'écrit alors :

$$\varepsilon_{2C} = (1 - f)\varepsilon_{2M} + f\varepsilon_{2I}$$

Le Module de Young du composite s'exprime suivant 2.2 :

$$E_{2C} = \left[\frac{f}{E_I} + \frac{(1 - f)}{E_M} \right]^{-1} \quad (2.2)$$

Ce calcul correspond au "modèle de Reuss".

Les bornes de Voigt et Reuss correspondent aux hypothèses suivantes :

- la déformation macroscopique est la somme des déformations dans les phases ;
- la contrainte macroscopique est la somme des contraintes dans les phases.

Dans tous les cas, les contraintes ou les déformations locales sont homogènes par phase. Il est connu que la réalité se trouve entre ces bornes. Les approches phénoménologiques tentent de prendre en compte ceci par combinaison des modèles de base de Voigt et Reuss.

Plusieurs expressions empiriques et semi-empiriques ont été suggérées, dont celle de Halpin et Tsai [104]. Leur analyse permet de prédire le module longitudinal d'un composite renforcé par des fibres courtes alignées. Dans ce cas, la rigidité s'exprime ainsi :

$$E_{2C} = \frac{E_M(1 + \xi\eta f)}{(1 - \eta f)} \text{ avec } \eta = \frac{\left(\frac{E_f}{E_M} - 1\right)}{\left(\frac{E_f}{E_M} + \xi\right)} \quad (2.3)$$

ξ est un paramètre ajustable, mais sa valeur est généralement de l'ordre de 1.

La comparaison de ces différents modèles appliqués au composite pour prédire le module de Young est présentée sur la figure 2.25.

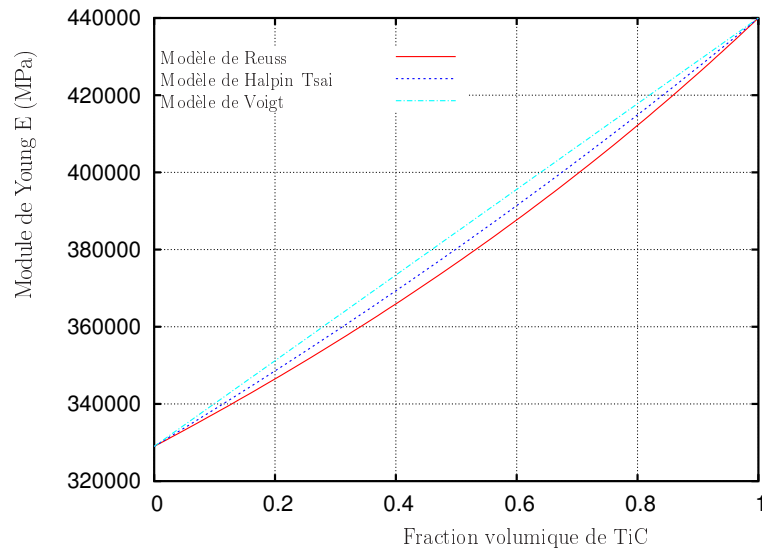


Figure 2.25 – Prédiction de l'évolution du module de Young du composite en fonction de la fraction volumique de TiC.

2.2.2 Comportement du matériau en compression

2.2.2.1 Éprouvettes et conditions expérimentales

Les éprouvettes utilisées sont de géométrie cylindrique ($\phi_0 = 12 \text{ mm}$) et de hauteur $L_0 = 18 \text{ mm}$. Les essais de compression ont été réalisés sur une machine de type MTS, dont la cellule d'effort a une capacité de 500 kN. La déformation de l'éprouvette a été mesurée à partir du déplacement de la traverse de la machine.

Les essais ont été pilotés en déplacement de traverse, à une vitesse de déformation d'environ $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Un large domaine de température a été exploré : 25, 150, 300, 500 et 700 °C. Tous ces essais sont réalisés sur les deux matériaux : molybdène et composite Mo-TiC.

Afin de mieux comprendre l'interaction entre les phases sur les mécanismes de déformation, le comportement en compression de la phase molybdène a été étudié

en fonction de la température. Les essais menés sur le molybdène ont été réalisés sur des échantillons provenant d'une barre commerciale (Goodfellow). Nous avons vérifié par diffraction des neutrons que sa texture était faible (figure 2.26) donc proche de celle du molybdène utilisé pour l'élaboration du composite. Cette étude a été conduite au laboratoire Léon Brillouin sur un diffractomètre à flux de neutrons (6T1).

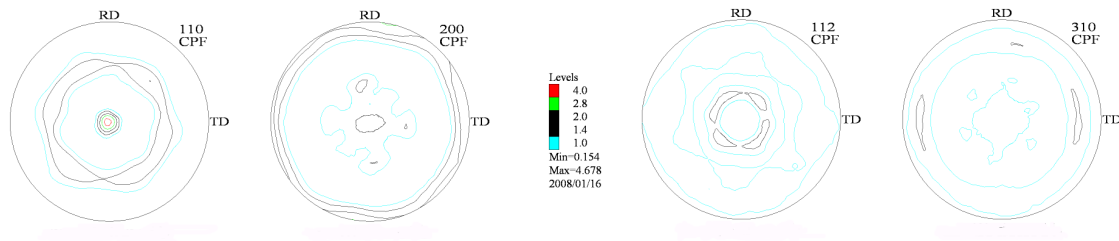


Figure 2.26 – Texture du molybdène commercial (Goodfellow) obtenue par diffraction des neutrons

Ne disposant pas de TiC pur, nous avons étudié les composites présentant différentes proportions de phases. Néanmoins, les essais de flexion 4 points effectués par le CEA sur le TiC ont été reportés dans cette partie.

2.2.2.2 Résultats et discussions des essais de compression

Les courbes rationnelles obtenues lors d'essais de compression sur le molybdène à différentes températures sont présentées sur la figure 2.27.

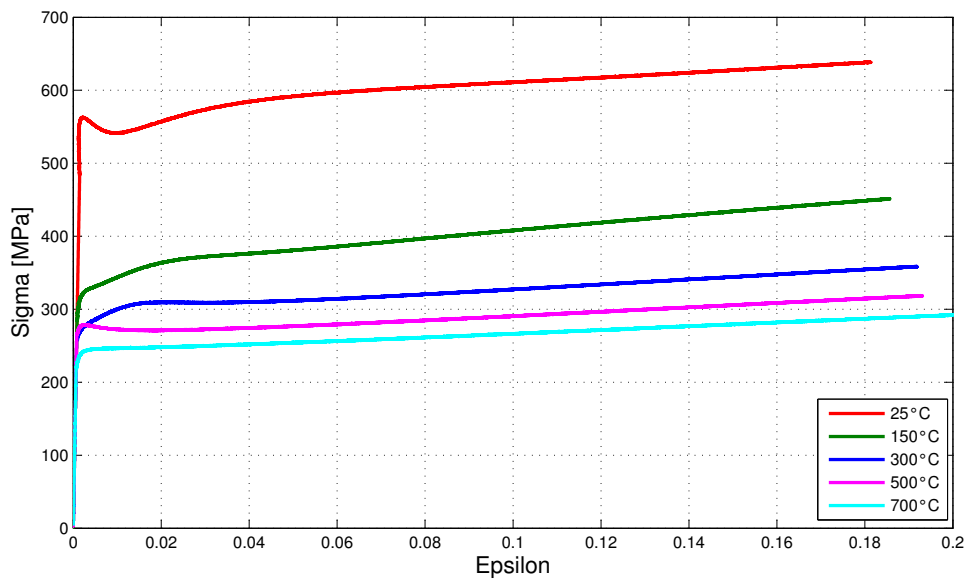


Figure 2.27 – Courbes de compression du molybdène à 25, 150, 300, 500 et 700 °C

Ces courbes de compression montrent l'absence d'évolution du module d'écroutissage du molybdène en fonction de la température. On constate l'apparition d'un pic suivi d'un palier en début de courbe, d'autant plus marqué que la température est faible. Il s'agit de paliers de Lüders correspondant à un phénomène d'ancrage/désancrage des dislocations en début de plasticité.

La figure 2.28 présente les essais de compression réalisés à 25 °C sur trois des nuances du composite et sur un échantillon de molybdène pur.

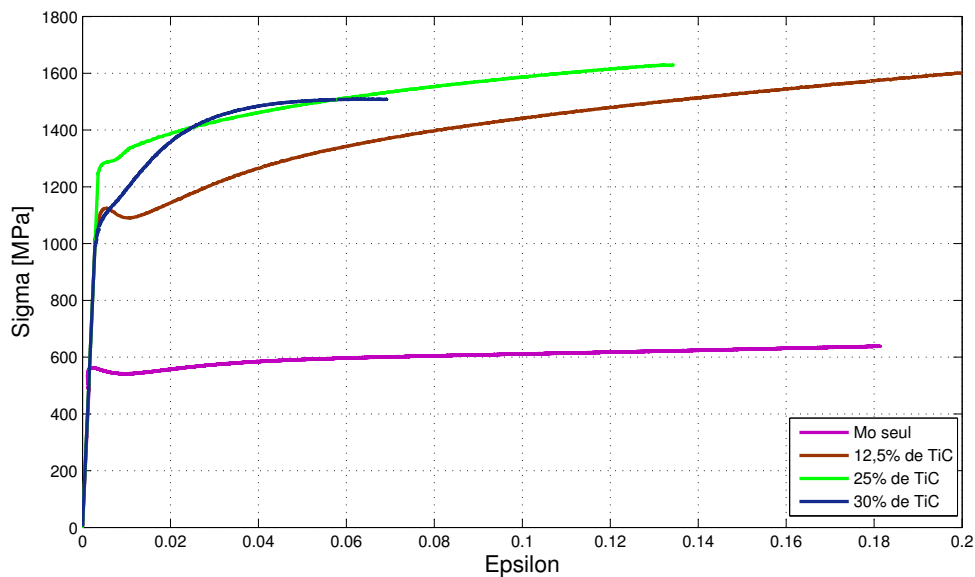


Figure 2.28 – Courbes de compression obtenues pour différentes nuances de composite (0 %, 12,5 %, 25 %, et 30 % de TiC) à T=25 °C

Ces mesures montrent que l'augmentation du taux de TiC au sein du matériau provoque l'augmentation de la contrainte maximale ainsi qu'une diminution de la déformation à rupture. Le palier de Lüders présent sur la courbe de compression du molybdène disparaît complètement sur la courbe du $MoTiC_{30\%}$.

Les courbes rationnelles du composite $MoTiC_{30\%}$, sollicité en compression et mené jusqu'à rupture, sont données sur la figure 2.29 pour différentes températures.

Les courbes présentent trois domaines de déformation :

- un domaine élastique ;
- un domaine de micro-plasticité ($\varepsilon < 0,05$) où l'on observe un écroutissage linéaire fort ;
- un domaine où l'écroutissage redevient parabolique suivi d'un plateau.

Les tailles de ces domaines dépendent de la température. La comparaison des courbes de compression du molybdène et du composite, suggère plusieurs hypothèses :

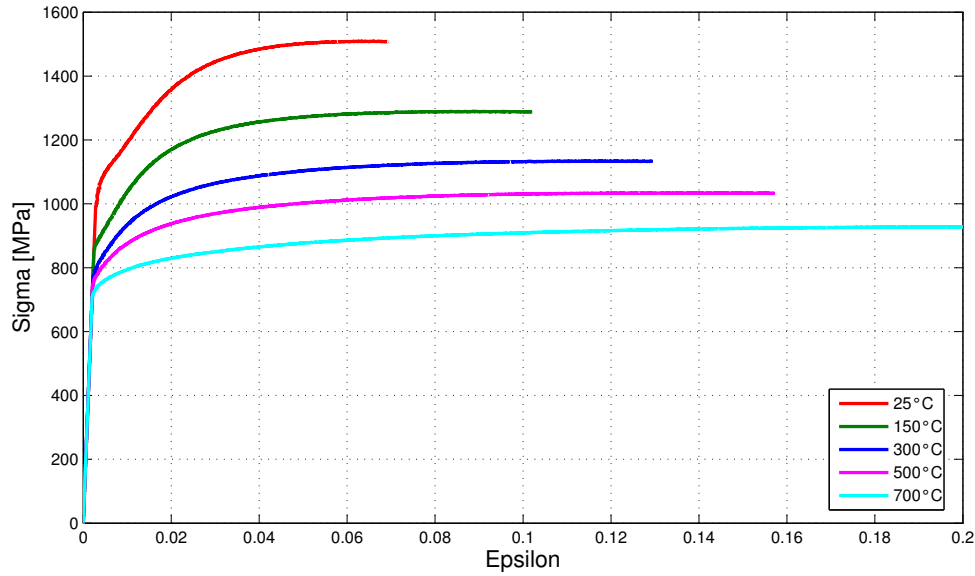


Figure 2.29 – Courbes de compression du composite $MoTiC_{30\%}$ à 25, 150, 300, 500 et 700 °C

- L'entrée en plasticité du composite correspond à la rupture des ponts du squelette de carbure. Il n'y a plus percolation : le composite se comporte comme une matrice métallique avec des inclusions et les contraintes internes sont, en général, très importantes (ces contraintes seront calculées dans le chapitre 5). L'écroutissage linéaire observé pour des déformations inférieures à 0,05 suggère que l'écroutissage cinématique est dominant par rapport à l'écroutissage isotrope. La variable d'écroutissage est donnée par :

$$dX_{11} = C d\epsilon_{11}^p$$

La pente d'écroutissage, donc la valeur de C , déduite des courbes de compression varie faiblement avec la température et disparaît pour $T > 500$ °C. On obtient :

pour $T=25^\circ\text{C}$, $C= 17\,369\text{MPa}$

pour $T=150^\circ\text{C}$, $C= 20\,574\text{MPa}$

pour $T=300^\circ\text{C}$, $C= 19\,020\text{MPa}$

En fait, le problème semble plus complexe car les inclusions commencent probablement à s'endommager.

- Après un court stade parabolique, la pente d'écroutissage diminue, la rupture intervient avant la saturation. La valeur faible de la pente traduit un fort endommagement, ce qui signifie que la différence entre contraintes internes dans les phases σ_{11}^{phase} et la contrainte appliquée σ_{11} diminue.

Afin de quantifier l'effet de la température sur l'écroutissage, à vitesse de déforma-

tion constante, une loi de comportement plastique macroscopique de type Hollomon a été identifiée à partir des courbes de compression :

$$\sigma_{mises}^{macro} = K(\varepsilon_{eq}^{p\ macro})^n$$

Les paramètres K et n ont été identifiés pour le molybdène et le $MoTiC_{30\%}$ (figures 2.30 et 2.31). Les paliers de Lüders ne sont pas considérés.

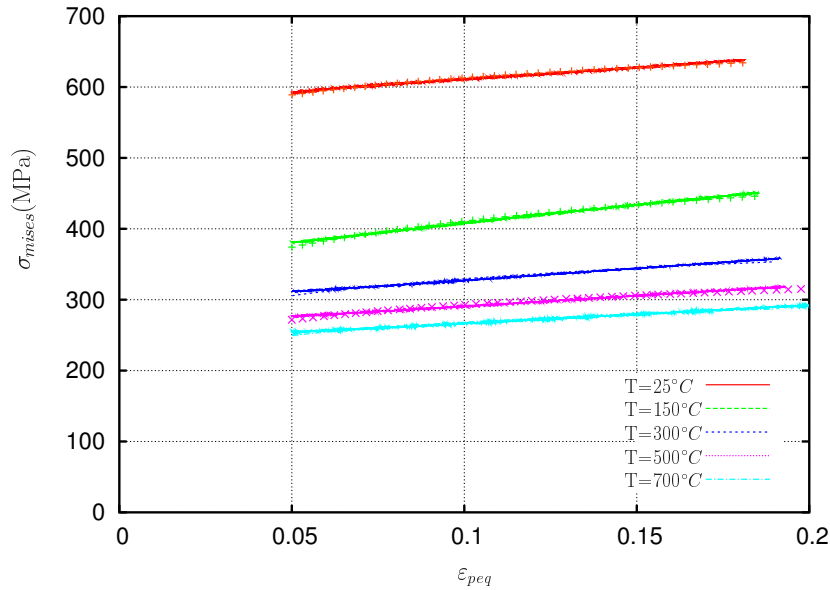


Figure 2.30 – Identification des paramètres K et n de la loi Hollomon à partir des courbes de compression pour le molybdène.

Le tableau 2.5 récapitule l'évolution des valeurs de K et n en fonction de la température pour le molybdène et le composite.

Tableau 2.5 – Évolution du coefficient d'écroissage n en fonction de la température (molybdène et composite $MoTiC_{30\%}$).

Température (°C)	Paramètre K		Exposant n	
	Molybdène	$MoTiC_{30\%}$	Molybdène	$MoTiC_{30\%}$
25	700	1592	0,0677	0,0688
150	560	1447	0,1049	0,0466
300	423	1255	0,109	0,0458
500	375	1121	0,1082	0,0393
700	341	1010	0,1046	0,0478

Si le paramètre K n'a pas de signification physique particulière, l'exposant n caractérise la déformation plastique à striction en traction. Cet exposant est en moyenne plus élevé pour le molybdène que pour le composite, sauf à 25 °C.

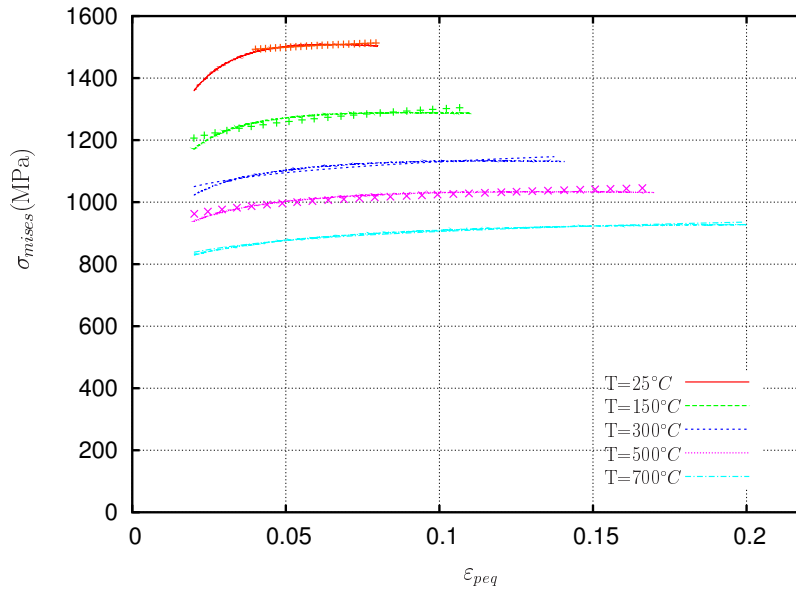


Figure 2.31 – Identification des paramètres K et n de la loi Hollomon à partir des courbes de compression sur le composite $MoTiC_{30\%}$

L'évolution du module d'érouissage θ , pour un niveau de déformation macroscopique ε_{eq} donné, se déduit des valeurs de K et n par la relation :

$$\theta = Kn(\varepsilon_{eq}^p)^{n-1}$$

Dans le molybdène et dans le composite, on constate que le module d'érouissage θ diminue lorsque ε_{eq} augmente (tableau 2.6). De plus, les valeurs de θ sont d'autant plus faibles que la température est élevée et cela dans les deux matériaux étudiés. Dans l'ensemble, les valeurs d'érouissage du composite sont supérieures à celles du molybdène.

Tableau 2.6 – Évolution du module d'érouissage calculé à partir de K et n en fonction de T et ε_{eq} dans le molybdène et le composite $MoTiC_{30\%}$

Température (°C)	Molybdène		$MoTiC_{30\%}$	
	$\varepsilon_{eq} = 5\%$	$\varepsilon_{eq} = 10\%$	$\varepsilon_{eq} = 5\%$	$\varepsilon_{eq} = 10\%$
25	773	405	1782	934
150	858	461	1172	605
300	666	359	1002	527
500	587	316	783	402
700	522	280	836	432

Ces résultats sont en accord avec l'hypothèse que le TiC garde un comportement quasi-élastique jusqu'à 700 °C, l'accommodation plastique du composite s'effectuant dans la matrice molybdène qui durcit fortement du fait des interactions entre systèmes de glissement.

Si, pour $T < 300$ °C, la limite d'élasticité et le module d'écroutissage sont fortement dépendants de la température, ces valeurs restent assez proches à 300, 500 et 700 °C. Ce phénomène peut traduire dans le molybdène une transition de comportement 'basse'/'haute' température. Celle-ci sera traitée dans le chapitre 3.

2.2.3 Comportement mécanique du TiC

Nous résumons, dans ce paragraphe, les essais effectués au laboratoire SRMA du CEA Saclay par Le Flem *et al.* [105], sur le comportement et la rupture du TiC. Ce matériau est identique à celui entrant dans la composition des composites étudiés. Trente éprouvettes ont été testées, afin d'obtenir une analyse statistique satisfaisante. Le dispositif d'essai de flexion 4 points est décrit en annexe A.1. Les essais sont normalisés [106].

Les mesures donnent une contrainte à rupture de 530,2 MPa avec un écart-type de 30,5 MPa.

Pour chaque essai, les résultats font l'objet d'une analyse statistique selon une fonction de répartition de type "Weibull à deux paramètres" :

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_u} \right)^m \right] \quad (2.4)$$

où P_f est la probabilité de rupture, σ_f la contrainte de rupture expérimentale, et σ_u et m sont deux paramètres à identifier. L'ajustement de la fonction de type "Weibull à deux paramètres" donne les valeurs du couple (m, σ_u) . Ils correspondent respectivement à la mesure de la dispersion et de la contrainte moyenne à rupture. L'ajustement de la fonction de répartition de Weibull suivant la méthode du maximum de vraisemblance donne les valeurs de (m, σ_u) respectivement égales à 19,5 et à 544 MPa pour la contrainte moyenne à rupture. La figure 2.32 présente l'ajustement de la fonction de répartition de Weibull.

La figure 2.33 montre un excellent accord entre la courbe de Weibull et la répartition des points expérimentaux. En effet, la quasi-totalité des points se situent dans l'intervalle de confiance à 95 %.

Les observations au MEB, réalisées au CEA et menées post-mortem sur les faciès de rupture de quelques éprouvettes, sont données figure 2.34. Le TiC présente un mode de rupture mixte.

D'une part, le clivage met à nu la porosité intragranulaire sphérique et fait apparaître des rivières à l'intérieur des grains et, d'autre part, la décohésion intragranulaire révèle des zones à grains facettés. Une analyse d'image en plusieurs endroits du faciès de rupture, a permis d'estimer la proportion de rupture intra- et intergranulaire à 40/60, ce qui suggère qu'il n'y a pas de mode de rupture privilégié.

Il apparaît, dans ces conditions, impossible de conclure sur un mode de rupture par clivage suivant un plan privilégié. Ce résultat sera important pour nos

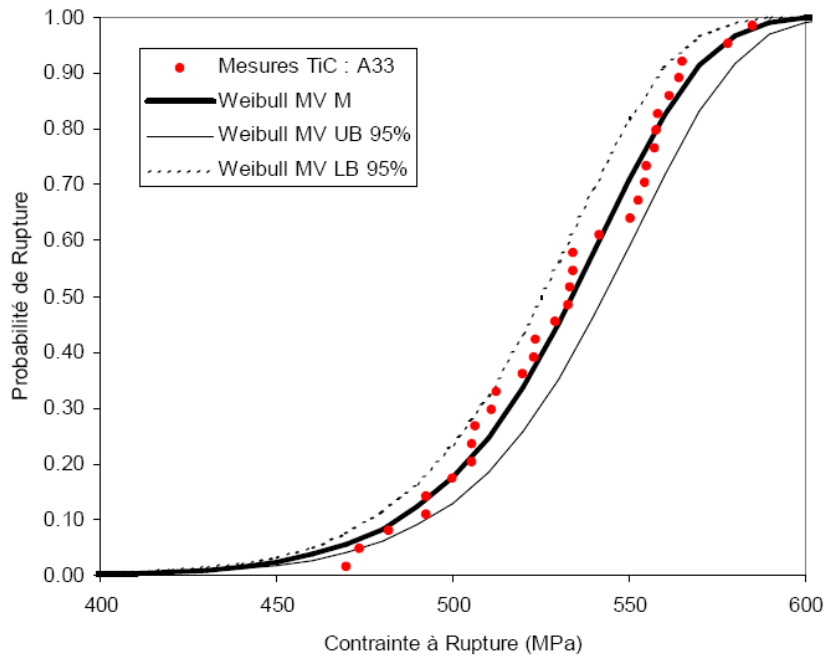


Figure 2.32 – Ajustement de la fonction de répartition de Weibull à 2 paramètres pour le TiC seul.

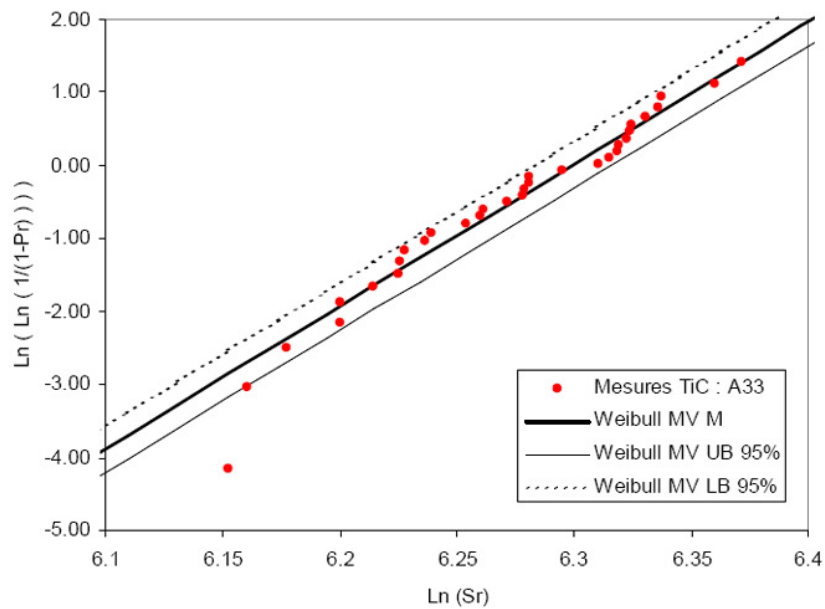


Figure 2.33 – Diagramme de Weibull pour le TiC seul.

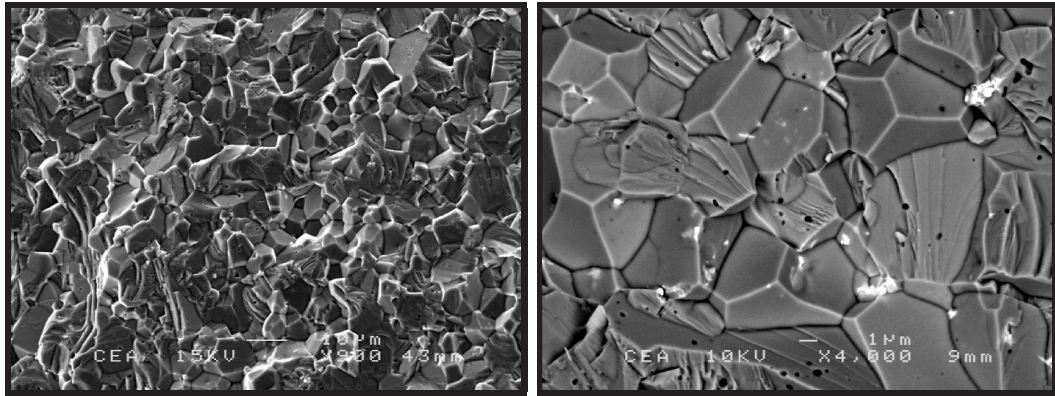


Figure 2.34 – Faciès de rupture du TiC après essais de flexion 4 points.

simulations du comportement mécanique et notamment lors du choix du critère d'endommagement.

Conclusion

Le matériau étudié, le composite $\text{MoTiC}_{30\%vol.}$, possède une microstructure de type cœur-coquille à trois phases, composée majoritairement d'une matrice de molybdène, renforcée de carbures de titane et d'une phase additionnelle.

Les différentes analyses ont permis de comprendre le mécanisme de formation de la phase additionnelle et d'accéder à sa composition chimique $\text{TiC} - \text{Mo}_{10-15\%at.}$. Les observations expérimentales complémentaires mettent en avant un phénomène de recristallisation du molybdène et de réarrangement du TiC lors de l'étape de mise en forme. Enfin, la caractérisation effectuée sur cette phase permet d'effectuer un rapprochement entre son comportement mécanique et celui du TiC : même structure cristalline (cfc), dureté semblable.

Une représentation en 3 dimensions du matériau, par tomographie X, a révélé que la répartition des carbures présentait une percolation au sein de la structure ; celle-ci pouvant, dès lors, être schématisée par une mousse de carbures dans une matrice de molybdène. Ceci vient expliquer le fait que le taux de carbure de titane joue un rôle très important dans le comportement du composite, notamment avec un changement mécanique caractéristique pour 30 % volumique.

Les essais de compression montrent un fort effet de la température sur la limite d'élasticité du molybdène. Les deux constituants principaux, molybdène et carbure de titane, possèdent des comportements mécaniques très différents. Alors, que la céramique reste élastique dans la gamme de température étudiée, le molybdène présente une déformation plastique importante.

Le composite présente deux stades de plasticité :

- un écrouissage cinématique linéaire, qui se manifeste après la rupture des ponts du squelette de TiC et correspond à une matrice molybdène contenant des inclusions ;*
 - un écrouissage, qui dépend à la fois de l'endommagement des inclusions, de la déformation plastique de la matrice molybdène et de la température.*
-

Chapitre 3

Caractérisation du comportement thermiquement activé

Sommaire

2.1	Caractérisation microstructurale	36
2.1.1	Caractéristiques des carbures de titane et du molybdène . . .	36
2.1.2	Mise en forme du composite	38
2.1.3	Microstructure du composite	39
2.1.4	Étude de la phase carbure mixte	44
2.2	Caractérisation mécanique	51
2.2.1	Mesure de module de Young	51
2.2.2	Comportement du matériau en compression	56
2.2.3	Comportement mécanique du TiC	62

Les essais de compression sur le composite $MoTiC_{30\%}$ ont mis en évidence un changement de comportement vers $T_a=300$ °C. En dessous de cette température, le comportement du composite dépend fortement de la température, alors qu'au-dessus, cette dépendance est plus faible. Ce phénomène est très proche, bien que moins marqué, de celui observé sur les courbes de compression du molybdène. Nous en avons donc conclu que le molybdène, qui est la phase majoritaire du composite, présentait un comportement activé thermiquement.

L'objectif de ce chapitre est de caractériser les comportements thermiquement activés du molybdène et du composite.

Les changements de mécanismes se manifestant en surface des éprouvettes par des lignes de glissement, des décohésions, etc., des essais de traction jusqu'à rupture sur le molybdène et le composite ont été effectués sur une mini-machine de traction. En effet, la compression ne permet pas d'observer les surfaces des échantillons.

Dans un deuxième temps, des essais de sauts de vitesse et de sauts de température en compression nous ont permis de déterminer les énergies d'activation. Enfin, les mécanismes de déformation du molybdène ont été mis en évidence par microscopie électronique à transmission.

3.1 Caractérisation du comportement en traction et des faciès de rupture

La mesure de ce comportement a été réalisée sur une micro-machine de traction/compression de type Fondis. Compte tenu du peu de matériau à notre disposition des micro-éprouvettes ont été réalisées. La méthode expérimentale est décrite en annexe, rappelons que les dimensions utiles des éprouvettes sont $L=8\text{mm}$, $l=3\text{mm}$ et $e=1,5\text{mm}$. Le dimensionnement de la zone utile, compte tenu des contraintes à rupture des composites et de la matrice non renforcée, a été calculé pour obtenir la rupture de l'échantillon.

Dans le domaine de transition des métaux cubiques centrés, la rupture finale des éprouvettes va passer du mode fragile à ductile en fonction de la température d'essai. L'étude fractographique menée sur ces éprouvettes de traction vise à identifier les sites d'amorçage et d'établir les mécanismes à l'origine de la rupture afin d'estimer plus précisément la température de transition (T_a).

3.1.1 Comportement du molybdène en traction

Les éprouvettes de traction ont été usinées dans un lopin de molybdène fourni par le CEA Saclay. Ce lopin a été mis en forme par HIP à partir des mêmes poudres commerciales que le composite.

- L'éprouvette déformée à 25 °C se rompt de manière brutale avant striction et présente un faciès de nature exclusivement fragile. Des observations au microscope

optique montrent la présence de décohésions aux joints de grains sur la surface de l'échantillon (figure 3.1).

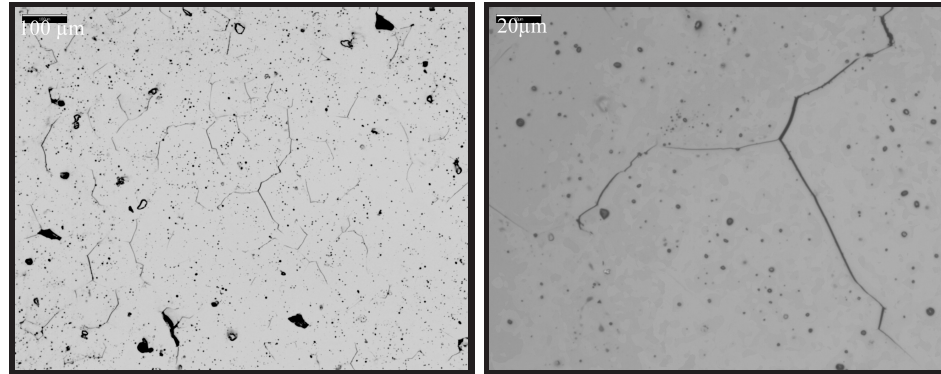


Figure 3.1 – Image au microscope optique de la décohésion aux joints de grains du molybdène à 25 °C.

Cette rupture intergranulaire est observée sur la quasi-totalité du faciès de rupture par microscopie à balayage. Néanmoins, quelques traces de clivage sont observées sur certains grains (figure 3.2).

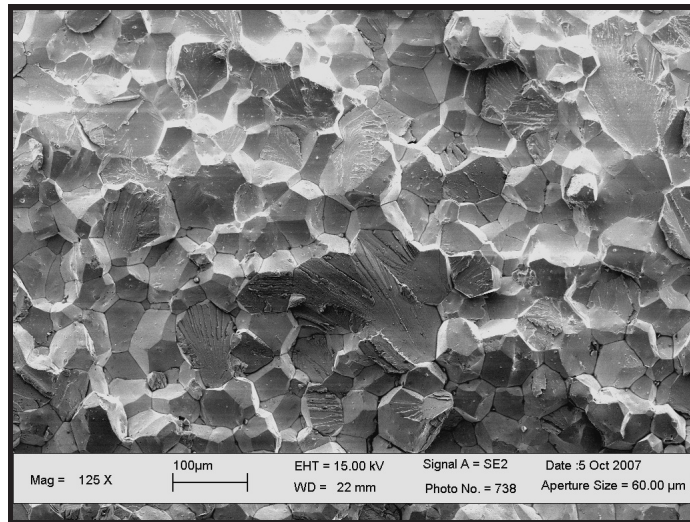
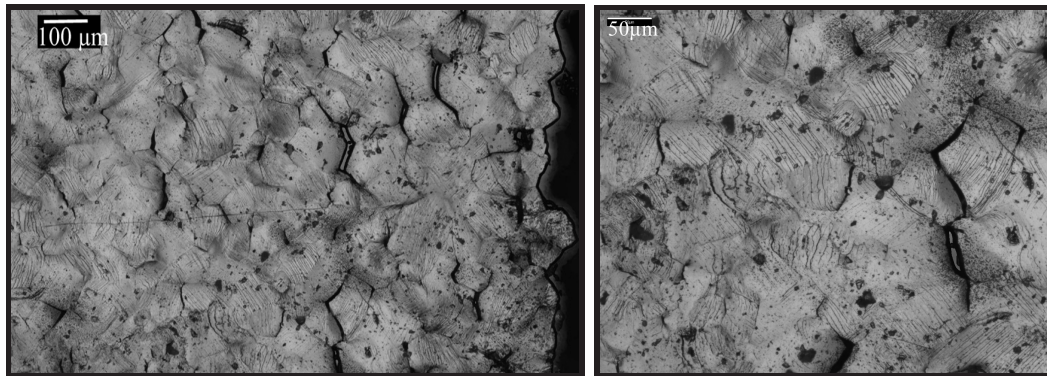


Figure 3.2 – Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de traction du molybdène à 25 °C.

Ce comportement à température ambiante est en accord avec les travaux d'Aritomi [107]. L'origine de ces ruptures intergranulaires est associée à un mécanisme de ségrégation aux joints d'impuretés telles que le carbone, l'oxygène ou encore l'azote.

- L'éprouvette déformée à 200 °C présente en surface des bandes de glissement, ainsi que des décohésions aux joints de grains (figure 3.3). Il convient de remarquer que les bandes de glissement sont rectilignes.



(a) Image au microscope optique de la surface d'une partie de la zone utile de l'éprouvette.

(b) Image au microscope optique des décohésion aux joints de grains et du glissement dans les grains.

Figure 3.3 – Images au microscope optique des modes de déformation du molybdène à 200 °C

L'étude du faciès de rupture révèle un mode de rupture intergranulaire, caractéristique d'une rupture fragile (figure 3.4).

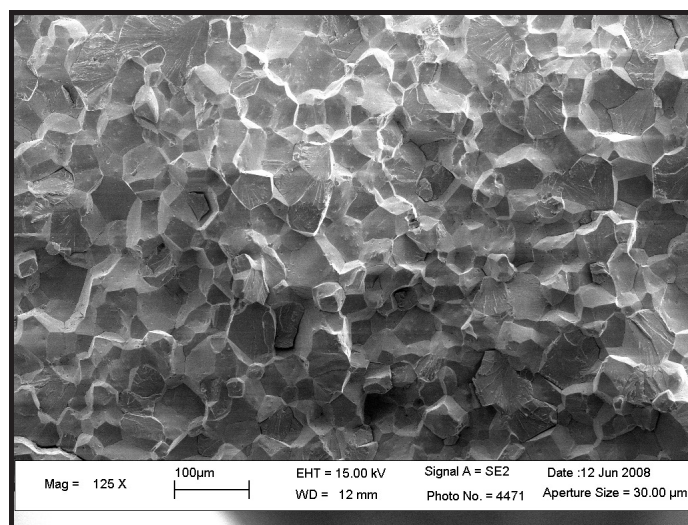


Figure 3.4 – Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette en traction du molybdène à 200 °C.

Ces observations sont caractéristiques d'une transition de comportement du matériau puisque les premiers signes de déformation plastique apparaissent. Cette déformation plastique n'est pas suffisante pour accommoder les contraintes internes et des décohésions sont encore visibles.

- L'éprouvette déformée à 300 °C se rompt après striction et présente des bandes

de glissement sinueses (figure 3.5), caractéristiques des matériaux de structure CC au dessus de la température de transition.

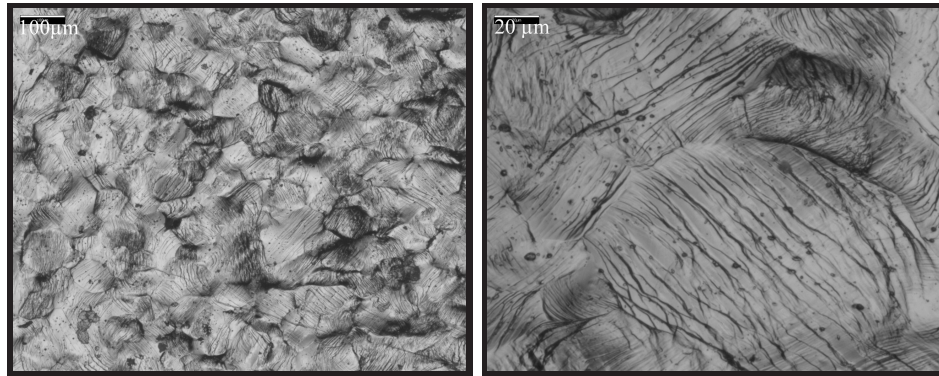


Figure 3.5 – Image au microscope optique du glissement dans les grains de molybdène à 300°C.

Le faciès de rupture est exclusivement constitué de cupules, caractéristiques d'une rupture ductile (figure 3.6).

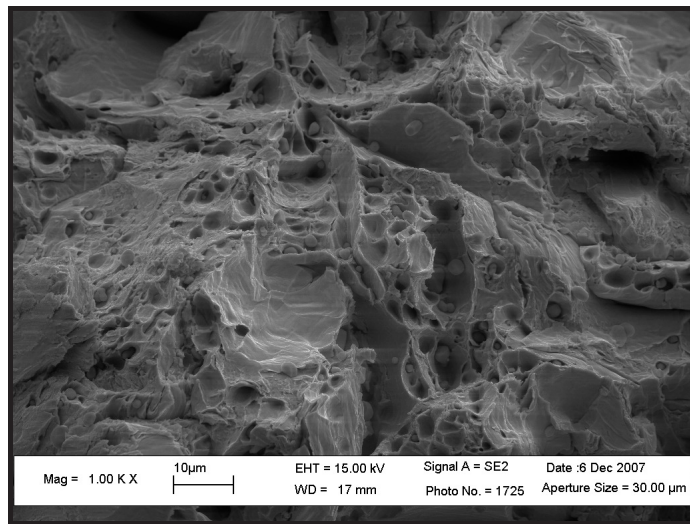


Figure 3.6 – Cliché MEB du faciès de rupture de l'éprouvette en traction du molybdène à 300 °C.

Il apparaît donc, qu'à 300 °C, les contraintes nécessaires à l'activation des systèmes de glissement sont plus faibles que celles nécessaires à la décohésion intergranulaire. Le molybdène présente un comportement ductile au delà de 300 °C.

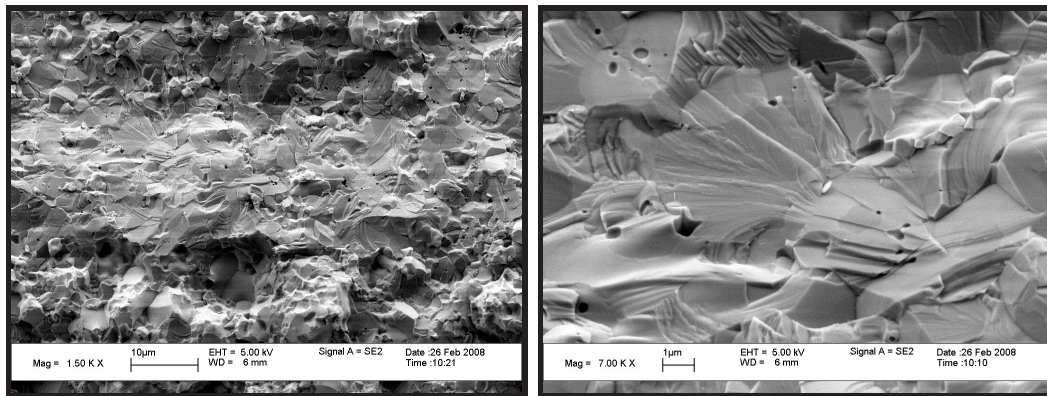
Nous pouvons conclure que la température de transition de comportement du molybdène est comprise entre 200 et 300 °C.

3.1.2 Comportement du composite $MoTiC_{30\%}$ en traction

Les éprouvettes observées lors d'essais à 25 et 300 °C se rompent de manière brutale sans striction. Le faciès de rupture est de nature presque exclusivement fra-

gile et les surfaces ne présentent pas de ligne de glissement ni de décohésion.

- Pour l'éprouvette déformée à 25 °C, l'origine de la rupture a été identifiée. Le site d'amorçage, analysé en EDX, est constitué par un amas ($100 \times 30 \mu m^2$) de particules de TiC d'environ $2 \mu m$ de diamètre (figure 3.7). De nombreuses facettes caractéristiques du clivage ont pu être observées, mais la nature des plans de clivage n'a pu être identifiée.



(a) Site d'amorçage de la rupture

(b) Facettes de clivage

Figure 3.7 – Clichés MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de $MoTiC_{30\%}$ à 25 °C.

- À 300 °C, le faciès de rupture est complexe : le TiC présente une rupture fragile alors que le molybdène présente une rupture mixte (intergranulaire et ductile avec présence de cupules) (figure 3.8). Les sites d'amorçage n'ont pas pu être identifiés.

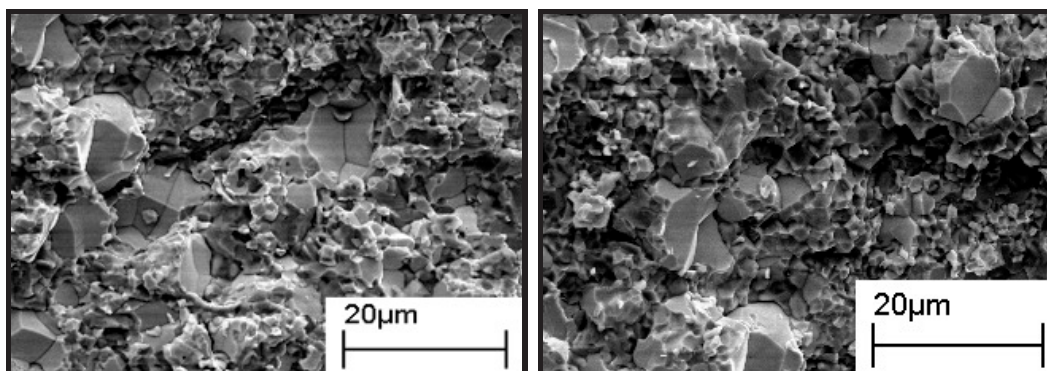


Figure 3.8 – Clichés MEB du faciès de rupture de l'éprouvette de $MoTiC_{30\%}$ à 300 °C.

Cette étude a mis en évidence une transition de comportement du molybdène entre 200 et 300 °C. La décohésion intergranulaire disparaît et le glissement plastique

dans les grains devient prépondérant. Dans le composite, le TiC reste fragile quelle que soit la température, tandis que le molybdène est ductile.

3.2 Caractérisation du comportement thermiquement activé

3.2.1 Essais de sauts de vitesse en compression

L'objectif de cette partie consiste à mesurer l'effet de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement du matériau, et cela à différentes températures. La mesure du volume d'activation, noté V^* , permet de quantifier cet effet.

3.2.1.1 Courbes de sauts de vitesse

Les courbes contrainte *vs* déformation rationnelles obtenues sur le molybdène (figure 3.9) montrent que l'amplitude des sauts de contrainte $\Delta\sigma$ est d'autant plus grande que la température est faible.

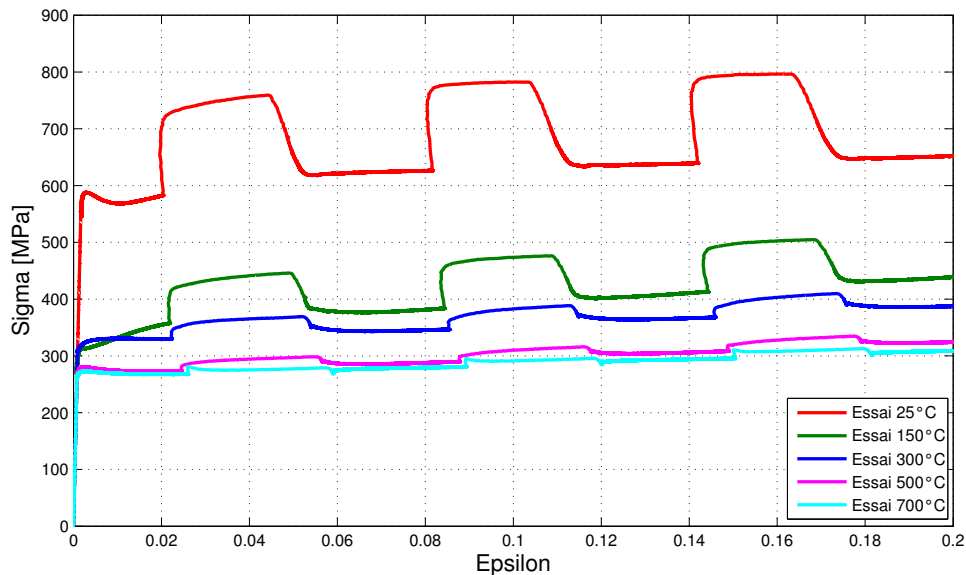


Figure 3.9 – Molybdène : Courbes de sauts de vitesse σ *vs* ε pour $d\varepsilon/dt = 5.10^{-2} - 5.10^{-4} s^{-1}$.

Les essais de sauts de vitesse menés sur le composite (figure 3.10) conduisent à des résultats assez similaires.

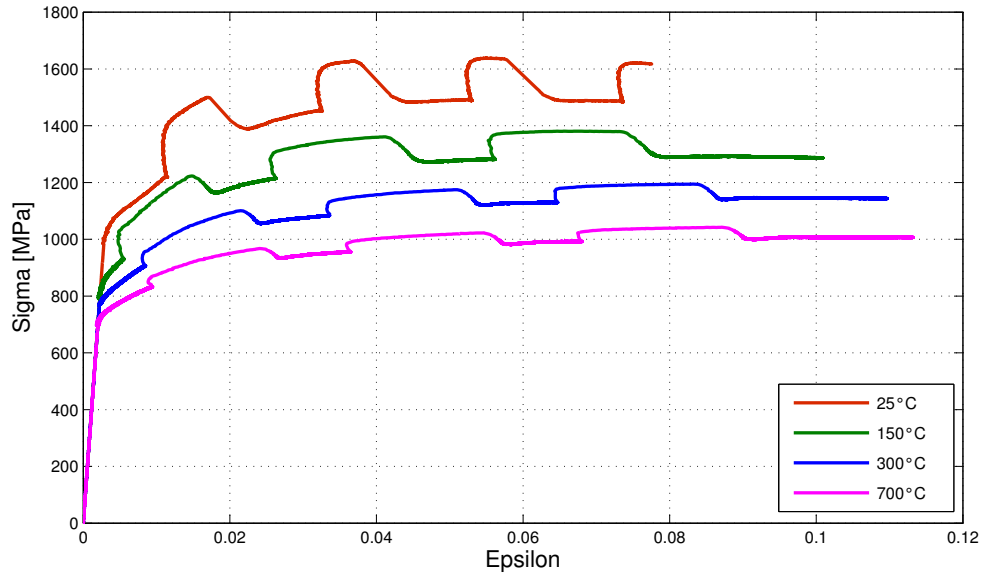


Figure 3.10 – Composite : Courbes de sauts de vitesse σ vs ε pour $d\varepsilon/dt = 5.10^{-2} - 5.10^{-4} s^{-1}$.

Les évolutions des valeurs de $\Delta\sigma$ en fonction de la température sont présentées sur les figures 3.11 et 3.12 pour les deux matériaux.

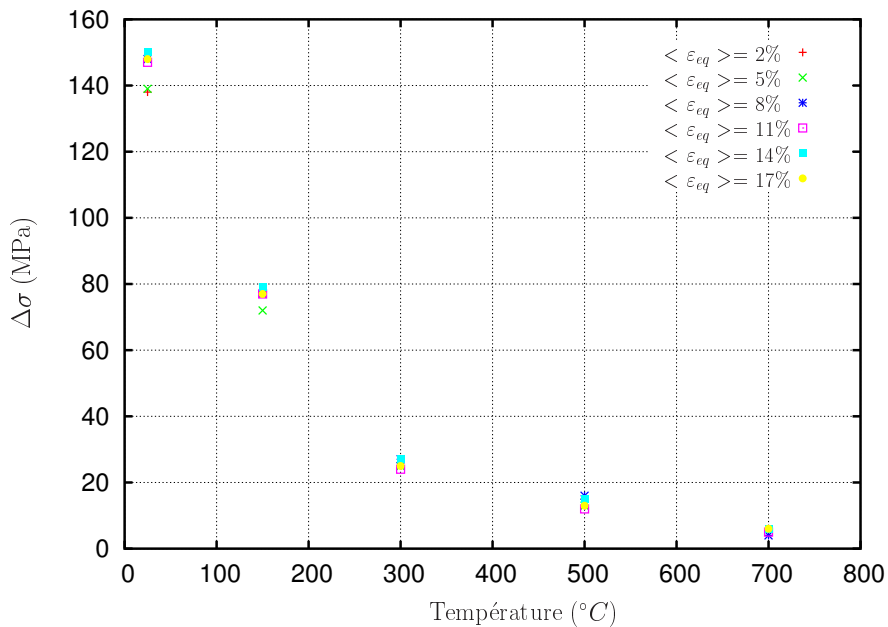
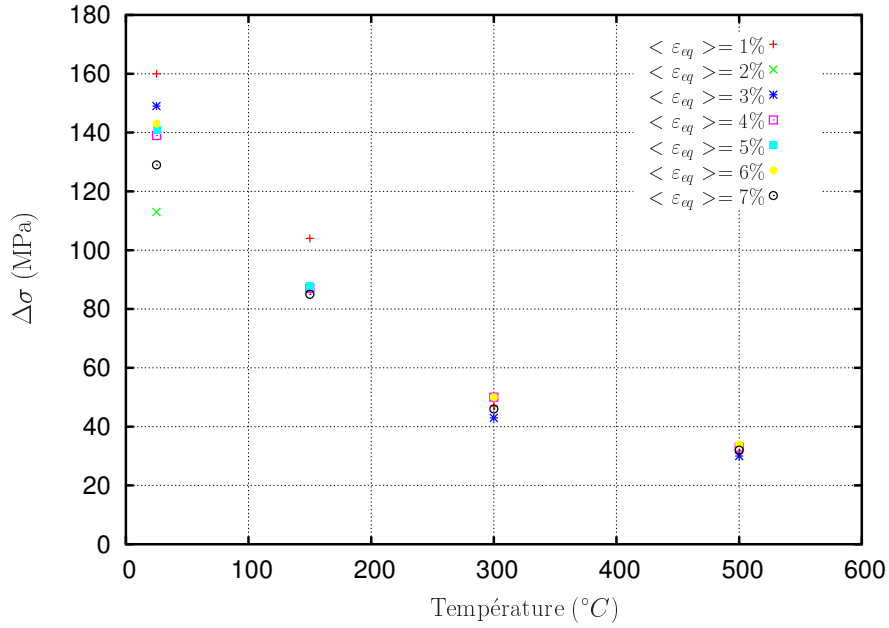


Figure 3.11 – Molybdène : Évolution des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de T .


 Figure 3.12 – $MoTiC_{30\%}$: Évolution des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de T

3.2.1.2 Mesure du volume d'activation V^*

Si l'on considère que la théorie de l'activation thermique s'applique à l'échelle macroscopique [108], il est possible de relier le volume d'activation V^* à l'amplitude des sauts $\Delta\sigma$. Si l'on considère une loi viscoplastique reliant la vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon}^p$ à la contrainte effective σ_{eff} :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left[\frac{-\Delta G(\sigma_{eff})}{k_B T} \right] \text{ avec } \sigma_{eff} = \sigma - \sigma_i$$

avec $\dot{\varepsilon}_0$ la vitesse de référence, ΔG l'énergie libre d'activation associée au mécanisme d'activation thermique considéré, k_B la constante de Boltzmann et T la température. σ est la contrainte d'écoulement et σ_i représente la contrainte engendrée par les interactions à longues distances dues aux dislocations de type forêt et aux précipités. Le volume d'activation se définit comme la dérivée partielle de ΔG par rapport à σ_{eff} :

$$\Delta G = \Delta G_0 - V^* \sigma_{eff}$$

L'expression de la loi d'écoulement pour deux vitesses de déformation plastique $\dot{\varepsilon}_1^p$ et $\dot{\varepsilon}_2^p$ (avec $\dot{\varepsilon}_1^p > \dot{\varepsilon}_2^p$) conduit à une relation faisant intervenir le saut de contraintes $\Delta\sigma = \sigma_{eff}^1 - \sigma_{eff}^2$:

$$\frac{\dot{\varepsilon}_1^p}{\dot{\varepsilon}_2^p} = \exp \left[\frac{V^*(\sigma_{eff}^1 - \sigma_{eff}^2)}{k_B T} \right]$$

On en déduit l'expression du volume d'activation en fonction de $\Delta\sigma$:

$$V^* = \frac{k_B T}{\Delta\sigma} \Delta \ln \dot{\varepsilon}$$

Les valeurs de V^* calculées par cette relation sont données dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 – Comparaison des valeurs de V^* obtenues à différentes températures pour le molybdène et $MoTiC_{30\%}$.

Température (°C)	$V^*(b^3)$	
	Molybdène	$MoTiC_{30\%}$
25	6,45	6,87
150	17,5	15,6
300	70,5	38,5
500	173	75

Les valeurs de V^* mesurées à 25 °C et 150 °C sont peu différentes entre les deux microstructures. La valeur de V^* pour le molybdène à 300 °C est proche de celle du composite à 500 °C. Ces résultats suggèrent que, dans le composite, les mécanismes activés thermiquement proviennent essentiellement de la phase molybdène. Ceci est en accord avec la constatation que la phase TiC reste élastique jusqu'à 500 °C.

Cependant, il convient de garder une certaine prudence lors de la transposition de l'interprétation des résultats expérimentaux macroscopiques à des mécanismes d'activation thermique agissant à l'échelle d'une dislocation. Il est admis [108] que les valeurs de V^* obtenues expérimentalement sont du même ordre de grandeur que celles reliées aux mécanismes considérés à l'échelle microscopique. Le changement d'échelle proposé [109][110][111] consiste à prendre pour valeur de cission effective $\tau_{eff} = \frac{\sigma_{eff}}{2}$, ce qui amène à une relation entre le volume d'activation apparent V^* et le volume d'activation microscopique V_τ^* :

$$V_\tau^* = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}} \right|_{T,\epsilon} \approx -2 \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma_{eff}} \right|_{T,\epsilon} \approx 2V^*$$

En outre, l'amplitude des sauts de contrainte $\Delta\sigma$ n'évoluant pas en cours d'essai les valeurs du V^* sont très peu sensibles à l'évolution de la déformation.

3.2.2 Essais de sauts de température

Les essais de sauts de température ont pour objectif d'appréhender l'effet du taux de déformation sur l'amplitude des sauts de contrainte ainsi que l'évolution de l'érouissage à une température donnée. Les résultats de ces essais, couplés aux données obtenues grâce aux essais de sauts de vitesse, permettent d'accéder au calcul de l'énergie libre d'activation ΔG pour une température fixée.

3.2.2.1 Courbes de sauts de température

Les sauts de température sont réalisés sur les deux matériaux tous les 3 % pour les écarts suivants : 35-150 °C, 150-300 °C, 300-500 °C et 500-700 °C. Le fait d'avoir choisi 35 °C au lieu de 25 °C est guidé par un souci d'uniformiser la température au

sein de l'échantillon. En effet, il est difficile d'obtenir un échantillon à 25 °C après l'avoir chauffé à 150 °C.

Afin d'éviter toute déformation plastique due aux phénomènes de dilatation-contraction lors des transitions entre deux températures, l'éprouvette a été déchargée après chaque saut.

Les courbes contrainte *vs* déformation sont données à toutes les gammes de températures pour le molybdène (figures 3.13, 3.14) et le composite $MoTiC_{30\%}$ (figures 3.15, 3.16). À titre de comparaison, les courbes de compression monotone sont aussi reportées sur ces figures.

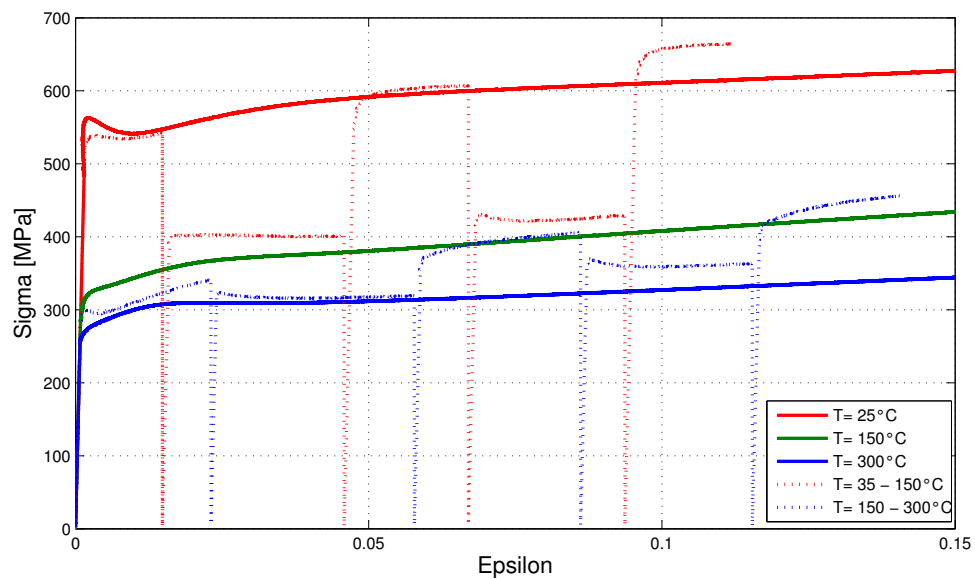


Figure 3.13 – Molybdène : Courbes de sauts de température σ *vs* ε superposées aux courbes de compression monotone à 35, 150 et 300 °C.

L'amplitude des sauts de contrainte est indépendante du niveau de déformation. L'écart entre les valeurs de contrainte obtenues sur les essais de température et les essais monotones reste assez faible (inférieur à 10MPa) sauf pour les hautes déformations où il atteint 20 à 30 MPa.

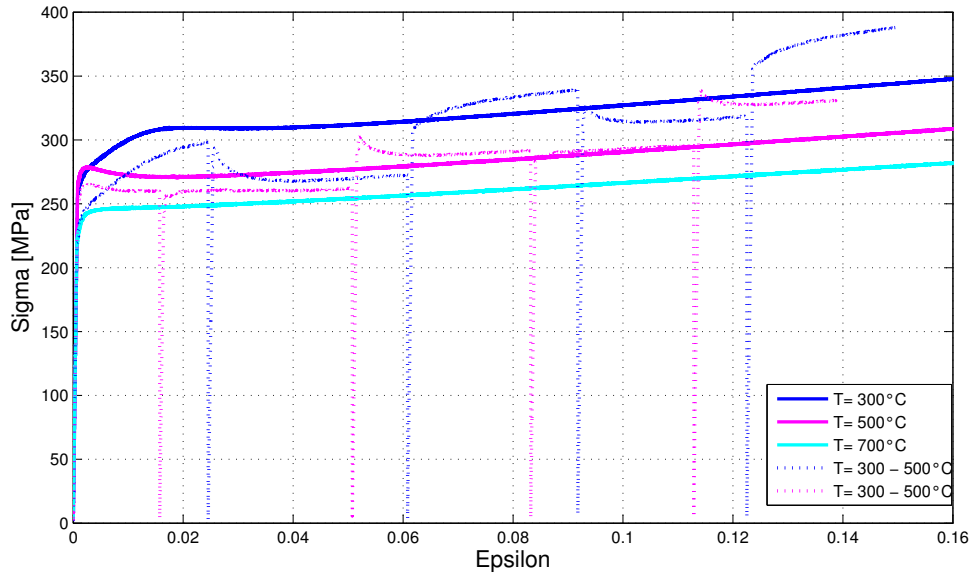


Figure 3.14 – Molybdène : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 300, 500 et 700 °C.

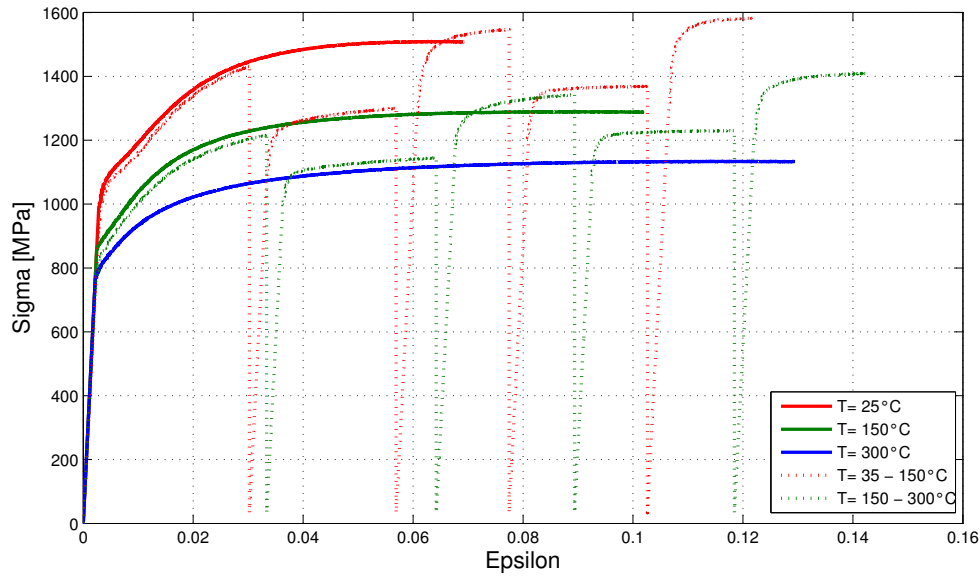


Figure 3.15 – Composite : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 25, 150 et 300 °C.

3.2.2.2 Mesure de l'énergie d'activation apparente ΔG

Lors d'un essai de sauts de température réalisé entre T_1 et T_2 ($T_2 < T_1$), la loi d'écoulement activée thermiquement s'écrit respectivement, pour T_1 et T_2 :

$$\dot{\varepsilon}_1 = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left[\frac{-\Delta G(\sigma_{eff}(T_1))}{k_B T_1} \right] \quad \text{et} \quad \dot{\varepsilon}_2 = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left[\frac{-\Delta G(\sigma_{eff}(T_2))}{k_B T_2} \right]$$

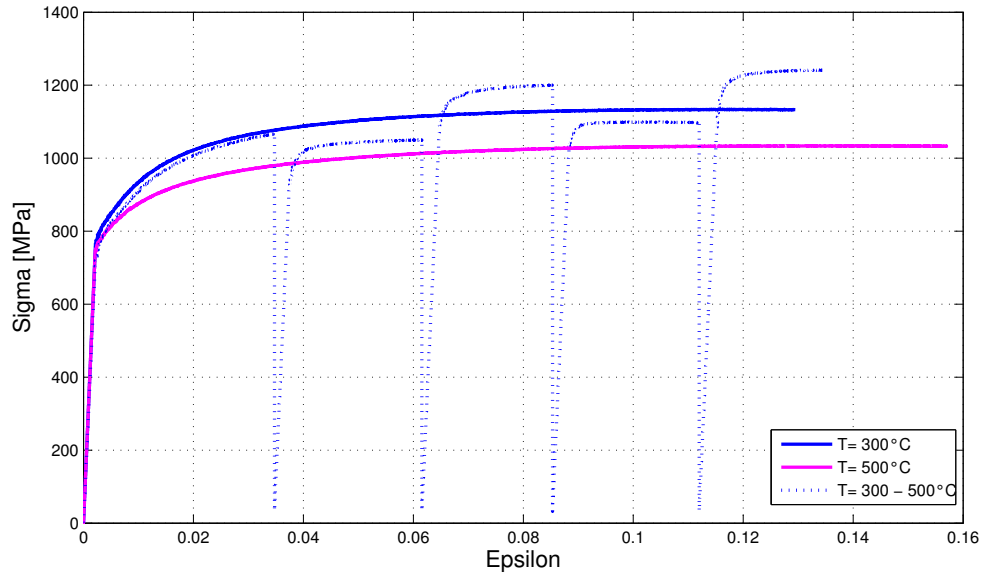


Figure 3.16 – Composite : Courbes de sauts de température σ vs ε superposées aux courbes de compression monotone à 300 et 500 °C.

Lors du saut de température, la vitesse de déformation reste constante, ce qui permet d'écrire $\dot{\varepsilon}_1 = \dot{\varepsilon}_2$:

$$\frac{\Delta G(\sigma_{eff}(T_1))}{T_1} = \frac{\Delta G(\sigma_{eff}(T_2))}{T_2}$$

En réinjectant l'expression de $V^*(T_1)$ déduite des sauts de vitesse, on obtient :

$$\Delta G = KT_1^2 \left(\frac{\Delta \ln \dot{\varepsilon}}{\Delta \sigma} \right) \Big|_T \left(\frac{\Delta \sigma}{\Delta T} \right) \Big|_{\dot{\varepsilon}}$$

Tableau 3.2 – Comparaison des valeurs de ΔG obtenues à différentes températures dans le molybdène et dans le $MoTiC_{30\%}$.

Température (°C)	$\Delta G(eV)$	
	Molybdène	$MoTiC_{30\%}$
25	0,35	0,39
150	0,5	0,75
300	0,97	1,35
500	1,18	

Les énergies d'activation obtenues, pour le molybdène et le composite, sont très comparables, ce qui suggère là encore que les mécanismes d'activation thermique sont assez peu affectés par la phase TiC.

Le formalisme de la loi d'écoulement activée thermiquement implique que, si l'on fixe la vitesse de déformation, la dépendance de ΔG en fonction de la température est linéaire :

$$\Delta G = Ck_B T \text{ avec } C = \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}}\right)$$

L'allure des courbes ΔG en fonction de la température nous permet de vérifier la validité de cette dépendance linéaire, et cela, dans les deux matériaux (figure 3.17).

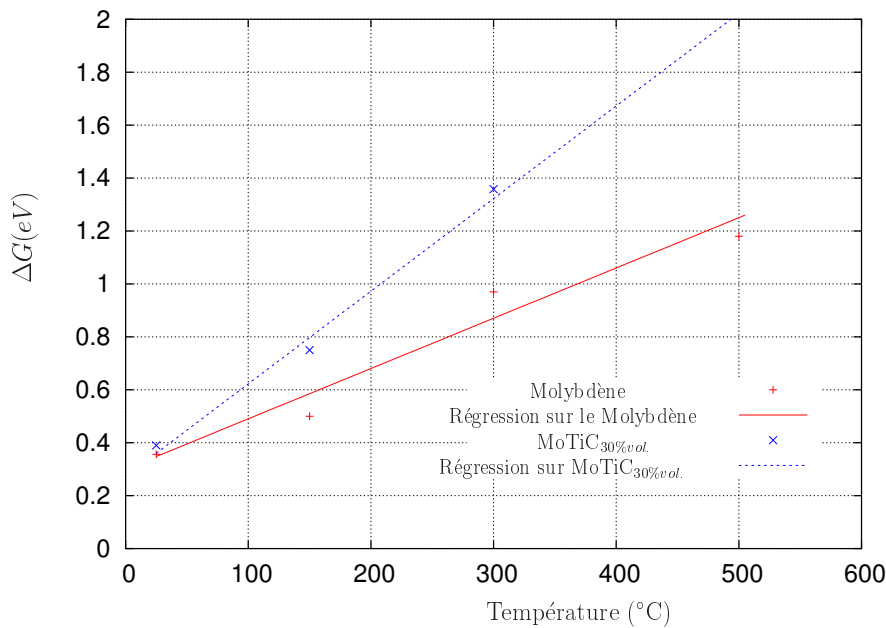


Figure 3.17 – Évolution de ΔG en fonction de T - Comparaison avec la loi $\Delta G = Ck_B T$.

Enfin, la valeur de ΔG à $T = T_a$ doit, par définition, correspondre à ΔG_0 , puisqu'à cette température le franchissement des obstacles se fait à contrainte effective nulle. Si l'on admet que la température de T_a est de l'ordre de 300 °C, alors la valeur de ΔG_0 est d'environ 1eV pour les deux matériaux. Ces valeurs sont en accord avec celles admises dans la littérature [112][113].

3.3 Analyse des modes de déformation

Afin de préciser les mécanismes de déformation plastique du molybdène en fonction de la température, les structures de dislocations obtenues pour différentes déformations et températures ont été étudiées par microscopie électronique à transmission. Auparavant, nous rappellerons les mécanismes de déformation dans les matériaux de structure cubique centrée.

3.3.1 Rappel bibliographique sur les mécanismes élémentaires de déformation des monocristaux de structure cubique centrée

3.3.1.1 Comportement mécanique des métaux cubiques centrés

Influence de la température

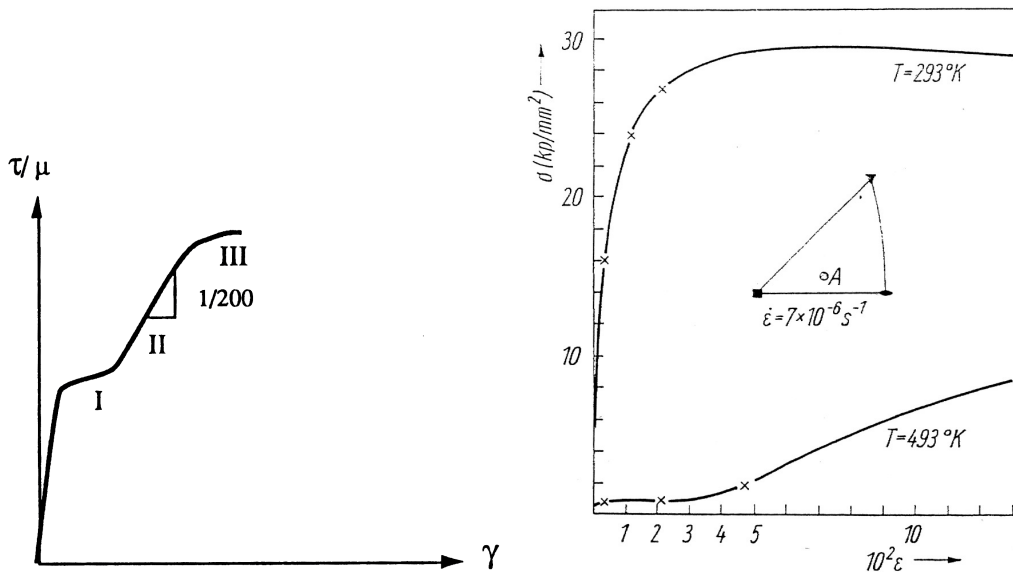
Les métaux CC présentent un comportement mécanique analogue pour les basses températures ($T < 0,10 T_{Fusion}$). Les mécanismes intrinsèques liés à la structure cristalline dépendant de la température et les mécanismes extrinsèques liés aux impuretés sont encore sujets à controverse, compte tenu des nouveaux travaux en dynamique des dislocations.

Dans les monocristaux (figure 3.18), à basse température, un stade préplastique à fort durcissement (stade 0) précède la limite "macroélastique". À plus forte déformation apparaît un stade unique à durcissement faible ou nul. Il a été montré que la limite macroélastique décroît très rapidement lorsque la température s'élève et est très sensible à l'orientation de l'axe des contraintes par rapport à la maille cristalline, ainsi qu'aux impuretés [114]. En particulier, l'addition d'interstitiels ou de substitutionnels peut, dans certains cas, abaisser notablement la limite d'élasticité (adoucissement) alors que, dans d'autres cas, elle est à l'origine d'un durcissement. Ces phénomènes seront abordés ultérieurement.

Au-dessus de la température de transition T_c (températures intermédiaires), le stade 0 disparaît et la limite d'élasticité est d'un ordre de grandeur plus faible qu'à 0 K. De plus, la sensibilité à la température diminue. On retrouve alors, pour des monocristaux orientés en glissement simple et déformés en traction simple, les trois stades usuels de comportement plastique tout à fait typiques des métaux CFC (figure 3.18) :

- Le glissement est activé sur le système soumis à la plus grande cission résolue. Alors que les directions de glissement dans les CC ont clairement été identifiées de type $\langle 111 \rangle$ (directions denses de la maille), plusieurs hypothèses ont été émises sur les plans de glissement. Néanmoins, les conclusions de ces divers travaux [115] [116] [32] convergent vers l'activation de glissement sur les plans $\{110\}, \{112\}$ voire $\{123\}$, même si certains auteurs considèrent ce dernier comme une combinaison des deux autres familles de plans. Le glissement coplanaire ne rencontrant que peu d'obstacles, le taux d'écroutissage reste relativement faible (stade I). La déformation plastique s'accompagne d'une rotation de réseau cristallin et un second système commence à s'activer.
- Les interactions élastiques entre les réseaux de dislocations du système primaire et du système secondaire engendrent une augmentation du taux d'écroutissage (stade II).
- L'annihilation des dislocations de signes opposés et l'apparition du glissement dévié conduisent à une diminution du taux d'écroutissage, typiques du stade III. Plus la température augmente et plus la déformation pour laquelle le troisième

stade apparaît est faible.



(a) Courbe de traction théorique d'un monocristal de structure cubique centrée à haute température.

(b) Courbe de traction d'un monocristal de Molybdène à deux températures.

Figure 3.18 – Description des stades sur les courbes de traction d'un monocristal de structure cubique centrée et du molybdène.

Dans les polycristaux, le premier stade n'est jamais observé du fait des incompatibilités de déformation qui conduisent généralement à l'activation de plusieurs systèmes de glissement.

Enfin, au-delà d'une température T_a (dite de température athermique), la limite d'élasticité devient indépendante de la température.

Les valeurs de T_c trouvées dans la littérature [117][118][119][114] ont été identifiées sur des monocristaux de molybdène (3.3).

Tableau 3.3 – Valeurs de T_c obtenues par différents auteurs pour des monocristaux de molybdène.

	Dorn 1964	Guiu 1967	Richter 1969	Louchet 1979
T_c (K)	400	300-350	293-493	350-400

Les caractérisations de l'activation thermique effectuées par de nombreux auteurs ont montré que les volumes d'activation varient de quelques b^3 aux très basses températures, atteignant 10 à 15 b^3 autour de $T_c/2$, puis augmentent très rapidement entre T_c et T_a . Concernant l'énergie d'activation, les ordres de grandeurs pour des vitesses de déformation $\dot{\epsilon} \approx 10^{-4} s^{-1}$, sont d'environ 0,72 eV pour Nb, 0,67 eV pour le Fe et 1,0 eV pour Mo. Ceci est en accord avec les valeurs obtenues par les essais

présentés dans le partie 3.2.2.2.

Effet d'adoucissement/durcissement

De même que la température est à l'origine de la transition de comportement comme exposé précédemment, les impuretés résiduelles ou les éléments dopants peuvent créer des phénomènes d'adoucissement ou de durcissement du matériau.

Deux types d'adoucissements ont été mis en évidence : l'Adoucissement Interstitiel (AI) et l'Adoucissement Substitutionnel (AS) [120]. Ces phénomènes intrinsèques sont liés aux propriétés du cœur des dislocations vis. La teneur en impuretés du matériau de départ s'élève en général à environ 5 ppm (at.). Dans de tels cas, l'adoucissement ne peut être attribué à l'élimination des impuretés résiduelles par le phénomène de "scavenging". Ainsi, les atomes en solution induisent un durcissement pour la gamme des hautes températures (exemple $Fe - \alpha$ 150-300 K) ou des basses températures ($Fe - \alpha$ en dessous de 50-100 K). Entre ces deux domaines, un adoucissement est observé.

Les deux phénomènes sont prédominants pour des concentrations en impuretés différentes : ainsi, la concentration optimale pour l'AI est de l'ordre de quelques centaines de ppm (at.) alors que pour l'AS elle est de l'ordre du % (at.). Pour des concentrations plus importantes, le phénomène de durcissement devient prédominant.

De tels comportements s'expliquent par la compétition entre deux effets opposés : l'interaction des atomes en solution avec le cœur des dislocations vis facilite la création du double décrochement (germination), alors que la propagation latérale des décrochements (croissance) est gênée par ces mêmes obstacles.

Ainsi, l'adoucissement ou le durcissement dépendent de la concentration en impuretés, de l'arrangement dans le cristal des atomes en solution et de la température. Les phénomènes de durcissement et d'adoucissement ne peuvent pas être traités indépendamment, car ils constituent deux aspects liés au même processus.

Dans le cas des matériaux du groupe Va et VIa dont font partie le molybdène et le fer-alpha, la situation semble quelque peu confuse. Les effets de "scavenging" (*i.e.* l'AS résultant de l'interaction entre les éléments dopants et les impuretés résiduelles) ont été étudiés par Arsenault [121]. Pour les alliages binaires de métaux appartenant à ces deux groupes, il n'a été observé que du durcissement ou de l'adoucissement extrinsèques. Or le fer-alpha présente un durcissement intrinsèque. L'hypothèse admise est que les conditions optimales de pureté et/ou d'orientation cristalline de ces cristaux ne sont pas réunies pour observer un durcissement intrinsèque. Cependant l'adoucissement intrinsèque existe mais semble restreint à quelques orientations.

Compte tenu de cette controverse [122][123] concernant le mécanisme de "scavenging", nous n'avons pas abordé ce problème dans la suite de nos travaux.

Enfin, les phénomènes d'adoucissement dans le molybdène ont été étudiés sous irradiation [124] et, plus récemment, lors d'addition d'éléments tels que le platine ou le rhénium [125].

3.3.1.2 Forces de friction de réseau et mécanismes de double décrochement

Le comportement plastique du molybdène, comme celui de beaucoup de matériaux CC, est piloté à basse température par les mécanismes de déplacement des dislocations vis, celles-ci étant beaucoup moins mobiles que les dislocations coins.

Hypothèse de Hirsch

Pour expliquer la faible mobilité des dislocations vis, la théorie de la dissociation de cœur des dislocations vis a été introduite par Hirsch [126].

Lors des calculs envisagés par Hirsch et repris par Kubin [112], une dislocation vis est introduite dans un cristal modèle. Des potentiels semi-empiriques d'interaction entre atomes [127] sont introduits dans le modèle, les conditions aux limites utilisées imposent une taille finie au cristal, et permettent ainsi de réduire la complexité du calcul.

La configuration du cœur est déterminée en laissant relaxer les atomes vers une position qui minimise l'énergie totale avec ou sans contrainte appliquée. Ces premiers calculs ont permis d'obtenir une géométrie caractéristique du cœur étiré suivant les trois plans $\{110\}$ de la zone $\langle 111 \rangle$, avec une légère déviation vers les plans $\{112\}$ (figure 3.19), ce qui correspondait à une configuration sessile relativement proche de la dissociation.

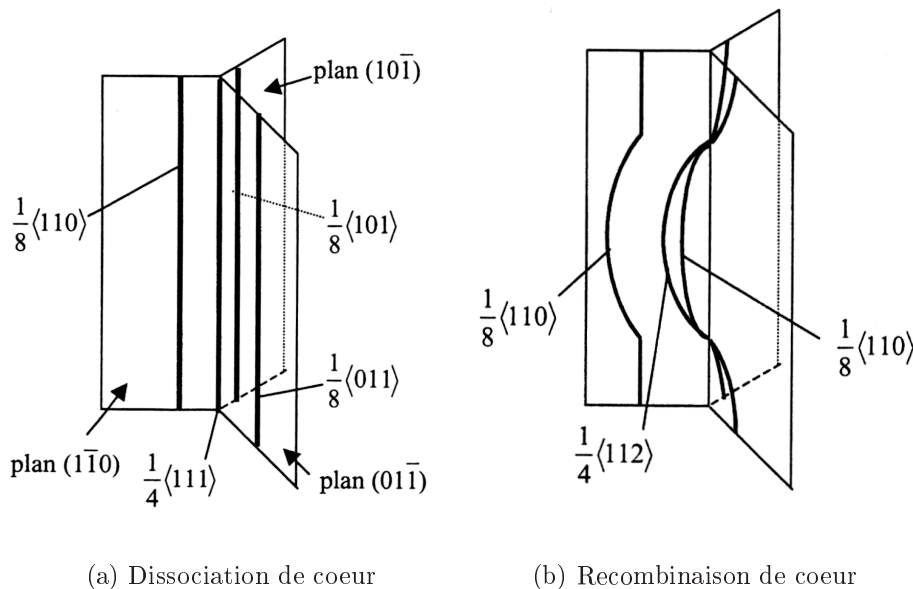


Figure 3.19 – Modes de dissociation de cœur et de recombinaison possible pour une dislocation vis $b = \frac{a}{2} \langle 111 \rangle$

On considère, qu'à l'état d'équilibre, une dislocation vis se dissocie et cette dis-

sociation est représentée comme un étalement du cœur sur seulement quelques distances interatomiques. Kubin [112] a établi que le molybdène ne présentait qu'une très faible dissociation de cœur.

Si cette dissociation permet de minimiser l'énergie de ligne, elle rend les dislocations vis sessiles. Pour permettre le glissement, la dislocation doit se recombinaison dans un seul plan. Cette recombinaison est un phénomène thermiquement activé, ce qui signifie qu'elle est rendue d'autant plus difficile que la température diminue.

Remise en cause du modèle de dissociation

Des travaux récents, basés sur des calculs *ab initio* et de dynamique moléculaire [128][129], ont montré que la dissociation de cœur des dislocations vis dans beaucoup de métaux cubique centrés (Fe, W, Mo ...) n'était pas possible au sens de Hirsch. Les résultats de ces calculs conduisent à une configuration du cœur sans étalement. Néanmoins, si l'hypothèse de Hirsch est remise en cause, aucun mécanisme n'est à l'heure actuelle proposé pour expliquer l'absence de mobilité des dislocations vis dans les matériaux CC. La détermination de la nature de la symétrie du cœur et de son extension nécessite des études complémentaires [130].

Modèles de double-décrochement

De par l'arrangement des atomes du réseau, les dislocations sont soumises à un phénomène de friction de réseau, engendré par des forces à courte distance s'opposant au mouvement des dislocations. Afin de minimiser leur énergie de cœur, les dislocations se situent suivant des rangées d'atomes du réseau cristallin privilégiées, appelées vallées de Peierls. Les différentes vallées de Peierls sont séparées par de forts potentiels énergétiques. Les dislocations vis doivent donc franchir cette barrière énergétique pour passer d'une vallée à l'autre. Dans les matériaux CC, ce phénomène est rendu plus difficile par l'arrangement des atomes.

Hirsch, en accord avec les symétries de réseau CC, suppose que les dislocations vis sont faiblement dissociées de manière non plane et par conséquent sessiles. Elles ne peuvent alors se déplacer que par une série de transitions (locales) sessile-glissile-sessile, chacune de ces transitions correspondant au franchissement d'une rangée $\langle 111 \rangle$: c'est le mécanisme de double décrochement. Ce mécanisme de double décrochement a été vérifié et confirmé par de récents travaux [131].

Aussi, le franchissement des pics énergétique de Peierls sous l'effet d'une contrainte se fait par ce mécanisme de double décrochements. Dans ce cas, une dislocation vis franchit la barrière entre deux vallées en formant deux décrochements à caractère coin qui, s'ils tendent à s'annihiler mutuellement à l'équilibre, vont par contre se séparer facilement sous l'action d'une contrainte appliquée. Il en résulte un passage progressif de la dislocation vis d'une vallée de Peierls à la suivante (figure 3.20).

Ce mécanisme de franchissement des vallées de Peierls par double décrochement

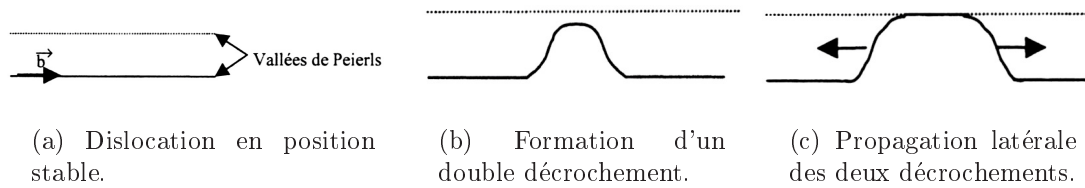


Figure 3.20 – Franchissement des vallées de Peierls par double décrochement.

est activé thermiquement. Ainsi, la transition de comportement avec la température se traduira par deux états :

- À basse température, l'agitation thermique représente un très faible apport énergétique : la friction de réseau va gouverner le mouvement des dislocations. Dans ces conditions, le rôle des obstacles à plus longue distance (tels que les précipités) est négligeable.
- À haute température ($T > T_a$), l'agitation thermique est suffisante pour faciliter le franchissement d'obstacles à courte distance et, en l'absence de précipités, les obstacles de type dislocations gouvernent la plasticité. Le mouvement des dislocations se fait alors par activation de sources de Frank-Read au-dessus d'une contrainte critique liée aux obstacles tels que les arbres de la forêt [132].

3.3.2 Étude des structures de dislocations du molybdène - Mise en évidence de la transition de comportement

3.3.2.1 Structures de dislocations

Des observations en microscopie en transmission ont été réalisées sur des échantillons de molybdène préalablement déformés en compression à 8 % à différentes températures (25, 150, 300, 500 et 700 °C). Pour un état plus déformé ($\varepsilon = 20$ %), seules deux températures (25 et 300 °C) ont été analysées.

Pour l'échantillon déformé à 8 %, de nombreuses dislocations vis sont observées avec une forme allongée caractéristique (figure 3.21).

Sur la micrographie de la figure 3.22, on retrouve ces dislocations vis de forme rectiligne, malgré le taux de déformation beaucoup plus important ($\varepsilon = 20$ %). Cela reflète la difficulté pour ces dislocations de se mouvoir. Les dislocations vis se déplacent à vitesse constante plus faible que les dislocations mixtes. Le rapport des vitesses mixtes/vis, très grand à basse température, tend rapidement vers 1 entre T_c et T_a .

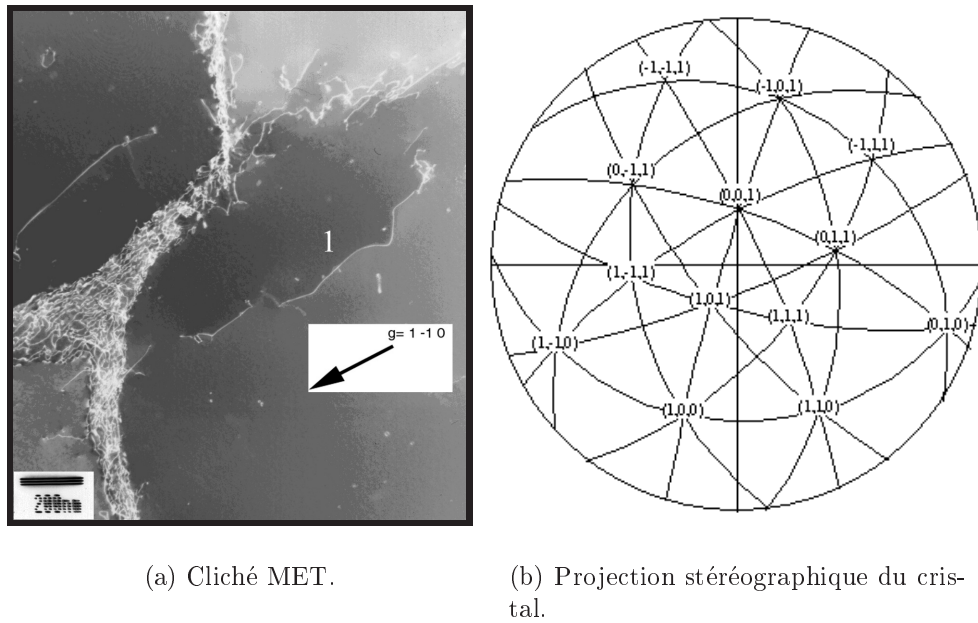


Figure 3.21 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=25\text{ °C}$. La dislocation 1 est vis ($\vec{b}=-111$).

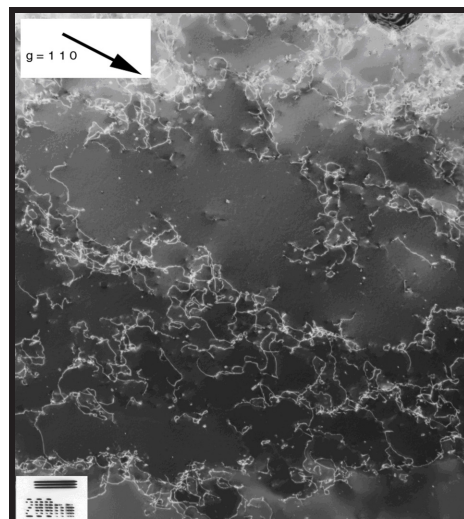
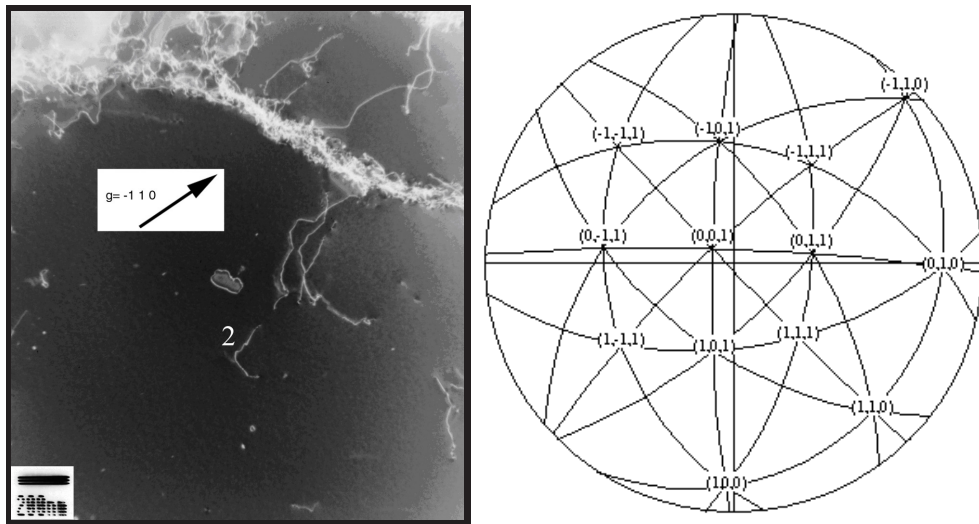


Figure 3.22 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 20\%$ à $T=25\text{ °C}$.

Pour une déformation $\varepsilon = 8 \%$ à $150 \text{ }^\circ\text{C}$ (figure 3.23), on observe la présence d'amas de dislocations et de petits fragments de dislocations. Les dislocations présentent des courbures plus accentuées qu'à $25 \text{ }^\circ\text{C}$, révélant une augmentation sensible de leur mobilité à $150 \text{ }^\circ\text{C}$.



(a) Cliché MET.

(b) Projection stéréographique du cristal.

Figure 3.23 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8 \%$ à $T=150 \text{ }^\circ\text{C}$. La dislocation 2 est vis ($\vec{b}=-111$).

Pour une déformation $\varepsilon = 8 \%$ à $300 \text{ }^\circ\text{C}$ (figure 3.24), les observations montrent la présence de débris de dislocations, ainsi que des boucles. De nombreuses dislocations ont été identifiées comme ayant un caractère coin. Ce changement de type de structure de dislocation provient du fait que la température T_a a été atteinte.

Le rapport des densités de dislocations mixtes/vis, très petit à basse température, augmente rapidement entre T_c et T_a . Cela conduit, à basse température, à une géométrie caractéristique des boucles de dislocation, allongées dans la direction du vecteur de Burgers, alors qu'entre T_c et T_a les boucles de dislocation deviennent de plus en plus circulaires, se rapprochant ainsi de structures habituellement observées dans les métaux CFC.

Pour un plus fort taux de déformation ($\varepsilon = 20 \%$), des structures en cellules se forment (figure 3.25).

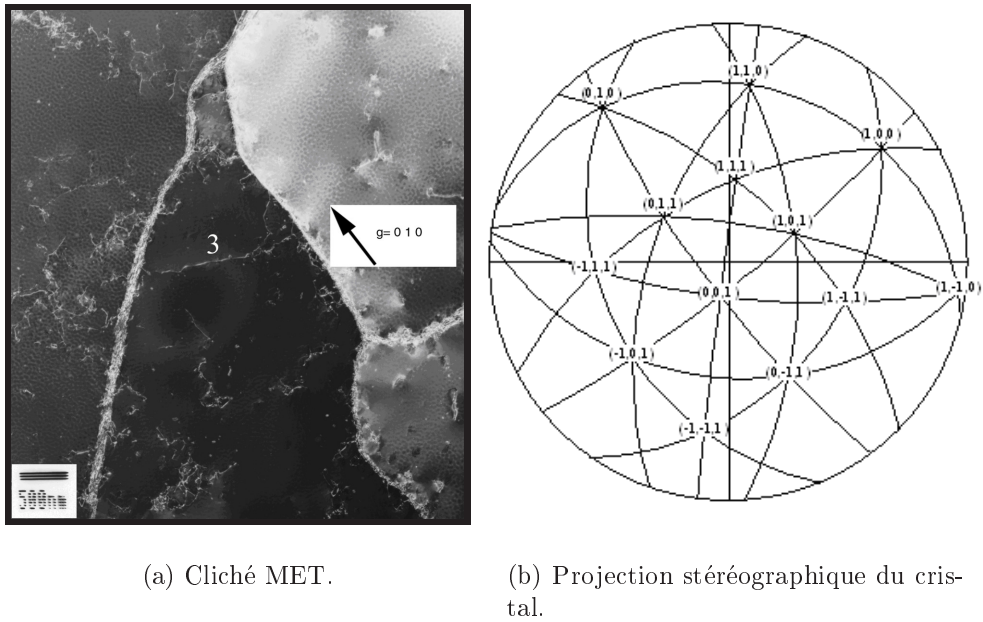


Figure 3.24 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8 \%$ à $T=300 \text{ }^\circ\text{C}$. La dislocation 3 est vis ($\vec{b}=-111$).

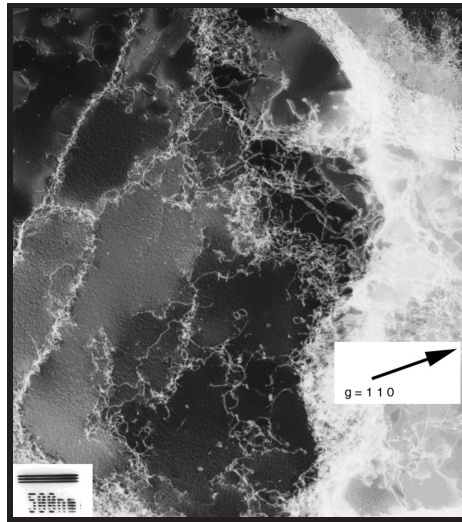
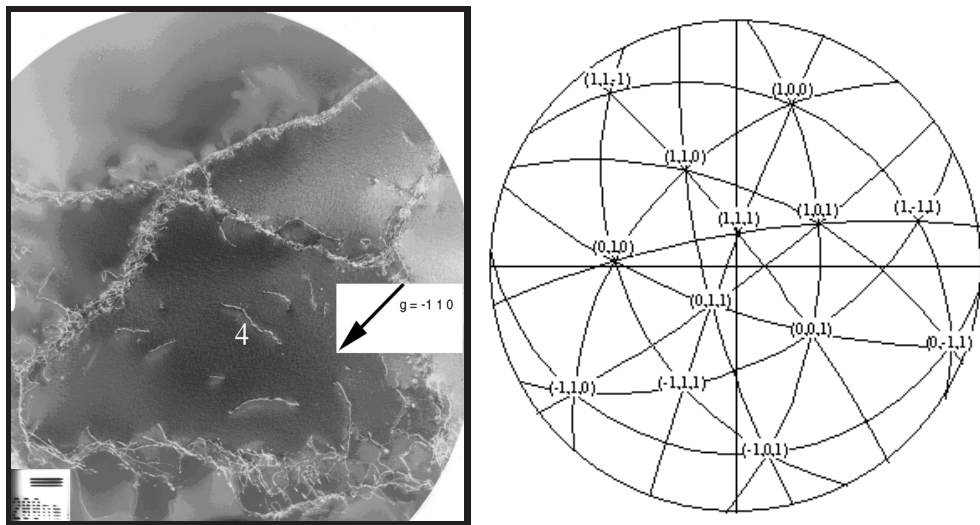


Figure 3.25 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 20 \%$ à $T=300 \text{ }^\circ\text{C}$

Enfin, pour des températures supérieures (figures 3.26 et 3.27), la présence de dislocations de caractère mixte ou coin confirme la transition de comportement ($T > T_a$).

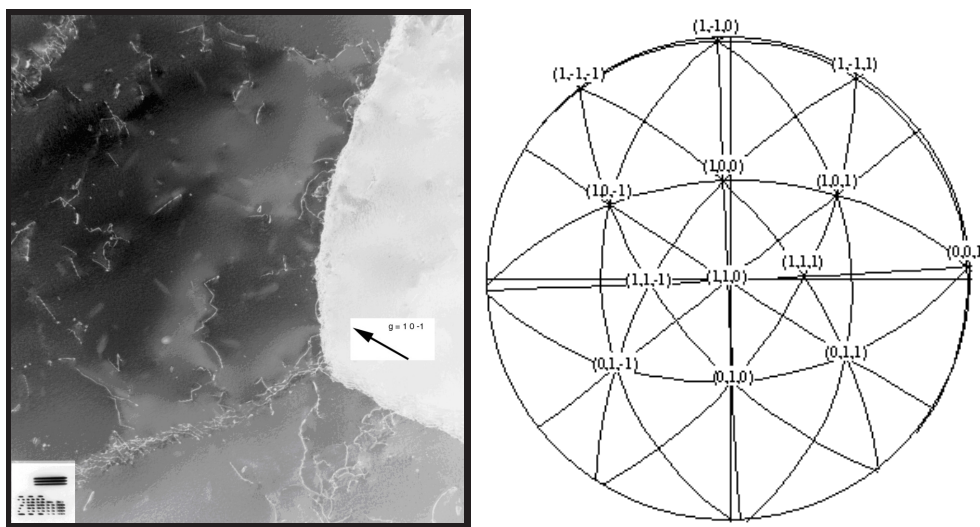
Ainsi, les structures de dislocations observées après déformation sont bien caractéristiques de la transition des mécanismes de plasticité. En dessous de T_c , on observe une répartition homogène de dislocations vis, extrêmement rectilignes, alors que la



(a) Cliché MET.

(b) Projection stéréographique du cristal.

Figure 3.26 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=500\text{ °C}$. La dislocation 4 est coin ($\vec{b}=-111$).



(a) Cliché MET.

(b) Projection stéréographique du cristal.

Figure 3.27 – Étude en MET sur le molybdène déformé à $\varepsilon = 8\%$ à $T=700\text{ °C}$.

structure cellulaire n'apparaît qu'à forte déformation et, de préférence, au-dessus de T_c . Ces observations MET viennent conforter l'hypothèse d'une température T_a comprise entre 150 °C et 300 °C , en parfait accord avec les valeurs de volumes d'activation présentés au chapitre 3.2.1.2.

Conclusion

Des essais de traction sur micro-éprouvettes de molybdène ont mis en évidence un comportement activé thermiquement. La température de transition de comportement a été identifiée dans l'intervalle entre 200 et 300 °C.

Les analyses des faciès de rupture, comme les observations au MET, montrent qu'à basse température le mécanisme de déformation est un mécanisme de double décrochement, ce qui explique la faible mobilité des dislocations vis. Au-dessus de cette température, le mécanisme de déformation correspond à un écrouissage de type forêt.

Le composite présente de fortes similarités de comportement avec le molybdène qui en constitue la phase majoritaire. Les volumes d'activation V^ et les énergies d'activation du molybdène et du composite ont été évalués par des essais de sauts de vitesse et de température.*

Les valeurs obtenues pour le molybdène et le composite peuvent être considérées du même ordre de grandeur, aux erreurs expérimentales près.

Le TiC restant élastique jusqu'à 700 °C, on peut conclure qu'il n'y a pas d'effet significatif de la présence de carbure de titane sur le comportement thermiquement activé du composite, qui est directement lié aux mécanismes de déformation du molybdène.

Chapitre 4

Etude Numérique

Sommaire

3.1	Caractérisation du comportement en traction et des faciès de rupture	68
3.1.1	Comportement du molybdène en traction	68
3.1.2	Comportement du composite $MoTiC_{30\%}$ en traction	71
3.2	Caractérisation du comportement thermiquement activé .	73
3.2.1	Essais de sauts de vitesse en compression	73
3.2.2	Essais de sauts de température	76
3.3	Analyse des modes de déformation	80
3.3.1	Rappel bibliographique sur les mécanismes élémentaires de déformation des monocristaux de structure cubique centrée .	81
3.3.2	Étude des structures de dislocations du molybdène - Mise en évidence de la transition de comportement	86

4.1 Présentation générale du mésoscope

Les approches cristallines ont pour objectif de décrire, en fonction de la déformation appliquée, l'évolution des champs mécaniques et de l'orientation dans les grains des différentes phases.

Il est possible d'accéder à des grandeurs difficile à mesurer, comme l'activation et la désactivation des systèmes de glissement, l'évolution des densités de dislocations, la formation de sous-joints et de joints de grains. Ces grandeurs permettent de mieux cerner les mécanismes actifs. Le modèle cristallin présenté ici dérive du modèle de Pierce *et al.* [20], portant sur le calcul des amplitudes de glissement dans un monocristal. Ce modèle se place dans le cadre des grandes déformations et a été implémenté dans un code de calcul par éléments finis *ABAQUSTM* par Hoc [133][29] selon les travaux de Smelser *et al.* [134].

Repris et amélioré par Teodosiu *et al.* [21], puis par Tabourot qui introduit dans le modèle la loi d'évolution des densités de dislocations [9], le modèle de Pierce est élargi aux polycristaux par Asaro [20], Becker [25], Delaire [28], Arizmendi [135], Hoc [29] et Eriau [30]. Pour ces auteurs, l'écroutissage est du type forêt, permettant ainsi de décrire le comportement en plasticité des matériaux CC et CFC dans le domaine athermique.

Néanmoins, la loi viscoplastique ainsi utilisée ne constitue donc qu'un cas particulier des lois basées sur le mouvement thermiquement activé des dislocations. Or, dans les métaux de structure cubique centrée étudiés à des températures inférieures à la température de transition, la plasticité est gouvernée par le franchissement des vallées de Peierls via le mécanisme de double décrochement, lui-même thermiquement activé. Aussi, Libert [11] introduit l'activation thermique et un écroutissage prenant en compte la friction du réseau cristallin et le glissement des dislocations vis par double décrochement. Il parvient, en introduisant une dépendance en température de la loi d'évolution des densités de dislocations et en utilisant, pour décrire l'évolution des cissions critiques à basse température, les lois données par Rauch, à modéliser le comportement des CC dans une large gamme de température autour de la transition fragile/ductile dans les aciers bainitiques.

Pour appliquer le modèle de Libert aux composites, nous avons dû construire un modèle biphasé Molybdène (CC) - Carbure de titane (CFC), dans lequel un endommagement a été introduit pour décrire la phase fragile.

4.2 Modèle de comportement du molybdène

4.2.1 Loi d'écoulement

L'implémentation de l'activation thermique dans la loi d'écoulement est basée sur le modèle de Louchet *et al.* [136]. Cette loi d'écoulement s'attache à décrire le mouvement thermiquement activé des dislocations vis et, plus particulièrement, à décrire le phénomène de double décrochement. Ainsi, la fréquence ν de formation d'un double décrochement de longueur caractéristique l_c le long d'un segment vis de

longueur L (figure 4.1) est donnée par la théorie de l'activation thermique proposée par Kroupa *et al.* [137] :

$$\nu_s = \nu_D \frac{b}{l_c} \frac{L}{l_c} \exp \left[-\frac{\Delta G(\tau_{eff})}{kT} \right] \quad (4.1)$$

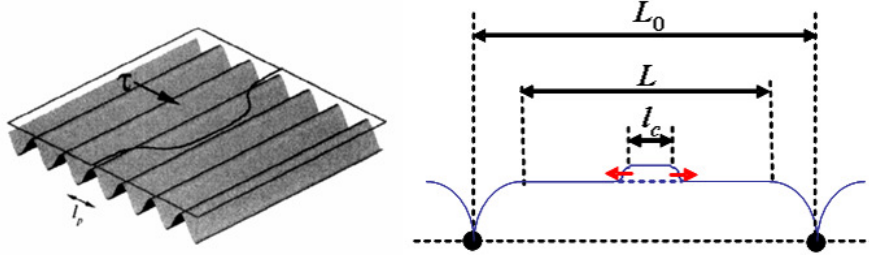


Figure 4.1 – Schéma de double décrochement : ancrage d'une dislocation sur des obstacles ($T < T_a$).

Le terme $\Delta G(\tau_{eff})$ désigne l'énergie d'activation, qui correspond à la hauteur de la barrière énergétique constituée par les vallées de Peierls. Cette énergie dépend de la cission effective τ_{eff} définie comme étant la cission appliquée τ , à laquelle on retranche sa composante athermique τ_μ :

$$\tau_{eff} = \tau - \tau_\mu \quad (4.2)$$

La nucléation d'un double décrochement est suivie d'une propagation quasi-instantanée de celui-ci le long du segment vis par un effet de tension de ligne. Par conséquent, dès lors qu'un double décrochement a été généré, il y a avancée de l'ensemble du segment vis et la vitesse v_s de ce dernier est donnée par :

$$v_s = \nu_s b \text{ c'est-à-dire } v_s = \nu_D \frac{b^2 L}{l_c^2} \exp \left[-\frac{\Delta G(\tau_{eff})}{kT} \right] \quad (4.3)$$

Louchet a montré que la vitesse moyenne des segments mixtes $\dot{\gamma}_{mixte}$ est du même ordre de grandeur que la vitesse $\dot{\gamma}_s$ des segments vis, à condition que leur densité soit faible. Cette propriété tient au fait que le glissement plastique est commandé par la nucléation de doubles décrochements de nature mixte, ce qui implique l'égalité des vitesses des segments vis et mixtes :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_s + \dot{\gamma}_{mixte} \approx 2\rho_m b \nu_s \quad (4.4)$$

La théorie du mouvement thermiquement activé des segments vis, discrétisé sur chacun des 24 systèmes de glissement s conduit ainsi à une expression du type :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp \left[-\frac{\Delta G(\tau_{eff}^s)}{k_B T} \right] \text{ signe}(\tau^s) \text{ avec } \dot{\gamma}_0 = 2\rho_m \nu_D b^3 \frac{L^2}{l_c^2} \quad (4.5)$$

Le terme pré-exponentiel $\dot{\gamma}_0$ est supposé constant en première approximation, même s'il dépend de la longueur L du segment vis. L'énergie d'activation $\Delta G(\tau_{eff}^s)$

est directement reliée à la cission effective τ_{eff}^s s'exerçant sur le système s . Cette cission est égale à la cission appliquée τ^s , retranchée d'une contribution 'athermique' τ_μ^s due aux obstacles identifiés comme pouvant être des dislocations de type forêt ou des précipités.

$$\tau_{eff}^s = \tau^s - \tau_\mu^s \quad (4.6)$$

Comme il sera présenté plus loin, certains paramètres de la loi d'évolution des densités de dislocations sont dépendants de la température, ce qui rend le terme de contrainte 'athermique' peu approprié. Cependant, il convient de distinguer la contribution associée au mécanisme élémentaire de double décrochement et celle liée aux interactions avec les obstacles perçant le plan de glissement s . $\Delta G(\tau_{eff}^s)$ peut s'exprimer en fonction du volume d'activation V^* , qui est lui-même défini comme la dérivée partielle de ΔG par rapport à τ_{eff}^s à $\dot{\epsilon}$ et T fixées :

$$V^* = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}^s} \right|_{\dot{\epsilon}, T} \quad \text{d'où } \Delta G(\tau_{eff}^s) = \Delta G_0 - V^* \tau_{eff}^s \quad (4.7)$$

Le volume d'activation ainsi défini peut dépendre de la température et de la contrainte effective. Plusieurs travaux ont proposé des expressions plus explicites de ΔG en fonction de T . Ainsi, si l'on considère un segment vis soumis à une cission effective τ_{eff} , l'énergie de formation s'écrit [138] :

$$\Delta G \approx \Delta G_0 - \tau_{eff} b l_c l_p \quad (4.8)$$

où l_p est la distance séparant deux vallées de Peierls.

L'énergie libre d'activation ΔG_0 correspond à l'énergie d'activation ΔG pour le régime athermique, c'est-à-dire lorsque l'agitation thermique suffit à assurer le franchissement de la barrière d'énergie et que l'apport de la contrainte effective n'est plus nécessaire ($\tau_{eff}^s = 0$). De plus, V^* dépend de la contrainte effective mais aussi de la température comme cela a été montré lors des essais de sauts de vitesse. Ainsi, Kocks *et al.* [31] ont proposé une description plus phénoménologique de l'évolution de ΔG en fonction de τ_{eff} .

$$\Delta G(\tau_{eff}^s) = \Delta G_0 \left(1 - \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^p \right)^q \quad (4.9)$$

les paramètres p et q traduisent l'allure du potentiel d'énergie associé à l'obstacle (ici les barrières de Peierls), alors que τ_R est une constante qui désigne la contrainte effective à fournir pour créer un double décrochement à $T = 0$ K.

4.2.2 Loi d'érouissage

Rappelons qu'il y a glissement plastique ($\dot{\gamma}^s \neq 0$) si la cission requise τ_s vérifie :

$$|\tau^s| \geq \tau_c^s \quad (4.10)$$

La loi d'écrouissage doit tenir compte des différents types d'interactions qui entrent en compétition lors de la déformation du matériau. Ainsi, le terme de la contrainte effective τ_{eff}^s représente les interactions à courte distance du type friction de réseau. Les interactions à longues distances dues aux dislocations de type "forêt" et aux précipités génèrent respectivement la contrainte τ_i^s et τ_0 . La contrainte interne τ_i^s représente la contrainte qu'il faut fournir pour vaincre les arbres de la forêt, tandis que τ_0 permet de franchir les précipités.

Si ce critère est vérifié, la cission résolue $|\tau^s|$ requise pour l'activation du glissement plastique s'exprime comme la somme des ces trois contributions :

$$|\tau^s| = \tau_0 + \tau_{eff}^s + \tau_i^s \quad (4.11)$$

Si l'on considère le cas d'un brin de dislocation épinglé sur deux obstacles et présentant une partie vis soumise à la friction de réseau, ainsi qu'une partie mixte, alors l'expression de τ_i^s s'écrit :

$$\tau_i^s = \frac{(\alpha\mu b)^2 \rho}{|\tau^s|} \quad (4.12)$$

Le terme ρ désignant la densité totale de dislocations perçant le plan s . Si l'on discrétise cette expression sur les 24 systèmes, c'est-à-dire si l'on étudie l'interaction de chaque système s avec chacun des 23 systèmes u latents, le terme $\alpha^2 \rho$ est substitué par $\sum_u a^{su} \rho^u$. Enfin, Rauch propose de tenir compte de l'effet des précipités dans le modèle et le traduit en retranchant τ_0 à $|\tau^s|$ au dénominateur. L'expression de la contrainte interne devient alors :

$$\tau_i^s = \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{|\tau^s| - \tau_0} \quad (4.13)$$

où a^{su} est la matrice d'interaction entre les systèmes. En combinant les équations 4.11 et 4.13, la cission critique résolue peut alors s'écrire :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \frac{\tau_{eff}^s}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{\tau_{eff}^s{}^2 + 4(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u} \quad (4.14)$$

τ_c^s est fonction de la cission effective et des densités de dislocations sur tous les systèmes. Elle va donc dépendre de T et $\dot{\epsilon}$, ainsi que de la déformation locale.

Il est intéressant de noter qu'à partir de la loi d'écrouissage (équation 4.14), les deux régimes "basse" et "haute" températures sont décrits.

- Dans le régime 'haute' température, on retrouve la loi d'écrouissage dérivée du modèle de Tabourot car τ_{eff}^s devient négligeable :

$$\tau_c^s = \tau_0 + (\mu b) \sum_u a^{su} \rho^u \quad (4.15)$$

- Dans le cas du comportement 'basse' température, le terme τ_{eff}^s , caractérisant le mécanisme de double décrochement, devient prépondérant devant le terme de

contrainte interne. Ainsi en négligeant τ_i^s , on obtient pour l'équation 4.11 :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \tau_{eff}^s \text{ donc } \tau_c^s = \tau_0 + \tau_{eff}^s + \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau_{eff}^s} \quad (4.16)$$

Ainsi, on s'aperçoit que la loi d'érouissage choisie (4.14) assure de façon continue la transition de comportement.

4.2.3 Loi d'évolution des densités de dislocations

La loi d'évolution des densités de dislocations est celle du modèle de plasticité cristalline de Mecking. Cette loi décrit l'érouissage des matériaux de structure cubique centrée dans le régime athermique mais n'est pas adaptée pour rendre compte de la transition de comportement [139][9][10]. Ainsi, Libert [11] propose des modifications permettant de décrire l'évolution des mécanismes élémentaires de plasticité dans le domaine 'basse' température.

La loi d'évolution des dislocations fait intervenir un terme de source et un terme d'annihilation des dislocations de signes opposés :

$$\dot{\rho}^s = \frac{|\dot{\gamma}^s|}{b} \left(\frac{1}{\Lambda^s(T)} - g_c(T) \rho^s \right) \quad (4.17)$$

$$\frac{1}{\Lambda^s(T)} = \frac{1}{D_{grain}} + \frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K(T)} \quad (4.18)$$

On considère que le terme de multiplication des dislocations est essentiellement dû à des sources de Frank Read lorsque l'on se trouve dans le régime athermique. Dans l'expression du libre parcours moyen Λ^s , les obstacles sont constitués par les dislocations perçant le plan de glissement du système s . Le paramètre K est intimement lié à l'efficacité du mécanisme de multiplication des dislocations : ainsi plus la valeur de K est grande et moins les sources de dislocations sont efficaces. De plus, les mécanismes de multiplication sont affectés par la transition de comportement plastique. Libert a fait l'hypothèse que le paramètre K est dépendant de la température.

Néanmoins les mécanismes liés à la création de dislocations dans le domaine 'basse' température restent méconnus à l'échelle de la plasticité cristalline. La démarche consistera donc à s'affranchir de ces problèmes en dégagant une loi 'empirique' $K(T)$ identifiée pour chaque température sur des essais monotones de compression.

D'autre part, le processus d'annihilation est relié au mécanisme de glissement dévié qui permet à des dislocations de signe opposé de s'annihiler. Or, le mécanisme de glissement dévié est activé thermiquement. En toute rigueur, l'énergie d'activation associée à ce mécanisme devrait dépendre de la cission effective sur le plan de glissement dévié. Néanmoins, dans un souci de simplicité, Libert a décrit l'évolution de la distance critique d'annihilation g_c suivant une loi de type Arrhénius :

$$g_c(T) = g_{c0} \exp \left[-\frac{E_{gc}}{k_B T} \right] \quad (4.19)$$

où l'énergie d'activation E_{gc} et le terme pré-exponentiel g_{c0} seront considérés constants.

4.3 Implémentation numérique des équations du modèle

4.3.1 Description du formalisme en grandes transformations

Le modèle proposé est écrit dans le cadre des grandes transformations (petites déformations élastiques et grandes rotations) et présente une méthode d'intégration numérique de type "forward gradient" que l'on s'attachera à présenter dans le second sous-chapitre, après avoir fait un rappel de cinématique. L'ensemble des lois de comportement du modèle, ainsi que la méthode d'intégration, sont écrites dans une routine utilisateur de type UMAT, qui permet d'utiliser comme code de calcul le code éléments finis *ABAQUSTM*.

4.3.1.1 Cinématique des milieux continus

Considérons un élément de volume $\Omega(t_0)$ dans la configuration initiale C_0 qui devient, après transformation, à l'instant t $\Omega(t)$ dans la configuration actuelle C_t . Soit \bar{X} et \bar{x} les vecteurs positions d'un point matériel M, respectivement dans la configuration initiale C_0 et dans la configuration courante C_t . Les vecteurs de position \bar{x} , de vitesse $\dot{\bar{x}}$ et d'accélération $\ddot{\bar{x}}$ sont définis par les relations suivantes :

$$\bar{x} = \bar{x}(\bar{X}, t), \quad \dot{\bar{x}} = \frac{\partial \bar{x}(\bar{X}, t)}{\partial t}, \quad \ddot{\bar{x}} = \frac{\partial^2 \bar{x}(\bar{X}, t)}{\partial t^2} \quad (4.20)$$

On suppose que cet ensemble de particules subit une transformation finie entre l'instant t_0 et l'instant t . Le tenseur gradient de la transformation $\bar{\bar{F}}$ et le tenseur gradient vitesse de la transformation $\bar{\bar{L}}$ sont définis à l'instant t par les relations suivantes :

$$\bar{\bar{F}}(\bar{X}, t) = [\text{grad}(\bar{x}(\bar{X}, t))]_{\bar{X}} = \frac{\partial \bar{x}(\bar{X}, t)}{\partial \bar{X}} \quad (4.21)$$

$$\bar{\bar{L}}(\bar{X}, t) = [\text{grad}(\dot{\bar{x}}(\bar{X}, t))]_{\bar{x}} = \frac{\partial \dot{\bar{x}}(\bar{X}, t)}{\partial \bar{x}} \quad (4.22)$$

En combinant les équations 4.20, 4.21 et 4.22, le tenseur gradient de vitesse de la transformation $\bar{\bar{L}}$ est défini par :

$$\bar{\bar{L}} = \text{grad} \dot{\bar{x}} = \frac{\partial \dot{\bar{x}}}{\partial \bar{x}} = \frac{\partial \dot{\bar{x}}}{\partial \bar{X}} \frac{\partial \bar{X}}{\partial \bar{x}} = \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{\partial \bar{x}}{\partial \bar{X}} \right) \left(\frac{\partial \bar{x}}{\partial \bar{X}} \right)^{-1} = \dot{\bar{\bar{F}}} \bar{\bar{F}}^{-1} \quad (4.23)$$

où $\dot{\bar{\bar{F}}}$ est la dérivée partielle par rapport au temps du tenseur gradient de la transformation $\bar{\bar{F}}$. La décomposition du tenseur gradient de vitesse de la transformation $\bar{\bar{L}}$ en une partie symétrique et une partie asymétrique permet de définir le tenseur gradient de vitesse de déformation $\bar{\bar{D}}$ et le tenseur gradient vitesse de rotation $\bar{\bar{W}}$:

$$\bar{\bar{L}} = \bar{\bar{D}} + \bar{\bar{W}}, \quad \bar{\bar{D}} = \frac{1}{2}(\bar{\bar{L}} + \bar{\bar{L}}^T), \quad \bar{\bar{W}} = \frac{1}{2}(\bar{\bar{L}} - \bar{\bar{L}}^T) \quad (4.24)$$

Le tenseur des déformations de Green-Lagrange $\bar{\bar{E}}$ est défini par :

$$\bar{\bar{E}} = \frac{1}{2}(\bar{\bar{F}}^T \bar{\bar{F}} - \bar{\bar{I}}) \quad (4.25)$$

4.3.1.2 Cinématique des grandes transformations élastoplastiques

La description cinématique de la plasticité cristalline en grandes transformations, utilisée et présentée dans cette partie, est basée sur la décomposition du tenseur gradient de transformation $\bar{\bar{F}}$ en une contribution élastique $\bar{\bar{F}}^e$ et une plastique $\bar{\bar{F}}^p$ [140] :

$$\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^p \text{ avec } \det(\bar{\bar{F}}^p) = 1 \quad (4.26)$$

Le cristal considéré à l'instant t_0 , occupant le domaine $\Omega(t_0)$, est libre de toutes forces de surface ou de forces de volume, ce qui constitue la configuration initiale C_0 ou configuration de référence. Cependant, cette configuration n'est qu'hypothétique car, en toute rigueur, le cristal considéré n'est pas aussi libre de toutes contraintes. En effet, en réalité, les dislocations, fruit de l'histoire du matériau (élaboration ...), engendrent des contraintes internes. Il faudrait donc faire intervenir une configuration supplémentaire, dont on va s'affranchir en supposant le matériau sans contraintes résiduelles.

Ainsi, on passe de la configuration initiale C_0 à la configuration actuelle C_t via une configuration intermédiaire \underline{C}_t . La configuration intermédiaire \underline{C}_t se déduit alors de la configuration de référence par la transformation plastique dont le tenseur gradient de la transformation est $\bar{\bar{F}}^p$, représentant le glissement plastique entre plans. De même, la configuration actuelle C_t se déduit de la configuration intermédiaire par la transformation élastique, dont le tenseur gradient de transformation est $\bar{\bar{F}}^e$, traduisant les rotations de réseaux et les dilatations élastiques. La configuration actuelle C_t à l'instant t se déduit de la configuration initiale C_0 par la transformation élastoplastique dont le tenseur gradient de la transformation est $\bar{\bar{F}}$ (figure 4.2).

Suite à cette décomposition, le tenseur gradient de vitesse de transformation $\bar{\bar{L}}$ s'écrit alors :

$$\bar{\bar{L}} = \bar{\bar{F}} \bar{\bar{F}}^{-1} = \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^{e-1} + \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^p \left(\bar{\bar{F}}^p \right)^{-1} \left(\bar{\bar{F}}^e \right)^{-1} \quad (4.27)$$

Le tenseur gradient de vitesse $\bar{\bar{L}}$ s'exprime comme l'addition d'une composante élastique $\bar{\bar{L}}^e$ et d'une composante plastique $\bar{\bar{L}}^p$ définie dans la configuration intermédiaire \underline{C}_t transportée dans la configuration actuelle C_t :

$$\bar{\bar{L}} = \bar{\bar{L}}^e + \bar{\bar{L}}^p = \bar{\bar{L}}^e + \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{L}}^p \left(\bar{\bar{F}}^e \right)^{-1} \quad (4.28)$$

Supposons maintenant que chaque grain possède un certain nombre de systèmes de glissement potentiels et que l'on note par $\bar{\bar{m}}^s$ et $\bar{\bar{n}}^s$ les vecteurs unitaires définissant, respectivement, la direction de glissement et la normale au plan de glissement (s) dans les configurations C_0 et \underline{C}_t . Ainsi, la partie plastique du tenseur gradient de vitesse $\bar{\bar{L}}^p$ peut être exprimée en fonction du taux de glissement $\dot{\gamma}^s$ par la relation :

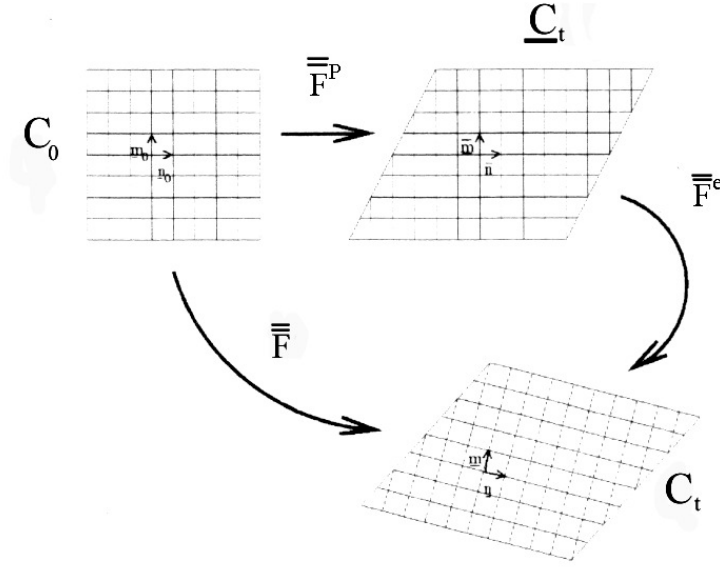


Figure 4.2 – Principe de la décomposition $\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{F}}^e \bar{\bar{F}}^p$ en grandes déformations du tenseur gradient $\bar{\bar{F}}$ en contributions élastique $\bar{\bar{F}}^e$ et plastique $\bar{\bar{F}}^p$.

$$\bar{\bar{L}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{\bar{L}}^s \text{ avec } \bar{\bar{L}}^s = \bar{\underline{m}}^s \otimes \bar{\underline{n}}^s \quad (4.29)$$

où $\bar{\bar{L}}^s$ est le tenseur de Schmid du système (s) défini dans la configuration intermédiaire. La décomposition en une partie symétrique et une partie antisymétrique du tenseur de vitesse $\bar{\bar{L}}$, en somme d'une composante élastique $\bar{\bar{L}}^e$ et d'une composante plastique $\bar{\bar{L}}^p$, fait apparaître le tenseur gradient de vitesse de déformation élastique $\bar{\bar{D}}^e$, le tenseur gradient de vitesse de rotation du réseau $\bar{\bar{W}}^e$, le tenseur gradient de vitesse de déformation plastique $\bar{\bar{D}}^p$ et le tenseur gradient de vitesse de rotation plastique $\bar{\bar{W}}^p$.

$$\bar{\bar{L}} = \bar{\bar{D}} + \bar{\bar{W}} \text{ avec } \bar{\bar{D}} = \bar{\bar{D}}^e + \bar{\bar{D}}^p \text{ et } \bar{\bar{W}} = \bar{\bar{W}}^e + \bar{\bar{W}}^p \quad (4.30)$$

La partie plastique du gradient de vitesse peut également se décomposer en deux contributions symétrique $\bar{\bar{D}}^p$ et antisymétrique $\bar{\bar{W}}^p$, définies à partir des tenseurs $\bar{\bar{D}}^{(s)}$ et $\bar{\bar{W}}^{(s)}$:

$$\bar{\bar{D}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{\bar{D}}^s \text{ avec } \bar{\bar{D}}^s = \bar{\underline{m}}^s \otimes_S \bar{\underline{n}}^s \quad (4.31)$$

$$\bar{\bar{W}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{\bar{W}}^s \text{ avec } \bar{\bar{W}}^s = \bar{\underline{m}}^s \otimes_A \bar{\underline{n}}^s \quad (4.32)$$

$$\text{avec } \bar{\underline{m}}^s = \bar{\bar{F}}^e \bar{\underline{m}}^s \text{ et } \bar{\underline{n}}^s = \left(\bar{\bar{F}}^e \right)^{-1} \bar{\underline{n}}^s \quad (4.33)$$

où $\bar{D}^{(s)}$ et $\bar{W}^{(s)}$ représentent, respectivement, la partie symétrique et la partie antisymétrique du tenseur de Schmid \bar{L}^s dans la configuration actuelle.

Dans le cadre de notre modèle, nous supposons de petites déformations élastiques, mais de grandes rotations du réseau cristallin. Cette hypothèse peut se traduire par la décomposition polaire du tenseur \bar{F}^e :

$$\bar{F}^e = \bar{V}\bar{R} \quad (4.34)$$

où la contribution \bar{V} est une dilatation pure et \bar{R} une rotation pure. L'hypothèse des petites déformations élastiques nous permet d'écrire \bar{V} sous la forme :

$$\bar{V} = \bar{I} + \bar{\varepsilon} \text{ avec } \bar{\varepsilon} \ll 1 \quad (4.35)$$

Cette forme particulière du tenseur \bar{V} nous permet de simplifier la loi de comportement hypoélastique, qui lie la dérivée objective du tenseur des contraintes de Kirchhoff au tenseur taux de déformation élastique \bar{D}^e :

$$\hat{\bar{\sigma}} = \bar{\kappa}^e : \bar{D}^e \quad (4.36)$$

Le tenseur de Kirchhoff est relié au tenseur de Cauchy par la relation :

$$\bar{\tau} = \left(\det \bar{F} \right) \bar{\sigma} \quad (4.37)$$

où $\bar{\sigma}$ est le tenseur de Cauchy.

On utilise la dérivée objective de Jaumann. L'utilisation des dérivées objectives permet de vérifier l'indépendance de la loi de comportement par rapport au référentiel [141] :

$$\hat{\bar{\tau}} = \dot{\bar{\tau}} + \bar{\tau}\bar{W}^e - \bar{W}^e\bar{\tau} \quad (4.38)$$

Dans le cas le plus général, le tenseur $\bar{\kappa}^e$ est défini à partir de la densité d'énergie par unité de volume non déformé $w(\bar{E}^e)$:

$$\bar{\kappa}^e = \left[\det \left(\left(\bar{F}^e \right)^{-1} \right) \right] \bar{F}^e \left[\bar{F}^e \frac{\partial^2 w(\bar{E}^e)}{\partial \bar{E}^e \partial \bar{E}^e} \right] \quad (4.39)$$

L'équation 4.35 permet de simplifier l'expression de $\bar{\kappa}^e$ en réalisant un développement de Taylor de $w(\bar{E}^e)$. On montre alors que $|\bar{\varepsilon}|$ tend vers 0 [20][21].

$$\bar{\kappa}^e = \bar{C}^e \text{ avec } C_{ijkl}^e = R_{ip}R_{jq}R_{km}R_{ln}\bar{C}_{pqmn}^e \quad (4.40)$$

comme

$$\hat{\bar{\tau}} = \bar{C}^e : \bar{D}^e \quad (4.41)$$

alors, on a :

$$\dot{\bar{\tau}} = \bar{C}^e : \bar{D}^e + \bar{W}^e\bar{\tau} - \bar{\tau}\bar{W}^e \quad (4.42)$$

Il est aussi possible d'exprimer $\dot{\bar{\tau}}$ en fonction du tenseur gradient de vitesse de déformation plastique \bar{D}^p et du tenseur gradient de vitesse de rotation plastique \bar{W}^p .

$$\dot{\bar{\tau}} = \bar{C}^e : \bar{D} + \bar{W} \bar{\tau} - \bar{\tau} \bar{W} - \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{R}^s \quad (4.43)$$

Le tenseur de rotation s'exprime suivant l'équation suivante :

$$\bar{R}^s = \bar{C}^e : \bar{D}^s + \bar{W}^s \bar{\tau} - \bar{\tau} \bar{W}^s \quad (4.44)$$

L'hypothèse des petites déformations élastiques nous permet aussi de calculer l'évolution de la rotation du réseau cristallin :

$$\dot{\bar{R}} = \bar{R} \left(\bar{W} - \sum_s \dot{\gamma}^s \bar{m}^s \otimes_A \bar{n}^s \right) \quad (4.45)$$

4.3.1.3 Schéma d'intégration numérique

Les équations de la loi de comportement constituent un système différentiel à intégrer. Pour chaque incrément de temps Δt le gradient de transformation \bar{F} est connu en début et en fin de pas de temps. Il faut alors calculer les valeurs de certaines variables internes γ^s, ρ^s et \bar{R} , ainsi que l'évolution de la contrainte de Cauchy $\bar{\sigma}$. La méthode d'intégration utilisée pour nos lois de comportement est basée sur celle présentée par Teodosiu *et al.* [21]

4.3.1.4 Expression de l'incrément de glissement $\Delta\gamma^s$

Le schéma d'intégration utilisé est du type 'forward gradient', dans lequel les incréments de glissements sont calculés de façon implicite. Ce schéma d'intégration est néanmoins semi-implicite car les autres grandeurs sont linéarisées et calculées explicitement à chaque pas de temps. L'incrément de glissement est défini suivant l'application du théorème des accroissements finis à la fonction $\gamma^s(t)$ sur l'intervalle Δt :

$$\Delta\gamma^s = \dot{\gamma}^s(t + \theta\Delta t)\Delta t \quad (4.46)$$

En faisant une approximation linéaire de $\dot{\gamma}^s$ dans l'intervalle Δt , cela permet d'écrire :

$$\Delta\gamma^s = |(1 - \theta)\dot{\gamma}^s(t) + \theta\dot{\gamma}^s(t + \Delta t)| \Delta t \quad (4.47)$$

À l'instant t , $\dot{\gamma}^s(t)$ est donné par la loi d'écoulement. Le terme $\dot{\gamma}^s(t + \Delta t)$ est exprimé à l'aide d'un développement de Taylor, suivant la cission d'écoulement τ^s et la cission critique d'écoulement τ_c^s . Ce développement suivant ces deux variables est propre au schéma 'forward gradient'.

Nous avons choisi $\theta = 0,5$ car ce paramètre doit être compris entre 0 et 1, ce qui apporte la plus grande stabilité numérique. Notre choix nous contraint donc à

réduire le pas de temps de calcul mais constitue aussi le meilleur compromis entre stabilité numérique et erreur minimale.

$$\dot{\gamma}^s(t + \Delta t) = \dot{\gamma}^s(t) + \left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau^s} \right|_t \Delta \tau^s + \left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau_c^s} \right|_t \Delta \tau_c^s \quad (4.48)$$

Pour expliciter l'incrément de glissement $\Delta \gamma^s$, il convient en toute rigueur d'exprimer, dans un premier temps, la loi d'écoulement.

En introduisant l'expression de la contrainte interne (4.13) dans l'équation 4.11, l'expression de la cission d'écoulement s'écrit alors :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau_c^s - \tau_0} + \tau_{eff}^s \quad (4.49)$$

où τ_{eff}^s est la cission effective. Il convient de rappeler que, par définition, la cission critique d'écoulement τ_c^s est définie par la valeur de $|\tau^s|$ requise pour activer le glissement sans apport de l'activation thermique, ce qui correspond au cas où la contrainte effective est nulle. Ainsi, en remplaçant τ_{eff}^s par 0, on obtient l'équation :

$$\tau_c^s = \tau_0 + (\mu b) \sqrt{\sum_u a^{su} \rho^u} \quad (4.50)$$

En combinant les équations 4.49 et 4.50, il est ainsi possible d'écrire $|\tau_{eff}^s|$ comme une fonction de τ_c^s :

$$|\tau_{eff}^s| = |\tau^s - \tau_0| \text{ avec } \tau_c^s = |\tau^s| \quad (4.51)$$

On peut exprimer la loi d'écoulement en fonction de $|\tau_{eff}^s|$, en utilisant les équations et 4.5 et 4.9 :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \exp \left[-\frac{\Delta G_0}{k_B T} \left(1 - \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^p \right)^q \right] \text{signe}(\tau^s) \quad (4.52)$$

Si l'on introduit l'expression de $|\tau_{eff}^s|$ écrite dans l'équation 4.51, dans la relation établie en 4.52, la loi d'écoulement peut finalement s'écrire en fonction des variables τ^s et τ_c^s :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \exp \left(-\frac{\Delta G_0}{k_B T} \left[1 - \left(\frac{1}{\tau_R} \left[|\tau^s| - \tau_0 - \frac{(\tau_c^s - \tau_0)^2}{|\tau^s| - \tau_0} \right] \right)^p \right]^q \right) \quad (4.53)$$

Cette dernière expression permet de calculer les dérivés respectives de $\dot{\gamma}^s(t)$ par rapport à τ^s et τ_c^s :

$$\left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau^s} \right|_t = \frac{\dot{\gamma}^s \Delta G_0 p q}{\tau_R k_B T} \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^{p-1} \left[1 - \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^p \right]^{q-1} \left[1 + \left(\frac{\tau_c^s - \tau_0}{|\tau^s| - \tau_0} \right)^2 \right] \text{signe}(\tau^s) \quad (4.54)$$

$$\left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau_c^s} \right|_t = \frac{\dot{\gamma}^s \Delta G_0 p q}{\tau_R k_B T} \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^{p-1} \left[1 - \left(\frac{|\tau_{eff}^s|}{\tau_R} \right)^p \right]^{q-1} \frac{2\tau_c^s}{|\tau^s| - \tau_0} \quad (4.55)$$

L'incrément de glissement s'écrit alors :

$$\Delta \gamma^s = \left[\dot{\gamma}^s(t) + \theta \left(\left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau^s} \right|_t \Delta \tau^s + \left. \frac{\partial \dot{\gamma}^s}{\partial \tau_c^s} \right|_t \Delta \tau_c^s \right) \right] \Delta t \quad (4.56)$$

4.3.1.5 Calcul de $\Delta \gamma^s$ par résolution du système forward gradient

La méthode de résolution consiste à expliciter les termes $\Delta \tau^s$ et $\Delta \tau_c^s$ en fonction de $\Delta \gamma^s$, dans le but de faire apparaître un système linéaire de la forme [20] :

$$\sum_u N^{su} \Delta \gamma^u = \left[\dot{\gamma}^s(t) + \bar{Q}^s : \bar{L} \right] \Delta t \quad (4.57)$$

Il sera alors possible de résoudre le système en exprimant N^{su} et \bar{Q}^s à partir de $\Delta \tau^s$ et $\Delta \tau_c^s$.

– **Calcul de $\Delta \tau^s$:**

D'après les relations établies dans le formalisme des grandes transformations (Chapitre 4.3.1), la dérivée temporelle de la cission résolue $\dot{\tau}^s$ peut se mettre sous la forme :

$$\dot{\tau}^s = \bar{R}^s : \bar{D}^e \quad (4.58)$$

Par linéarisation de l'équation 4.57 dans l'intervalle Δt , on en déduit l'expression de $\Delta \tau^s$:

$$\Delta \tau^s = \bar{R}^s : \left(\bar{D} \Delta t - \sum_u \Delta \gamma^u \bar{D}^u \right) \quad (4.59)$$

– **Calcul de $\Delta \tau_c^s$:**

L'évolution de la cission critique s'exerçant sur chacun des systèmes est reliée aux glissements sur l'ensemble des systèmes, par l'intermédiaire de la matrice d'écroutissage notée h^{su} , et s'exprime :

$$\dot{\tau}_c^s = \sum_u h^{su} |\dot{\gamma}^u| \quad (4.60)$$

En combinant les équations 4.17, 4.18 et 4.50, la matrice h^{su} s'exprime de façon identique à celle obtenue par le modèle de comportement de Tabourot et al. [22]

$$h^{su} = \frac{\mu a^{su}}{2} \frac{1}{\sqrt{\sum_t a^{st} \rho^t}} \left(\frac{1}{D_{grain}} + \frac{\sqrt{\sum_{t \neq s} \rho^t}}{K} - \frac{g_c}{b} \rho^u \right) \quad (4.61)$$

La linéarisation de l'équation 4.60 dans l'intervalle Δt permet d'écrire l'expression de $\Delta\tau_c^s$ tel que :

$$\Delta\tau_c^s = \sum_u h^{su} \Delta\gamma^u \text{signe}(\dot{\gamma}^u) \quad (4.62)$$

Or, d'après la relation 4.5, $\text{signe}(\dot{\gamma}^u) = \text{signe}(\tau^u)$ d'où :

$$\Delta\tau_c^s = \sum_u h^{su} \Delta\gamma^u \text{signe}(\tau^u) \quad (4.63)$$

– **Calcul de N^{su} et \bar{Q}^s :**

Pour obtenir la formulation du système forward gradient, exprimée suivant la forme 4.57, il est nécessaire d'introduire les expressions de $\Delta\tau^s$ et $\Delta\tau_c^s$ dans l'équation 4.56 :

$$\Delta\gamma^s + \theta\Delta t \left[\frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau^s} \Big|_t \sum_u \Delta\gamma^u \bar{R}^s : \bar{D}^u - \frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau_c^s} \Big|_t \sum_u h^{su} \Delta\gamma^u \text{signe}(\tau^u) \right] = \left[\dot{\gamma}^s(t) + \theta \frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau^s} \Big|_t \bar{R}^s : \bar{D} \right] \Delta t \quad (4.64)$$

En considérant les notations suivantes :

$$N^{su} = \delta^{su} + \theta\Delta t \left[\frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau^s} \Big|_t \bar{R}^s : \bar{D}^u - \frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau_c^s} \Big|_t h^{su} \text{signe}(\tau^u) \right] \quad (4.65)$$

$$\bar{Q}^s = \theta \frac{\partial\dot{\gamma}^s}{\partial\tau^s} \Big|_t \bar{R}^s \quad (4.66)$$

La résolution du système différentiel de l'équation 4.57 nous permet de calculer numériquement $\Delta\gamma^s$:

$$\Delta\gamma^s = \left| f^s + \bar{F}^s : \bar{L} \right| \Delta t \quad (4.67)$$

avec f^s et \bar{F}^s les solutions de deux systèmes linéaires :

$$\sum_u N^{su} f^u = \dot{\gamma}^s(t) \quad (4.68)$$

$$\sum_u N^{su} \bar{F}^u = \bar{Q}^s \quad (4.69)$$

4.3.1.6 Calcul des incréments de contrainte $\Delta\sigma$, des densités de dislocations $\Delta\rho^s$

À l'instant t , lorsque que l'incrément de glissement a été calculé sur chaque système, l'évolution de l'ensemble des variables du modèle va être calculée par simple linéarisation. Il apparaît donc :

$$\dot{\gamma}^s(t + \gamma t) = \dot{\gamma}^s(t) + \Delta\gamma^s \quad (4.70)$$

– **Calcul de l'incrément de contrainte $\Delta\sigma$:**

L'incrément de contrainte $\bar{\sigma}(t + \Delta t)$ est également calculé de manière explicite, ce qui permet de faire apparaître $\dot{\bar{\sigma}}$:

$$\bar{\sigma}(t + \Delta t) = \bar{\sigma}(t) + \dot{\bar{\sigma}}(t)\Delta t \quad (4.71)$$

L'équation 4.44 permet d'explicitier $\dot{\bar{\sigma}}$, ce qui permet d'écrire :

$$\bar{\sigma}(t + \Delta t) = \bar{\sigma}(t) + \left[\bar{C}^e : \bar{D}^s + \bar{W}\bar{\tau} - \bar{\tau}\bar{W}\Delta t - \sum_s \Delta\gamma^s \bar{R}^s \right] \quad (4.72)$$

– **Calcul de l'incrément de densité de dislocations $\Delta\rho^s$:**

De la même façon, les densités de dislocations ρ^s à $t + \Delta t$ se déduisent de la loi d'évolution (4.17 et 4.18) :

$$\rho^s(t + \Delta t) = \rho^s(t) + \dot{\rho}^s(t)\Delta t \quad (4.73)$$

$$\rho^s(t + \Delta t) = \rho^s(t) + \frac{|\Delta\gamma^s|}{b} \left[\frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u(t)}}{K} - g_c \rho^s(t) \right] \quad (4.74)$$

– **Calcul de l'incrément de rotation du réseau ΔR :**

L'orientation du réseau cristallin à l'instant $(t + dt)$ se calcule d'après la même procédure, à partir de l'équation 4.45 :

$$\bar{R}(t + \Delta t) = \bar{R}(t) + \dot{\bar{R}}(t)\Delta t \quad (4.75)$$

$$\bar{R}(t + \Delta t) = \bar{R}(t) + \left[\bar{I} + \left(\bar{W} - \sum_s \dot{\gamma}^s(t) \bar{m}^s \otimes_A \bar{n}^s \right) \Delta t \right] \quad (4.76)$$

Le schéma d'intégration semi-implicite est associé à une gestion automatique du pas de temps par le code de calcul ABAQUS, ce qui permet de réduire ou d'augmenter la discrétisation en fonction du nombre d'itérations nécessaires pour compléter un incrément.

Conclusion

Un modèle de plasticité cristalline a été implémenté dans le code d'éléments finis ABAQUSTM en grandes déformations, afin de simuler le comportement du composite et notamment celui du molybdène dans le domaine de la transition ductile-fragile.

Pour rendre compte de l'effet de la friction de réseau sur le glissement plastique, une loi de comportement activée thermiquement a été choisie. Une loi d'érouissage, capable de décrire continûment la transition de comportement "basse" et "haute" températures, a été discrétisée sur les 24 systèmes de glissement.

De même, les mécanismes de production et d'annihilation, représentés dans la loi d'évolution des densités de dislocations, présentent une dépendance en température.

La résolution par la méthode "forward gradient" est utilisée pour l'implémentation des lois du modèle dans le code de calcul éléments finis ABAQUS.

Chapitre 5

Modélisation du comportement du molybdène et du composite

Sommaire

4.1	Présentation générale du mésoscope	94
4.2	Modèle de comportement du molybdène	94
4.2.1	Loi d'écoulement	94
4.2.2	Loi d'écroutissage	96
4.2.3	Loi d'évolution des densités de dislocations	98
4.3	Implémentation numérique des équations du modèle	99
4.3.1	Description du formalisme en grandes transformations	99

5.1 Outils de la simulation multi-échelles

Le modèle décrit au chapitre 4 a été adapté au cas d'un matériau biphasé, avec prise en compte de l'endommagement d'une des phases. Dans ce chapitre, nous décrirons brièvement les outils de la simulation multi-échelle (agrégat numérique, maillage, conditions aux limites, identification des paramètres du modèle). Ces outils seront ensuite utilisés pour déterminer les champs mécaniques locaux dans le molybdène puis dans le composite, déformés en compression simple à différentes températures. Nous montrerons que la prise en compte de la percolation et de l'endommagement de la phase TiC est indispensable pour décrire le comportement macroscopique observé.

5.1.1 Choix des agrégats polycristallins

Les calculs s'effectuent sur un agrégat numérique aussi représentatif que possible du matériau. L'agrégat doit avoir la texture initiale globale mais aussi la texture locale du matériau. Les orientations des grains et leur morphologie ne sont donc pas aléatoires. Ce souci de représentativité explique que nous construisons numériquement, lorsque cela est possible, un agrégat à partir de plusieurs couches de grains caractérisées en 2D par EBSD et extrudées sur une épaisseur déterminée par la taille de grains. L'échelle de l'étude, donnée par le pas de l'acquisition EBSD, fixe le nombre d'éléments finis. Plus l'échelle est fine, plus le nombre d'éléments est important et plus le calcul est long, malgré l'utilisation d'éléments à interpolation linéaire et intégration réduite (C3D8R). Les agrégats étudiés ici résultent d'un compromis entre durée de calcul raisonnable et taille de l'agrégat. La détermination de la taille la plus adaptée de l'agrégat est reportée en annexe (B).

5.1.1.1 Agrégat de molybdène

Nous avons vérifié que la texture en EBSD de chaque couche (figure 5.1) utilisée dans la construction de l'agrégat, était représentative de la texture globale de l'échantillon observée par diffraction neutronique.

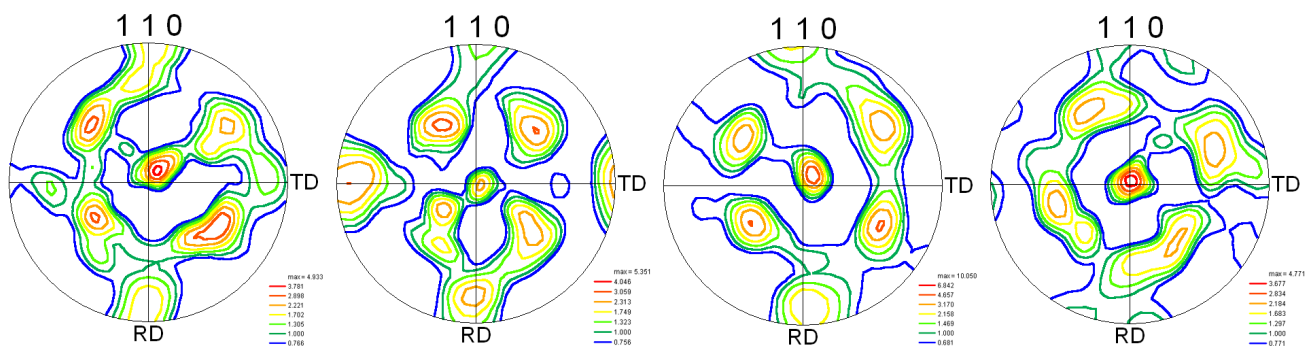
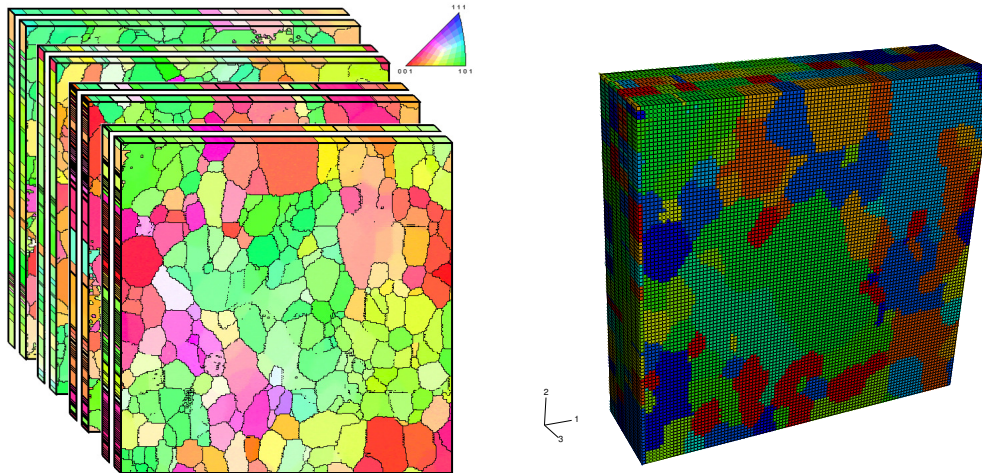


Figure 5.1 – Texture $\langle 110 \rangle$ correspondant aux zones EBSD choisies pour les quatre couches dans l'agrégat de molybdène.

L'agrégat numérique est constitué de 8 couches d'éléments (chacune comprenant 10 000 éléments) provenant de 4 cartes EBSD de $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $0,3 \mu\text{m}$). Chaque carte est extrudée pour donner une épaisseur de maillage équivalente à la taille de grain (figure 5.2). Au total l'agrégat est constitué de 80 000 éléments.



(a) Construction de l'agrégat de 8 couches (quatre fois 2 couches identiques).

(b) Agrégat numérique du molybdène.

Figure 5.2 – Agrégat numérique du molybdène reconstruit à partir de quatre acquisitions EBSD

Remarque : cette technique d'obtention d'un agrégat donne la bonne texture, mais les grains sont colonnaires et ne se raccordent pas parfaitement cela peut donc engendrer des contraintes internes supplémentaires. La méthode d'obtention de couches par polissage manuel n'est pas possible ici, compte tenu de la taille de grains trop petite.

5.1.1.2 Agrégats du composite

Du fait de sa mise en forme par HIP, la morphologie du composite est isotrope. Lors de cette étude, deux agrégats numériques désignés par A et B respectivement ont été réalisés :

L'agrégat A est obtenu, comme pour le molybdène, à partir de 4 cartes EBSD de surface $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ donnant 8 couches d'éléments (figures 5.3). L'agrégat A ne présente pas de percolation de la phase carbure au sein de la structure. Cet agrégat a permis de mettre au point les calculs. Son volume est de $30 \times 30 \times 8 \mu\text{m}^3$.

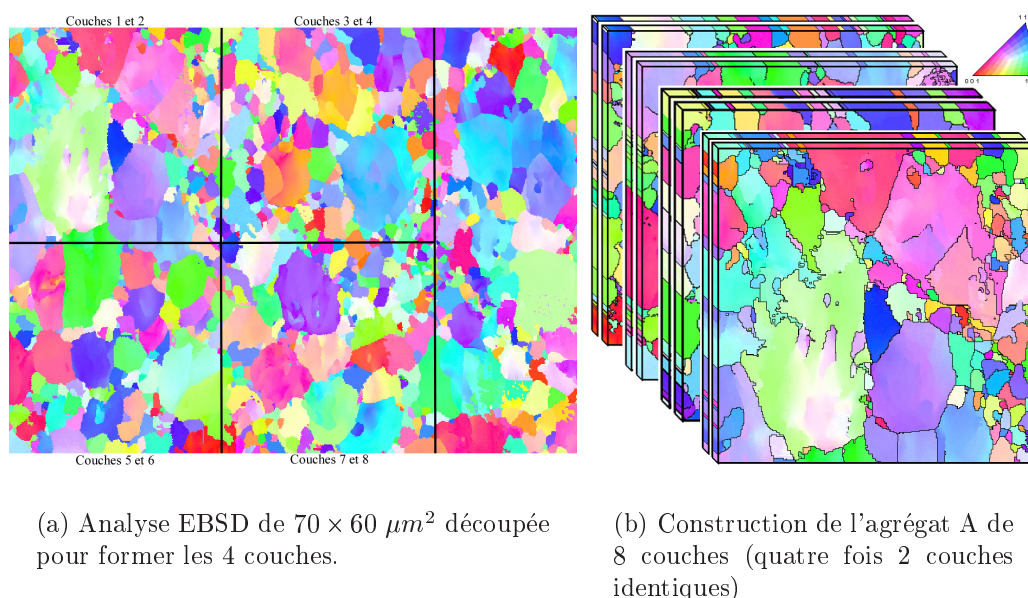


Figure 5.3 – Agrégat A reconstruit à partir d'une seule acquisition EBSD.

L'agrégat B ($30 \times 30 \times 6,6 \mu\text{m}^3$) a été obtenu plus tardivement en utilisant un microscope électronique à balayage équipé d'une caméra EBSD couplée à une Sonde Ionique Focalisée, plus connue sous sa dénomination anglophone de Focused Ion Beam (FIB). Le FIB est une technique de micro-usinage par faisceau d'ions focalisés (ici Gallium). Il devient possible, avec cette technique, d'échantillonner, à l'échelle du micromètre et de manière contrôlée, des zones cibles d'un échantillon hétérogène complexe. Couplée au MEB-EBSD (figure 5.4), les capacités de cet instrument s'étendent au domaine de la reconstruction 3D des microstructures.

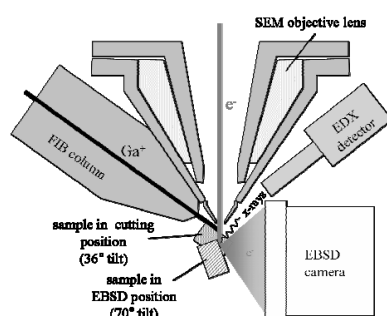


Figure 5.4 – Schéma de l'installation du MEB avec caméra EBSD couplée au FIB.

L'agrégat B, réalisé au Max Planck Institute de Düsseldorf, est obtenu par abrasion de la surface de l'échantillon de façon assez fine (ici 300 nm), afin d'obtenir plusieurs coupes d'un grain suivant sa profondeur (figure 5.5).

Pour chaque coupe réalisée, une analyse EBSD a été effectuée. Ainsi, l'agrégat

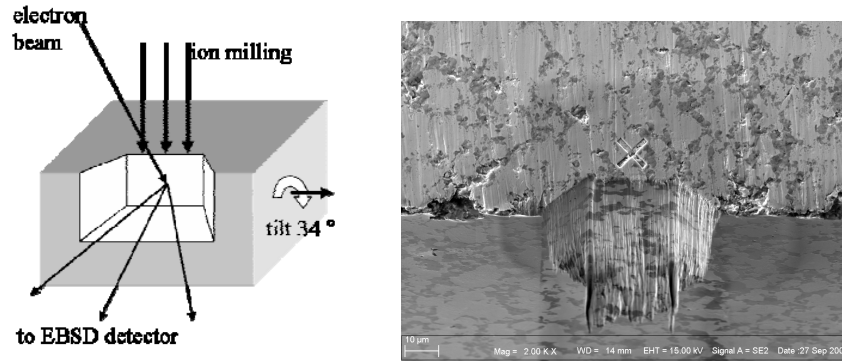


Figure 5.5 – Schéma du principe d'usinage par FIB et cliché MEB du résultat obtenu après usinage de l'agrégat.

obtenu, de surface $30 \times 30 \mu\text{m}^2$ est constitué de 22 couches d'éléments cubiques de $0,3 \mu\text{m}$ de côté, ce qui correspond à une taille finale de $30 \times 30 \times 6,6 \mu\text{m}^3$. Il s'agit donc d'un agrégat numérique qui contient 220 000 éléments 3D à interpolation linéaire et intégration réduite (C3D8R) (figure 5.6).

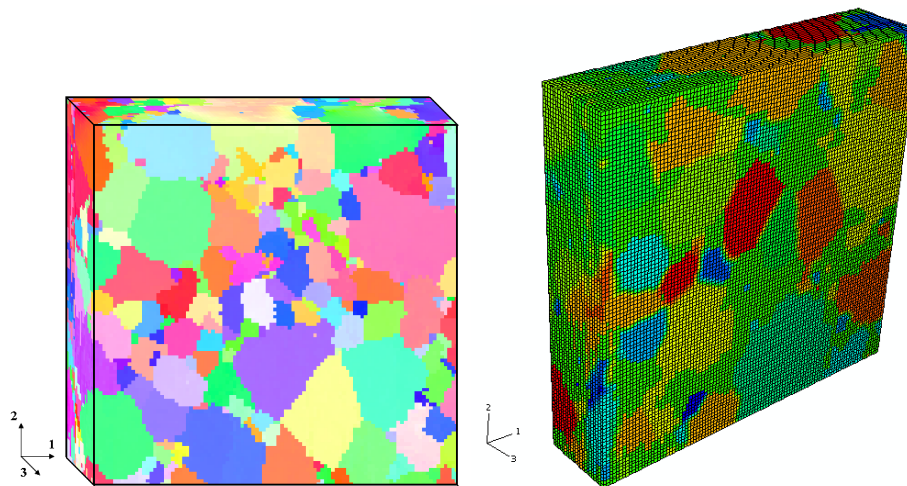


Figure 5.6 – Agrégat numérique reconstruit à partir des couches EBSD obtenues par FIB.

5.1.2 Génération du maillage et conditions aux limites

Les données EBSD ont été retraitées par l'intermédiaire du logiciel OIM Analysis, afin de corriger les erreurs d'indexation dues à un mauvais état de surface de l'échantillon (rayures) ou à un écrouissage de surface.

En chaque élément du maillage sont attribués un triplet d'angles d'Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) , les caractéristiques matériau, un indice de phase, une densité de dislocations initiale ρ identique pour tous les systèmes, une loi de comportement et une loi d'évolution des densités de dislocations.

Au début du calcul, les grains d'une même phase ne se distinguent que par leur orientation cristalline. Pendant la déformation, chaque point de Gauss évolue différemment (rotation du réseau, évolution des densités de dislocations).

Les conditions aux limites utilisées dans le cadre des simulations sont les suivantes : en considérant la sollicitation en compression suivant la direction $\vec{2}$, la face supérieure ($\vec{n} = \vec{2}$) de l'agrégat est bloquée dans cette direction ($u_2 = 0$) (figure 5.7).

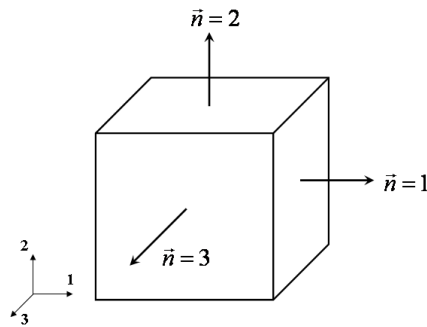


Figure 5.7 – Représentation des normales sur les faces de l'agrégat numérique.

Des conditions en déplacement sont appliquées sur la face inférieure ($\vec{n} = -\vec{2}$), alors que la face la plus profonde ($\vec{n} = -\vec{3}$) de l'agrégat est bloquée dans la direction $\vec{3}$ ($u_3 = 0$). Enfin, un nœud est bloqué dans les trois directions afin d'éviter toute rotation de corps rigide.

5.1.3 Identifications des paramètres

La démarche multi-échelles mise en place fait intervenir un certain nombre de paramètres. On peut de manière raisonnable en choisir certains en se basant sur des résultats de la littérature et borner ceux qui restent inconnus afin de faciliter la procédure d'identification. La partie suivante explique ces choix et récapitule les paramètres inconnus en début d'optimisation.

Choix des paramètres

Certains paramètres sont issus de la bibliographie ou des observations microstructurales.

- Ainsi, les paramètres d'élasticité du molybdène ($E=340$ GPa et $\nu=0,3$) et du carbure de titane ($E=440$ GPa et $\nu=0,19$) issus de la bibliographie et vérifiés par nanoindentation (chapitre 2.2.1), ont permis via les formules de l'élasticité linéaire de déterminer λ et μ .

Les observations en microscopie en transmission ont permis d'accéder aux densités de dislocations initiales : $\rho_{Mo} = 10^{12} m^{-2}$ et $\rho_{TiC} = 10^{13} m^{-2}$ ainsi qu'à

la taille de grains ($\phi_{Mo} = 3 \mu m$ et $\phi_{TiC} = 2 \mu m$).

- Dans un souci de simplification, la matrice d'interaction a^{su} du molybdène a été supposée isotrope. Tous les coefficients ont été fixés à 0,01 et ne dépendent pas de la température.
- Les valeurs initiales des paramètres reliés à l'activation thermique ΔG_0 , τ_R , p et q ont été fixées d'après les données bibliographiques [142][113] puis validées grâce aux mesures expérimentales pour déterminer ΔG_0 (chapitre 3.2.2.2).
- La non-équivalence entre les systèmes de glissement $\{110\}$ et $\{112\}$ n'a pas été prise en compte, car les températures ($T < 0 \text{ }^\circ\text{C}$ pour le molybdène) pour lesquelles la loi de Schmid n'est pas respectée, n'ont pas été explorées dans ces travaux. Les cissions critiques initiales sont supposées identiques sur tous les systèmes de glissement : le paramètre τ_0 ne prend en compte que l'influence des impuretés que l'on va traduire par une dépendance à la température.

L'optimisation : une démarche itérative

Les autres paramètres des lois cristallines liées au molybdène ont été identifiés par approche inverse, en utilisant le logiciel d'optimisation Sidolo, développé par Pilvin [143]. Ce logiciel utilise un algorithme de minimisation consistant en une comparaison quantitative entre résultats expérimentaux et simulation numérique.

Néanmoins, la comparaison avec l'analyse expérimentale ne permet de caractériser que certaines variables du modèle : il s'agit des variables observables, notées Z . La procédure d'identification consiste à minimiser une fonctionnelle $L(A)$ qui mesure l'écart entre les grandeurs simulées par le modèle et les mêmes grandeurs mesurées expérimentalement. La fonctionnelle est donnée par :

$$L(A) = \sum_{j \in E} \left\{ \int_{t \in I_j} |Z_j^{exp}(t) - Z_j^{sim}(A, t)| dt \right\} \quad (5.1)$$

Il convient alors de déterminer un jeu de coefficients A qui minimise cette fonctionnelle, Z^{exp} et Z^{sim} étant respectivement les résultats expérimentaux et simulés.

L'identification a été réalisée sur une base expérimentale constituée de cinq essais de compression réalisés à 25, 150, 300, 500 et 700 $^\circ\text{C}$ pour une vitesse de sollicitation $\dot{\epsilon} = 5.10^{-4} s^{-1}$. Les paramètres sont bornés lors du processus d'identification, afin qu'ils gardent une signification physique.

Afin de s'affranchir des calculs de microstructure, le processus d'identification a été réalisé à l'aide d'un modèle d'homogénéisation de type Berveiller-Zaoui appliqué sur 500 orientations représentatives d'une texture isotrope. Ce calcul a permis d'identifier un premier jeu de paramètres. Toutefois, il convient de rappeler que le modèle d'homogénéisation ne permet pas de rendre compte de façon réaliste les in-

teractions entre grains de différentes orientations cristallographiques.

Par conséquent, un couplage entre le code d'éléments finis *ABAQUSTM*, dans lequel le modèle de comportement a été implémenté en grandes transformations, et Sidolo a été réalisé, afin de simuler l'évolution de ces variables observables. Ainsi, les calculs sont réalisés sous *ABAQUSTM* sur un agrégat cubique composé de 512 orientations cristallographiques représentatives de la texture isotrope du matériau, puis Sidolo permet de minimiser l'écart expérience-simulation (résultant des calculs *ABAQUSTM*) en effectuant des itérations sur le jeu de paramètres. L'interface entre Sidolo et *ABAQUSTM* a été décrite dans les travaux de Libert [11].

Lors de l'identification, l'adéquation simulation-expérience au début des courbes de compression n'est pas considérée en raison des paliers de Lüders car ce phénomène n'est pas pris en compte par le modèle.

Les parties élastique et plastique (notamment l'écroutissage) sont correctement décrites par la simulation. Néanmoins, en raison du caractère limité de la base expérimentale en regard du grand nombre de paramètres du matériau, il s'agit de rester prudent sur l'identification des paramètres, car il est tout à fait possible de trouver un jeu de paramètres totalement différent qui s'accorderait avec les essais mécaniques. Cependant, le risque a été limité par l'identification d'un nombre importants de paramètres par d'autres méthodes et le fait d'imposer des bornes de sens physiques lors de l'identification.

Les paramètres identifiés : résultats de l'optimisation

Le jeu de paramètres identifié, ainsi qu'un rappel de l'ensemble des paramètres utilisés dans les modélisations, est donné dans le tableau 5.1.

Tableau 5.1 – Paramètres identifiés et utilisés dans la modélisation
Paramètres choisis ou connus pour le molybdène

E (GPa)	ν	$a^{ss} a^{su}$	D_{grain}	$\rho_0 (m^{-2})$	$\dot{\gamma}_0 (s^{-1})$
340	0,3	0,01	3 μm	10^{12}	10^{-1}
b (nm)	$E_{gc}(eV)$	$\Delta G_0 (eV)$	$\tau_R (MPa)$	p	q
0,2725	2, 17.10^{-2}	1,1	498	0,5	1,5

Paramètres identifiés pour le molybdène			
T	$\tau_0 (MPa)$	K	$g_c (nm)$
25°C	125	440	20
150°C	70	80	12
300°C	70	50	26
500°C	70	50	30
700°C	70	30	36

Paramètres pour le TiC	
E (GPa)	ν
440	0,19

L'identification conduit à une évolution de la valeur de τ_0 en fonction de la tem-

pérature. Cette évolution peut être reliée à l'influence des impuretés, plus importante à basse température. En effet, de façon concomitante à l'évolution du paramètre τ_0 , la présence des paliers de Lüders est plus marquée.

De plus, les évolutions des paramètres K et g_c avec la température sont en accord avec les changements de mécanismes de multiplication et d'annihilation des dislocations, dans le domaine de transition du comportement plastique [136].

5.2 Modélisation à l'échelle de l'agrégat pour le molybdène

Après vérification de l'identification pour les cinq températures étudiées (25, 150, 300, 500 et 700 °C), les cartes de déformation et de contraintes obtenues par simulation sont analysées.

5.2.1 Résultats de l'identification

Les simulations des courbes macroscopiques de compression du molybdène à différentes températures ont été conduites avec le jeu de paramètres du tableau 5.1. On constate, sur la figure 5.8, un bon accord entre les courbes expérimentales et les courbes simulées, au-delà du plateau de Lüders qui n'est pas pris en compte.

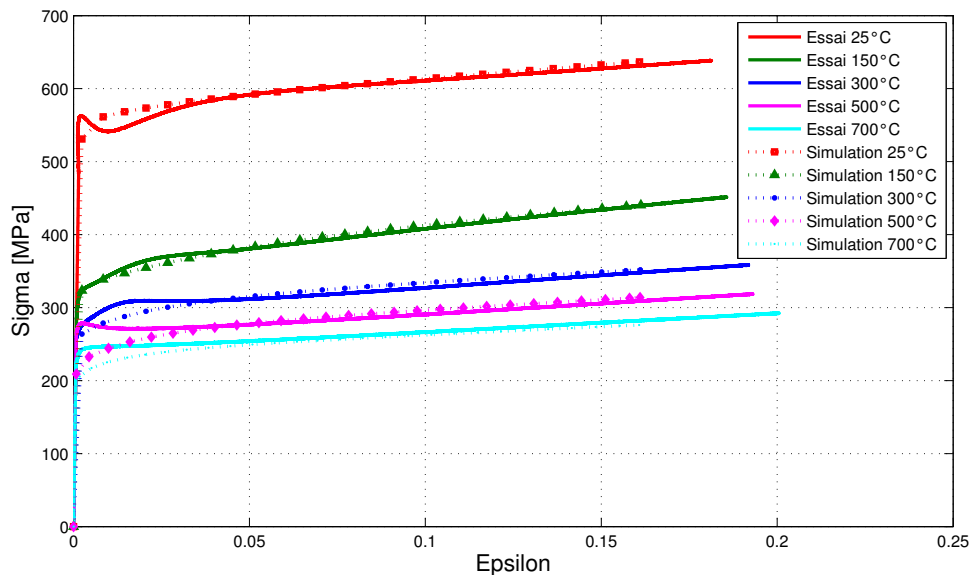


Figure 5.8 – Comportement macroscopique du molybdène en compression simple $F/S = f(\varepsilon)$: résultats expérimentaux et résultats des simulations aux différentes températures d'identification.

Afin de valider le modèle, les essais de sauts de vitesse pour différentes tempéra-

tures ont été simulés avec le jeu de paramètres identifié en compression simple. Les courbes sont données sur la figure 5.9.

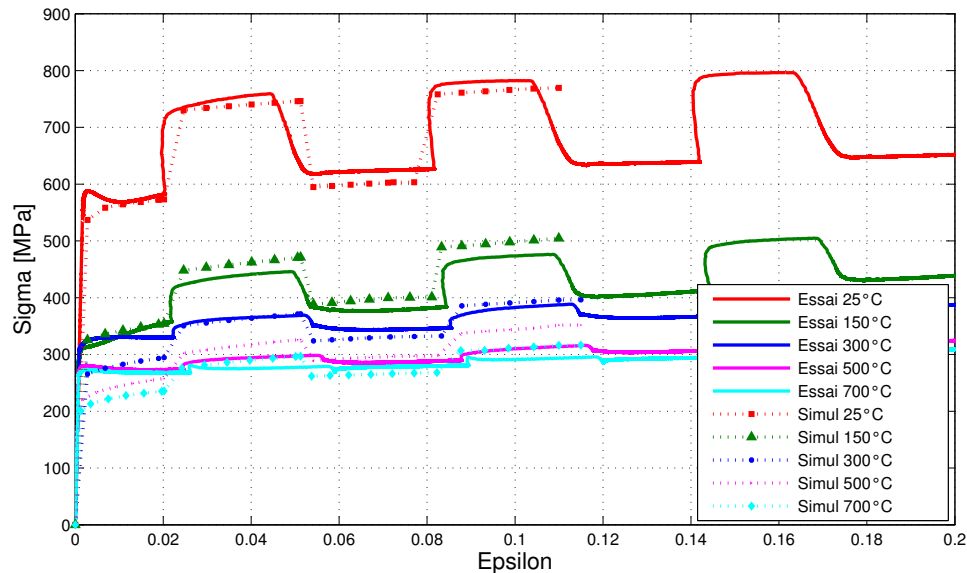


Figure 5.9 – Molybdène : Courbes expérimentales et simulées de sauts de vitesse en compression.

La comparaison des valeurs expérimentales et simulées des sauts de contrainte est donnée figure 5.10. On constate que les variations de $\Delta\sigma$ avec la température sont faibles à basse température. En revanche, à partir de 300 °C, les valeurs simulées sont de 20 MPa en dessous des valeurs expérimentales.

L'analyse des sauts de contraintes simulés en fonction de la température a permis de recalculer un volume d'activation et de le comparer avec les valeurs estimées expérimentalement (figure 5.11). Les valeurs expérimentales et simulées du volume d'activation sont proches en dessous de 300 °C mais diffèrent notablement pour les hautes températures.

L'écart entre expérience et simulation est attribuable à une sous-estimation de la sensibilité à la vitesse de sollicitation. Néanmoins, l'écart des volumes d'activation à 500 °C, qui restent du même ordre de grandeur, s'explique en partie par le fait que l'estimation expérimentale du saut de contraintes est assez délicate et constitue une source d'erreur difficile à quantifier.

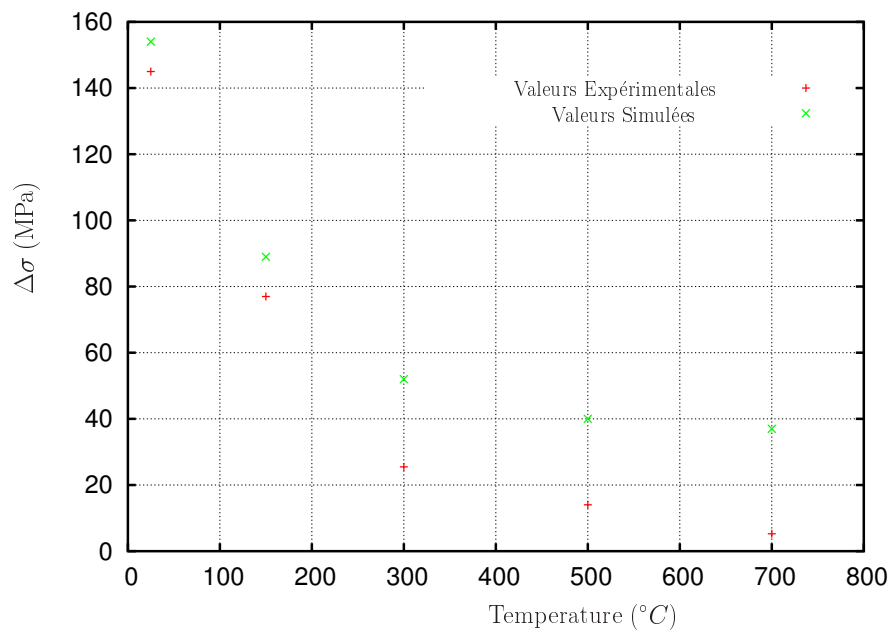


Figure 5.10 – Molybdène : Évolution expérimentale et simulée des sauts $\Delta\sigma$ en fonction de la température.

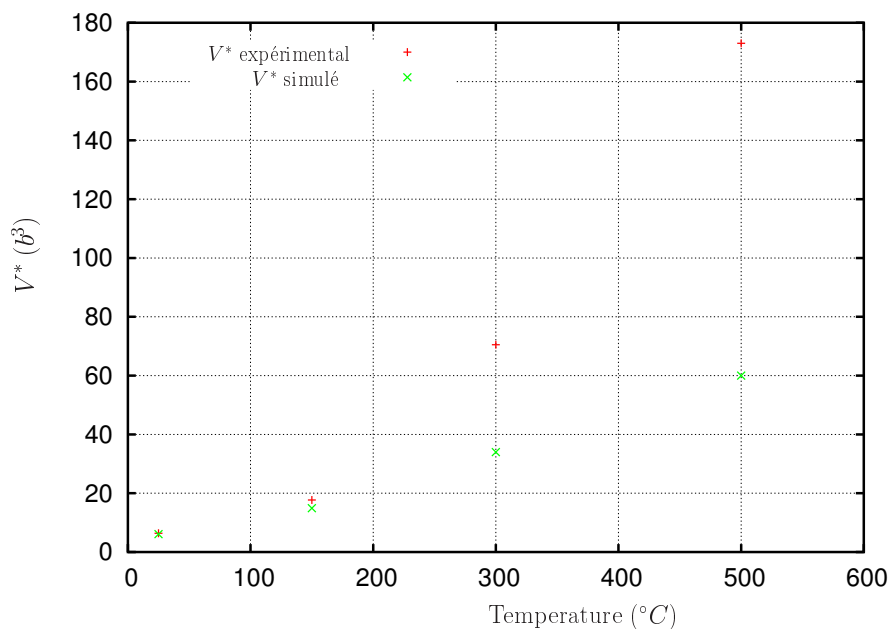


Figure 5.11 – Molybdène : Évolution expérimentale et simulée du volume d'activation V^* en fonction de la température.

5.2.2 Effet des mécanismes de plasticité dans le polycristal de molybdène

Dans cette partie, nous analyserons seulement les résultats des simulations réalisées à 25°C ($< T_a$) et 500°C ($> T_a$), afin de montrer l'effet de la température sur les mécanismes observés. Seules quelques cartographies sont présentées dans cette partie, les autres étant en annexe C.

Simulation réalisée à 25°C

Il s'agit, dans cette partie, d'étudier les hétérogénéités locales par l'intermédiaire de l'observation de cartographies des champs locaux. Les figures 5.12 et 5.13 représentent les cartes de déformation locale ε_{22} et de contrainte équivalente au sens de von Mises dans une couche centrale de l'agrégat à 25 °C pour trois déformations macroscopiques ($E_{22} = 0,03$, $E_{22} = 0,07$ et $E_{22} = 0,15$).

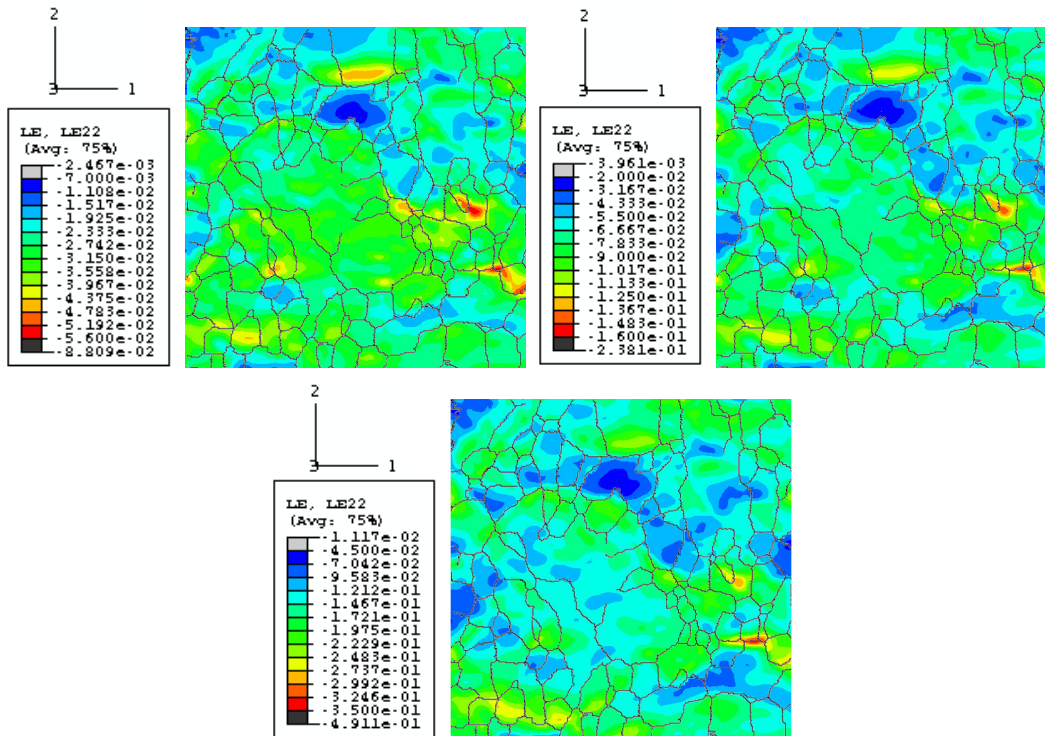


Figure 5.12 – Déformation dans la direction de compression (ε_{22}) pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25\text{ °C}$

L'allure des champs de déformation montre l'apparition de zones de déformation localisée. Ces hétérogénéités sont essentiellement dues à l'interaction entre grains d'orientations cristallographiques différentes. Les cartes du nombre de systèmes actifs dans l'agrégat (figure 5.14) au cours de la déformation montrent aussi que la localisation de la déformation se fait dans des grains ayant une orientation particulière par rapport à l'axe de sollicitation et une taille importante. Néanmoins, le

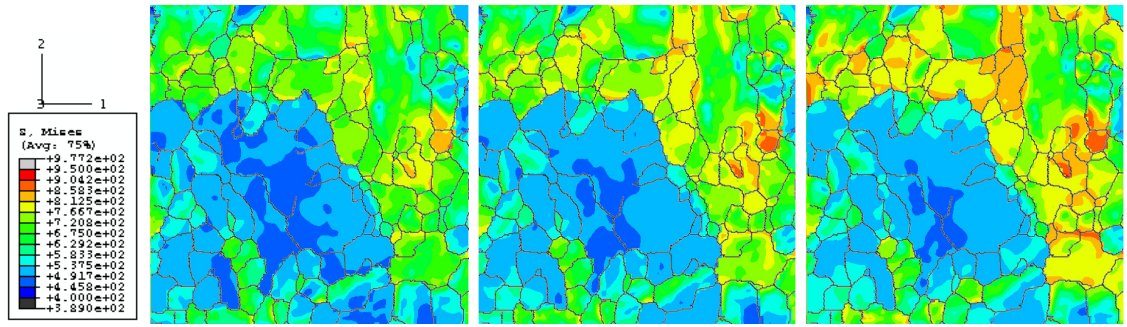


Figure 5.13 – Contrainte équivalente de von Mises (σ_{mises}) pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$

nombre de systèmes actifs est bien plus important que ce qui a pu être observé expérimentalement. Cette différence vient de l'hypothèse d'isotropie de la matrice d'écroutissage.

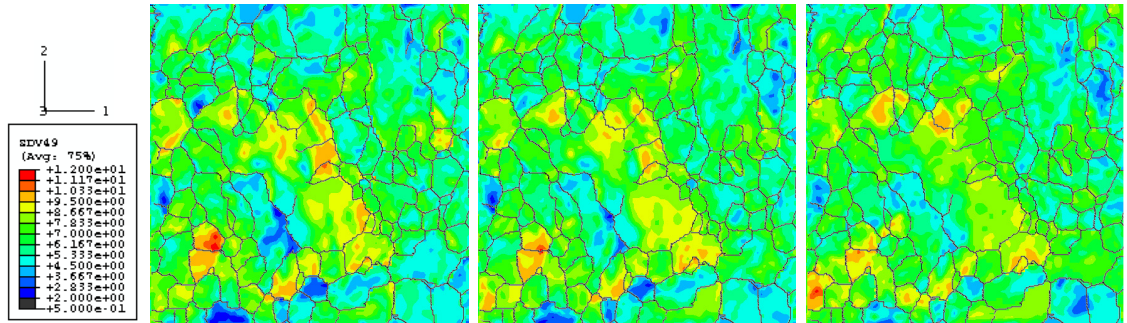


Figure 5.14 – Nombre de systèmes actifs pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$

Les figures 5.15 et 5.16 présentent l'évolution de l'orientation des grains au cours de la déformation.

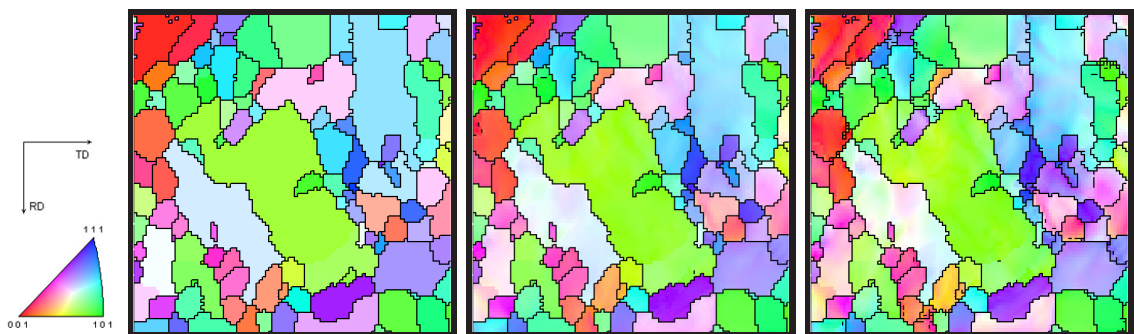


Figure 5.15 – Cartes d'orientation pour $E_{22} = 0 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$ suivant RD (axe de compression).

L'observation des cartes d'orientation 5.15 et 5.16, apporte des informations sur

les mécanismes de plasticité :

- Les grains orientés favorablement par rapport à l'axe de compression et de taille élevée concentrent le plus grand nombre de systèmes actifs.
- Les contraintes se concentrent dans les grains de plus petite taille et d'orientation différente.

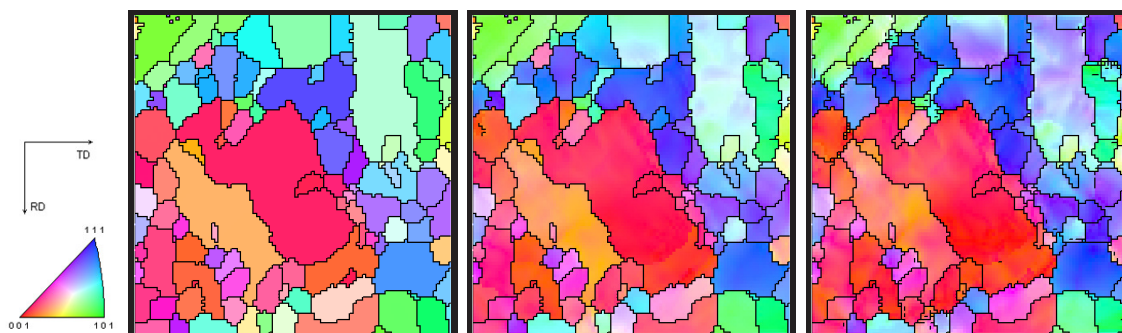


Figure 5.16 – Cartes d'orientation pour $E_{22} = 0 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=25 \text{ }^\circ\text{C}$ suivant TD.

Simulation réalisée à 500°C

Les figures 5.17 et 5.18 représentent les cartes de contrainte équivalente au sens de von Mises et de déformation locale ε_{22} pour les simulations réalisées à 500°C . Un phénomène d'homogénéisation des contraintes et des déformations, pour les simulations à plus haute température, est observé.

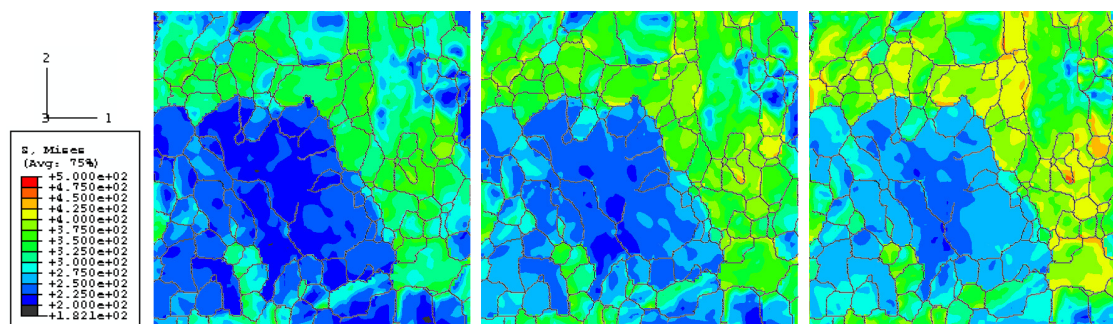


Figure 5.17 – Contrainte équivalente de von Mises (σ_{mises}) pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=500 \text{ }^\circ\text{C}$

De même, les cartes des nombres de systèmes actifs dans l'agrégat (figure 5.19) montrent que leur représentation est beaucoup plus homogène à 500°C qu'à 25°C .

D'après ces résultats, on constate que :

- la position dans les grains des hétérogénéités des champs de contrainte et de déformation ne varient pas avec l'augmentation de déformation, seules les amplitudes augmentent ;

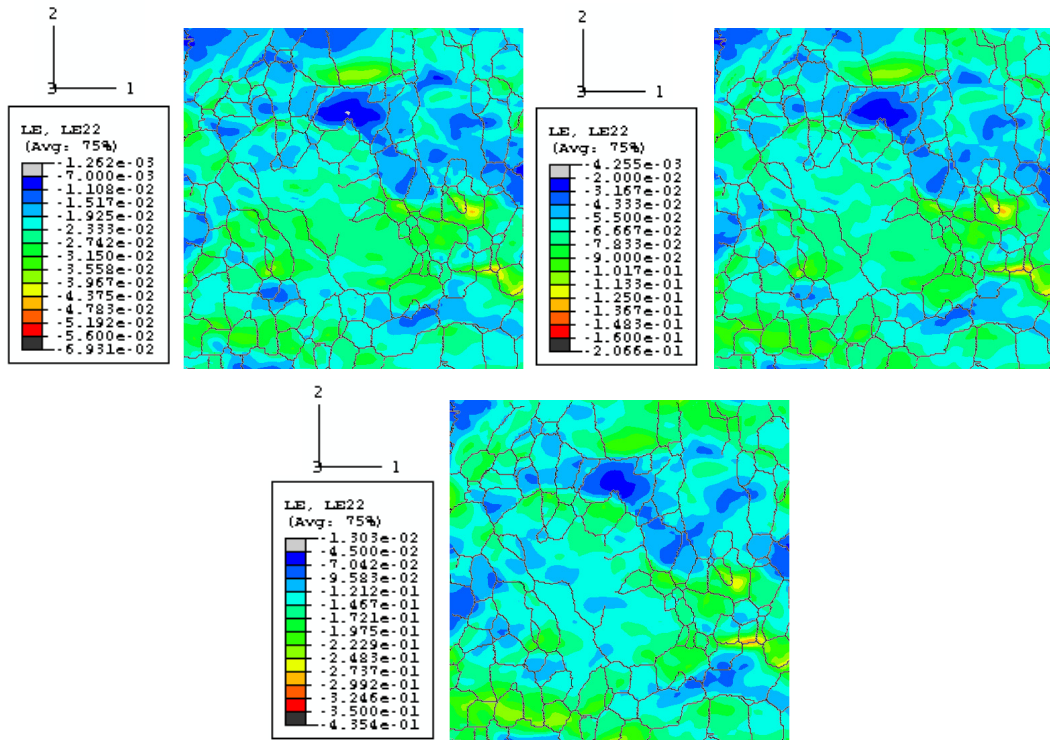


Figure 5.18 – Déformation dans la direction de compression (ε_{22}) pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=500 \text{ °C}$.

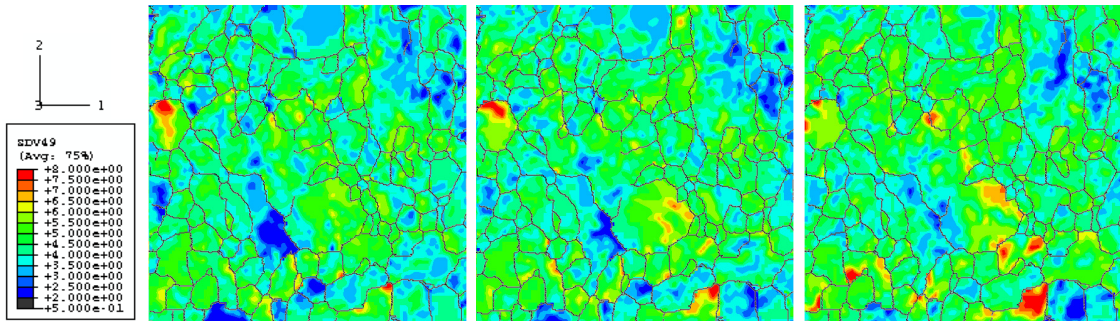


Figure 5.19 – Nombre de systèmes actifs pour $E_{22} = 3 \%$, $E_{22} = 7 \%$ et $E_{22} = 15 \%$ dans le molybdène à $T=500 \text{ °C}$.

- la température modifie assez peu la répartition et la position des zones de concentration de contrainte et de déformation. En revanche, l'amplitude des contraintes et des déformations diminue lorsque la température augmente.

Ces tendances apparaissent sur les histogrammes des figures 5.20 et 5.21. Pour une déformation macroscopique de 15 %, les diagrammes de σ_{22} en fonction de la température montrent que le taux d'hétérogénéités donné par la largeur des pics à mi-hauteur décroît lorsque la température augmente.

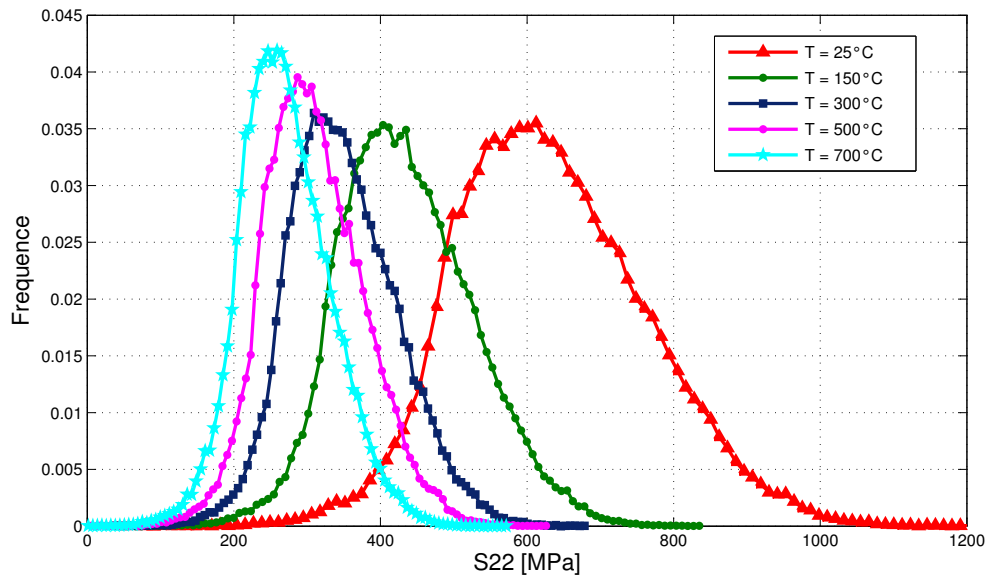


Figure 5.20 – Distribution de la contrainte axiale dans l’agrégat numérique en fonction de la température pour $E_{22} = 0, 15$.

La distribution des contraintes de von Mises, présentée sur la figure 5.21, est bimodale. Il est possible que cette bimodalité provienne de la présence de deux familles de taille de grains et/ou d’orientation spécifique par rapport à l’axe de compression.

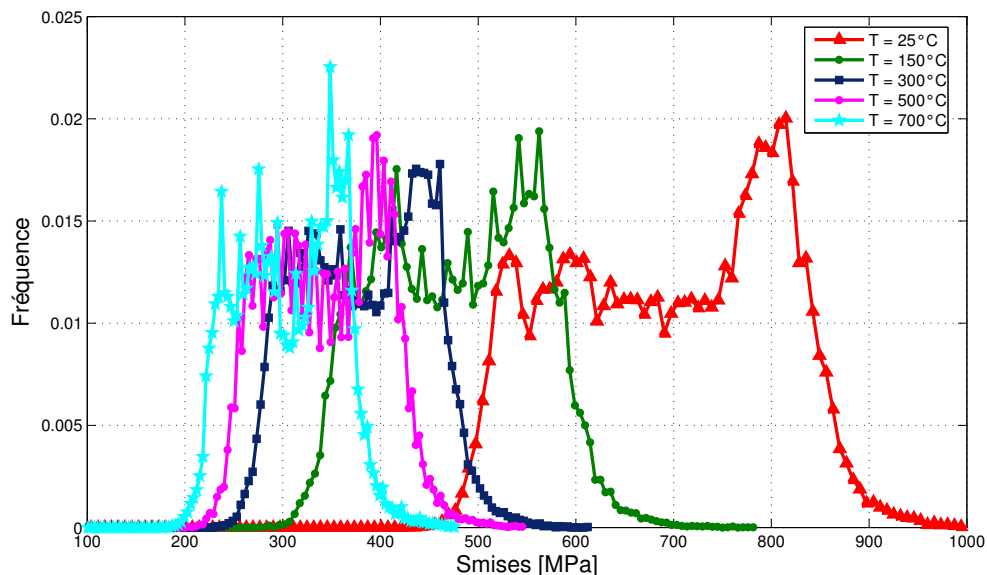


Figure 5.21 – Distribution de la contrainte de von Mises dans l’agrégat numérique en fonction de la température pour $E_{22} = 0, 15$.

Un des gros intérêts du calcul sur agrégat est de capter des effets de voisinage, non seulement sur les hétérogénéités intragranulaires, mais aussi sur les contraintes moyennes dans les grains. Les figures 5.22 et 5.23 présentent les courbes de comportement moyennes de chacun des 1000 grains constituant 4 des 8 couches de l'agrégat numérique à 25 °C et 500 °C.

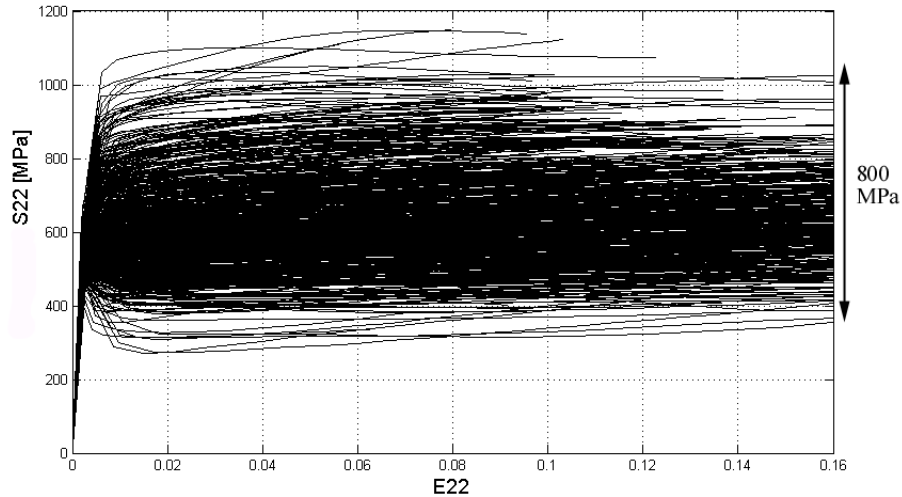


Figure 5.22 – Différentes trajectoires de comportement empruntées en moyenne par chaque grain en cours de compression à 25 °C.

Les faisceaux de courbes présentés sont assez caractéristiques des conclusions tirées des observations des cartographies de champs locaux. En effet, on note que les différences de contrainte atteinte, entre le grain le plus chargé et le grain le moins chargé sont beaucoup plus importantes à 25 °C (800 MPa) qu'à 500 °C (400 MPa).

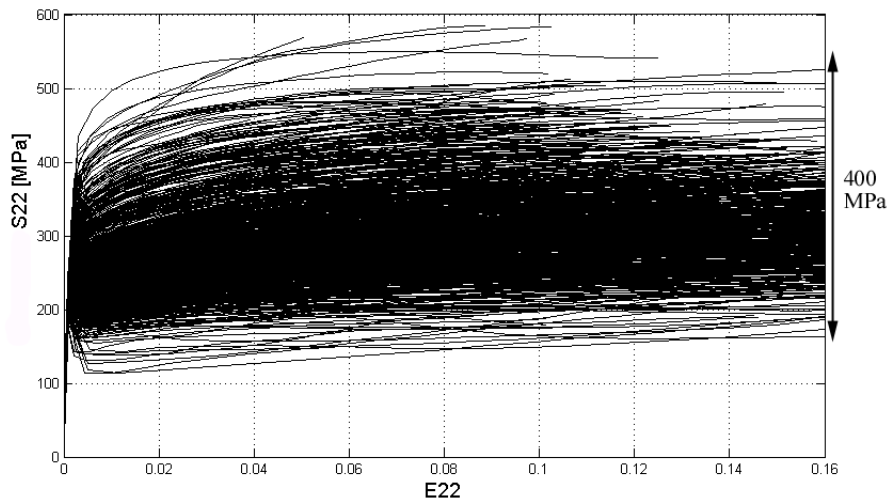


Figure 5.23 – Différentes trajectoires de comportement empruntées en moyenne par chaque grain en cours de compression à 500 °C.

L'explication vient de ce que l'accommodation entre grains est beaucoup plus

limitée à 25 °C ($T < T_a$), du fait du faible mouvement des dislocations, ce qui entraîne localement une augmentation de contrainte.

On note quelques grains au "comportement" relativement inhabituel sur ces figures : ils semblent se "décharger", puis se charger à nouveau. Plusieurs tentatives ont été menées afin de corrélérer cette "décharge" apparente avec différents paramètres tels que le nombre de systèmes activés ou la densité de dislocations, mais sans succès. Néanmoins, cette décharge dans l'axe de compression de certains grains s'explique par une forte traction dans les directions transverses en début de déformation macroscopique. En effet, on peut facilement imaginer que les grains adjacents, en plastifiant beaucoup moins, exercent cette traction, qui entraîne une baisse de la contrainte dans la direction de compression pour équilibrer la pression.

5.3 Modélisation des champs locaux dans le composite

5.3.1 Champs mécaniques locaux dans le composite

Résultats sur Agrégat A

Dans toutes les simulations, le TiC est considéré en première approximation comme élastique isotrope. La figure 5.24 regroupe les courbes expérimentale et simulée du composite (agrégat A) ainsi que les courbes simulées des contributions du molybdène et du TiC.

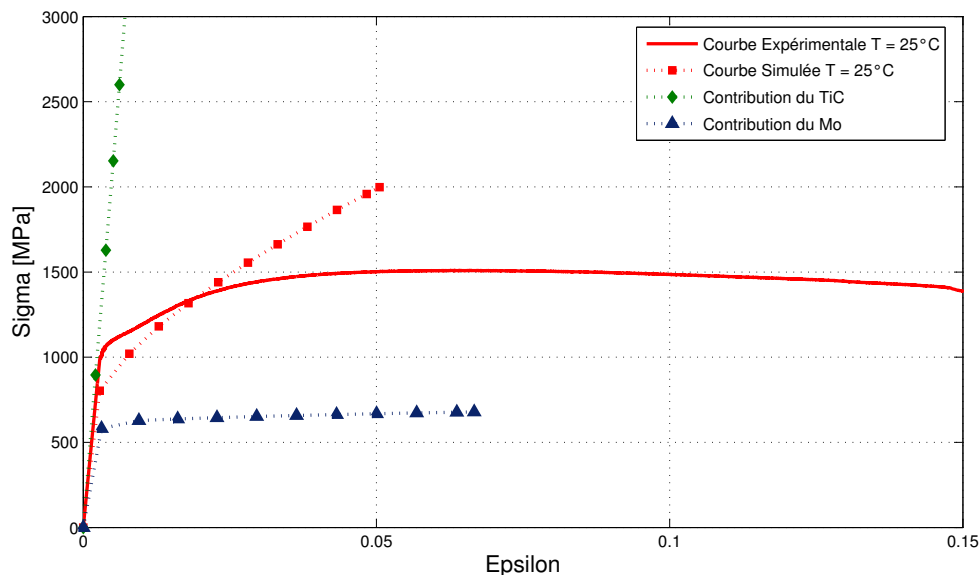


Figure 5.24 – Agrégat A : Courbes expérimentale et simulée de tests de compression à 25 °C - Contribution de chacune des phases

La courbe de compression simulée de l'agrégat A présente une limite élastique faible et un écrouissage important, comparés à ceux du composite mesurés expérimentalement.

Les origines de ces différences sont multiples :

- la percolation n'est pas prise en compte dans l'agrégat A, ce qui fait que la phase molybdène accommode les contraintes internes dès le début de la déformation, d'où une faible limite d'élasticité. Dans la réalité, il est possible que le squelette de TiC supporte la contrainte puis s'endommage ;
- l'agrégat A est formé de grains colonnaires qui ne se raccordent pas, cela a tendance à augmenter numériquement la contrainte calculée créant ainsi des contraintes internes parasites.

Pour mieux comprendre l'origine de ces différences, il est cependant intéressant d'examiner, pour cet agrégat, la déformation principale maximale, la contrainte principale maximale et la contrainte dans la direction de compression, dans les deux phases, pour une déformation macroscopique de $E = 1\%$ à une température de 25 C (figures 5.25, 5.26 et 5.27).

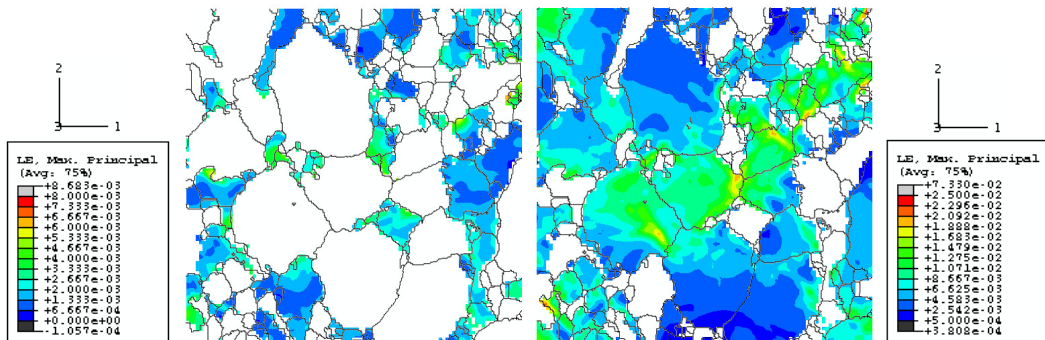
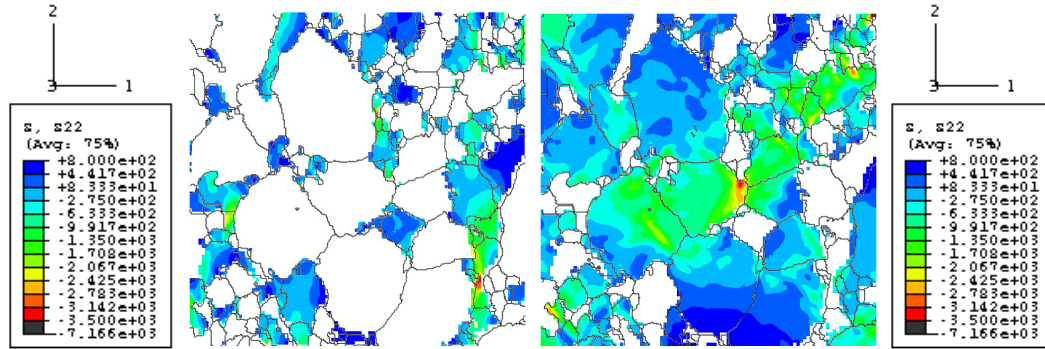


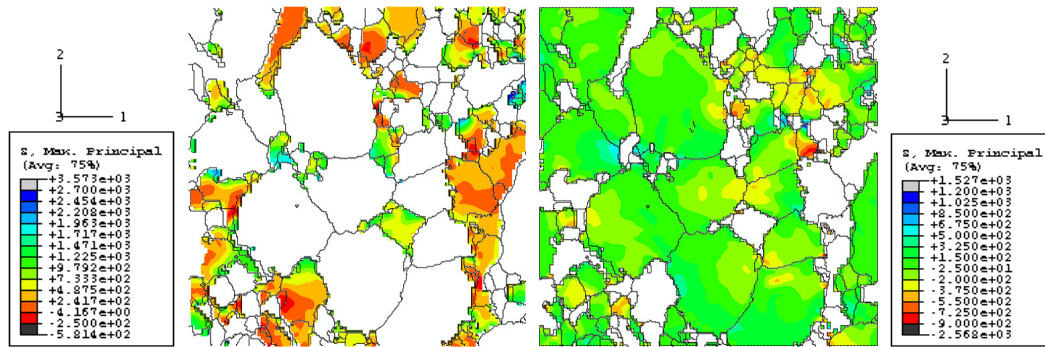
Figure 5.25 – Déformation $\varepsilon_{MaxPrinc}$ dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

On constate que :

- La déformation principale atteint 2 % dans le molybdène et 0,3 % dans le TiC.
- La contrainte de compression σ_{22} atteint dans les ponts étroits reliant les îlots de TiC des valeurs comprises entre 3500 et 7000 MPa (ce qui est supérieur à sa contrainte critique de rupture σ_{max} en compression qui est d'environ 3500 MPa).
- Dans le TiC, la contrainte principale maximale peut être positive ou négative selon la position et probablement l'orientation du grain. On atteint très localement des contraintes de traction de 2700 MPa.


 (a) Contrainte σ_{22} dans le TiC.

 (b) Contrainte σ_{22} dans le Mo.

 Figure 5.26 – Cartes des contraintes σ_{22} pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25^\circ\text{C}$.

 (a) Contrainte $\sigma_{MaxPrinc}$ dans le TiC.

 (b) Contrainte $\sigma_{MaxPrinc}$ dans le Mo.

 Figure 5.27 – Cartes des contraintes $\sigma_{MaxPrinc}$ pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25^\circ\text{C}$.

Or la résistance en traction des céramiques est bien moindre que la résistance en compression sachant qu'elle est de l'ordre de :

$$\sigma_{tract} \approx \frac{\sigma_{comp}}{15} \text{ avec } \sigma_{tract} = \frac{K_{IC}}{\sqrt{\pi a}} \quad (5.2)$$

où K_{IC} est le facteur critique d'intensité des contraintes (ténacité) et a est la taille moyenne des fissures. Les contraintes agissant en traction sur les particules de céramique sont donc fragilisantes voire endommageantes pour celles-ci. De plus, la lecture des cartographies permet d'observer que, dès les premiers stades de déformation dans le TiC, $\sigma_{tract} > \sigma_{critique}$, alors que dans le molybdène $\sigma_{comp} < \sigma_{critique}$ pour le même état de déformation. Les résultats de cette simulation montrent qu'un modèle d'endommagement doit être implémenté dans le modèle de comportement du TiC. Le critère d'endommagement devra être basé sur la valeur des contraintes principales maximales positives présentes dans les carbures.

5.3.2 Modèle de comportement avec endommagement des carbures

En prenant pour base la description locale des champs mécaniques rendue possible par la simulation multi-échelles présentée dans la partie précédente, on applique un critère de rupture à l'échelle microscopique basé sur les hypothèses suivantes :

- Les carbures sont à l'origine de l'amorçage des défauts au sein de la microstructure. L'effet des autres particules (précipités dus aux impuretés des poudres initiales) ne sont pas pris en compte.
- L'amorçage se fait sur les particules de céramique. Les contraintes en traction sont probablement dues à l'activité plastique du molybdène. Cela conduit à un seuil sur la contrainte principale maximale positive au delà duquel il y a amorçage de l'endommagement.

Afin de traduire l'endommagement des carbures, un critère simple a été introduit dans le modèle biphasé. Nous avons supposé qu'une fois les conditions d'amorçage remplies, le module de Young du carbure concerné décroissait. La validation du modèle se fera à partir de la comparaison des courbes macroscopiques de compression simulée et expérimentale du composite. La propagation des fissures amorcées n'étant pas prise en compte dans ce travail, seul le début des courbes de compression peut être décrit.

Rappelons que les observations réalisées en MET ont permis de montrer que la phase carbure ne présentait aucune trace de déformation plastique, quelle que soit la température, dans la gamme d'essais réalisés.

L'endommagement introduit dans le modèle repose sur une approche simple qui consiste à adopter une description continue de l'endommagement, représenté par une variable scalaire D . Cette représentation est proche de celle de Lemaitre et Chaboche [144][145], à la différence que D est une forme exponentielle dépendant uniquement du temps et de 2 paramètres qui ne dépendent pas de la déformation. L'intégration de cette loi de comportement élastique endommageable dans le modèle se fait dans la routine UMAT du modèle du TiC.

Le comportement des carbures étant maintenant non-linéaire, le problème mécanique va être discrétisé en plusieurs incréments de temps Δt , durant lesquels le problème est linéarisé. Entre t et $t + \Delta t$, ABAQUS fournit pour chaque point d'intégration la contrainte ($\sigma(t)$), la déformation ($\varepsilon(t)$), la variable d'endommagement ($D(t)$) et l'incrément de temps Δt proposé. À partir de ces données, la loi de comportement permet d'actualiser la contrainte $\sigma(t + \Delta t)$ et la variable d'endommagement $D(t + \Delta t)$.

On propose d'utiliser une loi de comportement élastique-endommageable. Le tenseur d'élasticité du matériau non endommagé est noté $\overset{\equiv}{\underset{\equiv}{C}}_0$, et l'on supposera toujours une élasticité isotrope ($\overset{\equiv}{\underset{\equiv}{C}}_0(E_0, \nu_0)$). L'endommagement, représenté par une variable

scalaire D , modifie les propriétés élastiques selon la loi :

$$\overset{\equiv}{C}(t) = \overset{\equiv}{C}_0(1 - D(t)) \quad (5.3)$$

L'incrément de contrainte est défini par :

$$\Delta \bar{\sigma} = \bar{\sigma}(t + \Delta t) - \bar{\sigma}(t) \quad (5.4)$$

va s'écrire alors :

$$\Delta \bar{\sigma} = (1 - D(t))\overset{\equiv}{C}_0 : \Delta \bar{\varepsilon} - \Delta D \overset{\equiv}{C}_0 : \bar{\varepsilon}(t) \quad (5.5)$$

Pour décrire l'évolution de D , une équation du premier ordre a été choisie :

$$\dot{D} + \alpha D = \beta \quad (5.6)$$

L'endommagement dans le modèle est alors écrit en fonction du temps et des deux paramètres α et β :

$$D = \frac{\beta}{\alpha} [1 - \exp(-\alpha(t - t_0))] \quad (5.7)$$

où t_0 est l'instant pour lequel le critère est dépassé ($\sigma_{max} > \sigma_c$).

Le jeu de paramètres utilisé dans les simulations est présenté dans le tableau 5.2. La valeur de σ_c est identifiée à partir de l'équation 5.2.

Tableau 5.2 – Paramètres d'endommagement utilisés dans la modélisation

Paramètres pour TiC		
α	β	σ_c (MPa)
0,013	0,013	250

Les constantes α et β sont choisies de façon à créer une diminution brutale du module de Young, censée traduire la création de surfaces libres au sein des particules de céramiques lors de leur rupture.

5.3.3 Étude du comportement du composite avec endommagement

Afin de mieux comprendre les étapes déformation - endommagement ainsi que le rôle de la percolation, nous avons simulé le comportement de l'agrégat A (qui ne présente pas de squelette de TiC) puis celui de l'agrégat B.

Agrégat A

La figure 5.28 présente les courbes σ vs ε expérimentales et simulées du composite pour chaque température d'essai. On constate que les courbes simulées sont au-dessus des courbes expérimentales du composite :

- La limite d'élasticité simulée est inférieure à la valeur mesurée.
- L'écroûissage est moins important qu'en absence d'endommagement.
- Ces observations sont valables à toutes les températures étudiées.

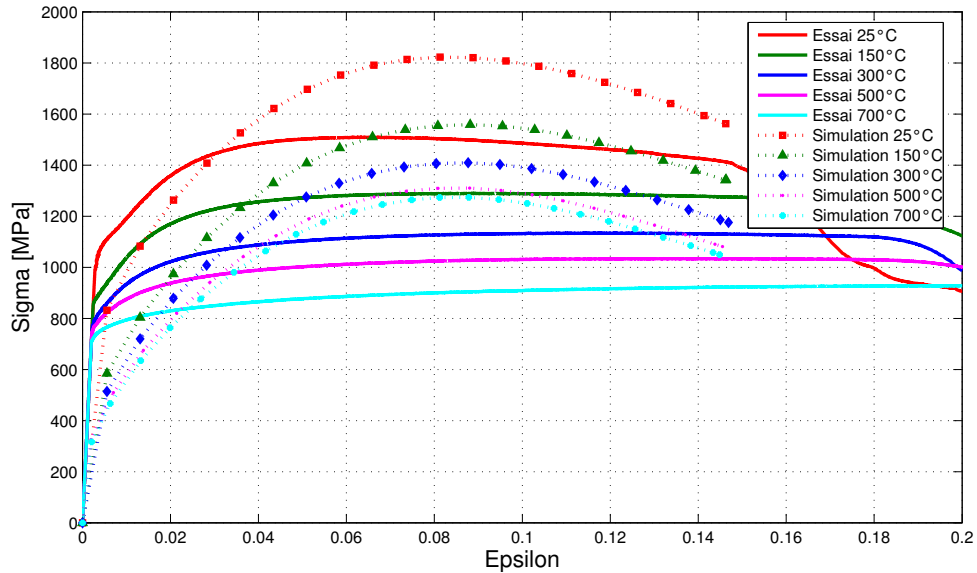


Figure 5.28 – Agrégat A : Courbes expérimentales et simulées de tests de compression à différentes températures

Les résultats de simulations ne reproduisent pas le comportement macroscopique du matériau : l'endommagement du TiC dans l'agrégat A ne suffit pas à expliquer le comportement mécanique lors d'essai de compression.

Aussi, la mise en place du problème (Chapitre 5.3.2) ne semble pas appropriée, et deux causes peuvent y être associées :

- les hypothèses émises sont trop simplistes/restrictives vis à vis de l'endommagement du matériau ;
- L'agrégat A n'est pas représentatif du composite ;

Les simulations suivantes seront réalisées sur l'agrégat B qui rend compte de la percolation de la phase carbure.

Agrégat B

L'agrégat B est représentatif du matériau et présente un squelette de carbure (percolation). On constate, sur la figure 5.29, que la prise en compte de l'endommagement et de la percolation permet de représenter la courbe expérimentale à $T = 25$ °C jusqu'à 10 % de déformation.

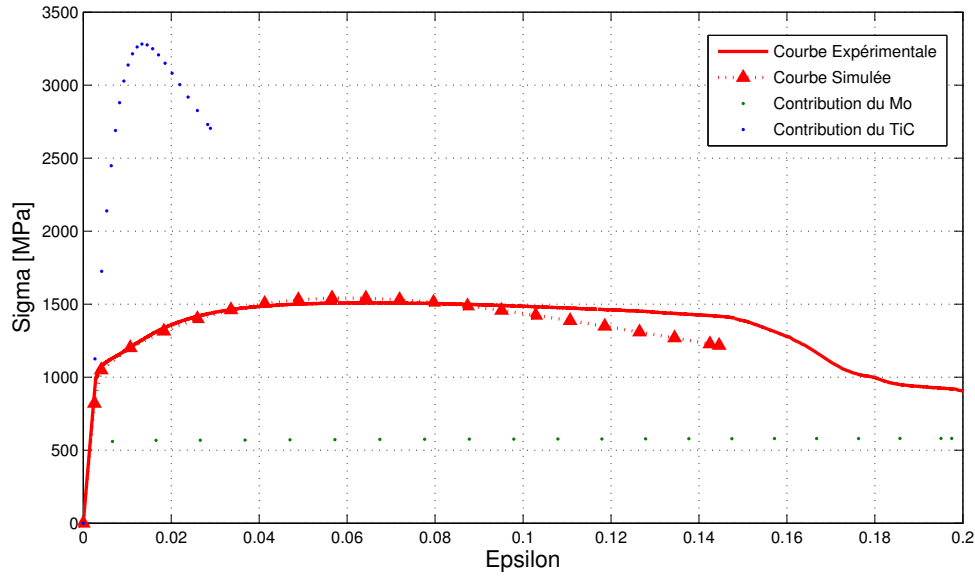


Figure 5.29 – Agrégat B : Courbes de compression expérimentale et simulée - Contribution des deux phases.

L'évolution de la variable d'endommagement D au sein de la phase TiC durant la déformation est présentée sur la figure 5.30. L'endommagement débute à partir des ponts, ce qui conduit à la perte de la percolation des carbures dans le matériau.

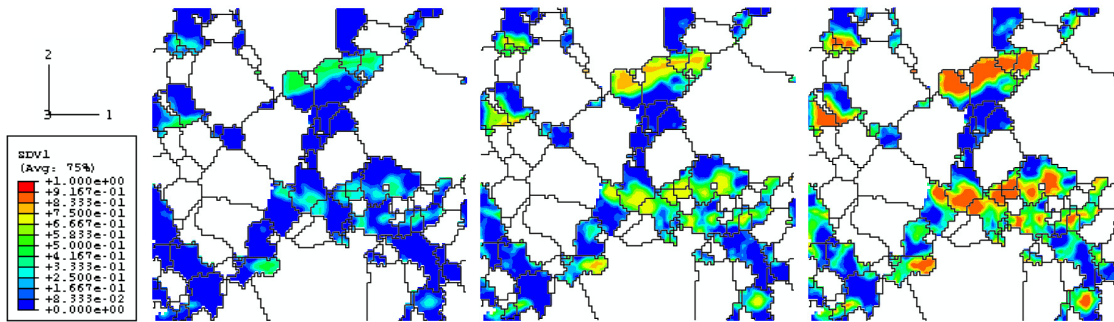


Figure 5.30 – Variable d'endommagement dans le TiC pour $E_{22} = 0,03$, $E_{22} = 0,06$, $E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.

Les champs de la contrainte équivalente au sens de von Mises (figure 5.31), montrent alors que les contraintes se concentrent dans les particules de carbures qui sont devenues indépendantes les unes des autres.

Les déformations sont alors accommodées par la matrice métallique au niveau des ponts (figures 5.32 et 5.33). Les contraintes internes qui s'établissent dans le composite conduisent à un écoulement cinématique linéaire.

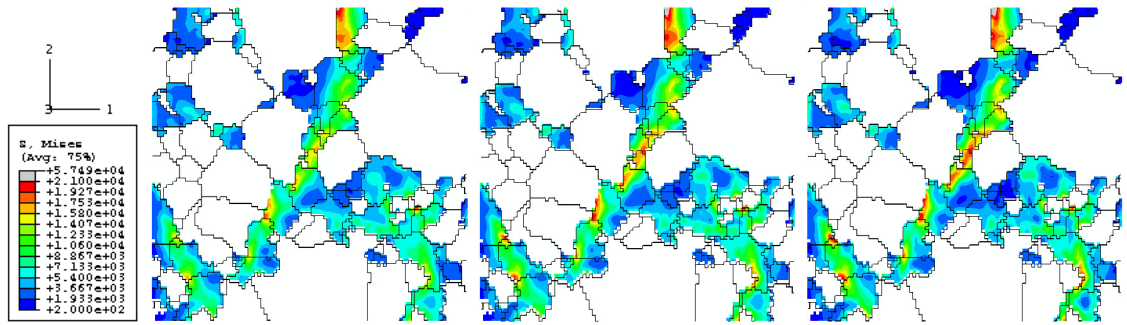


Figure 5.31 – Cartes de la contrainte équivalente de von Mises σ_{Mises} dans le TiC pour $E_{22} = 0,03$, $E_{22} = 0,06$, $E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.

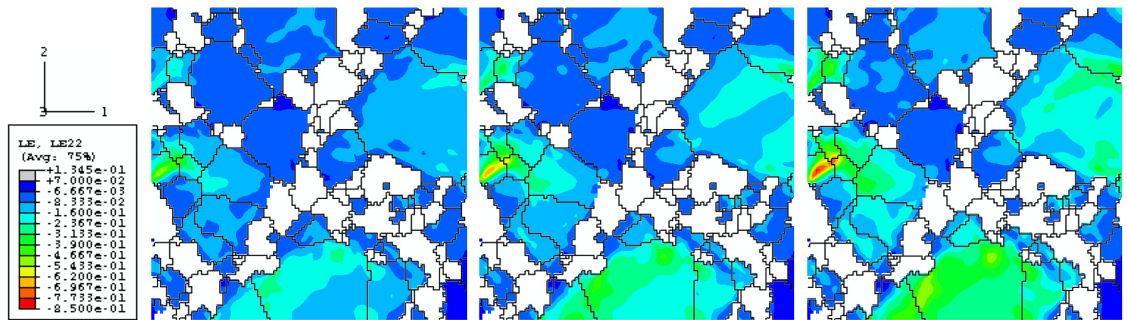


Figure 5.32 – Cartes des déformations ε_{22} dans Mo pour $E_{22} = 0,03$, $E_{22} = 0,06$, $E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.

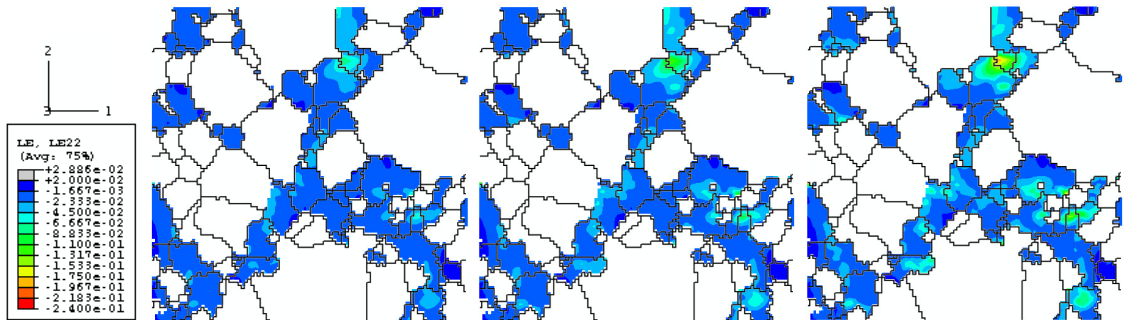


Figure 5.33 – Cartes des déformations ε_{22} dans le TiC pour $E_{22} = 0,03$, $E_{22} = 0,06$, $E_{22} = 0,1$ à $T=25$ °C.

Ces résultats conduisent à décrire le comportement du composite en compression d'après le scénario suivant :

- Lors des premiers efforts appliqués, le squelette de carbure supporte toutes les contraintes. Ce phénomène correspond au domaine élastique du composite.
- La rupture des ponts entre les carbures intervient et donne un matériau avec des inclusions. Cela correspond également à la "limite d'élasticité" lue sur la courbe.
- Les déformations sont alors accommodées dans la matrice et dans les ponts.

L'écroûissage est alors cinématique linéaire.

- L'endommagement progressif des particules de carbure engendre de la propagation de fissures dans la matrice, ce qui amène à la ruine de l'échantillon.

La figure 5.34 présente les courbes σ vs ε expérimentales et simulées du composite pour chaque température d'essai.

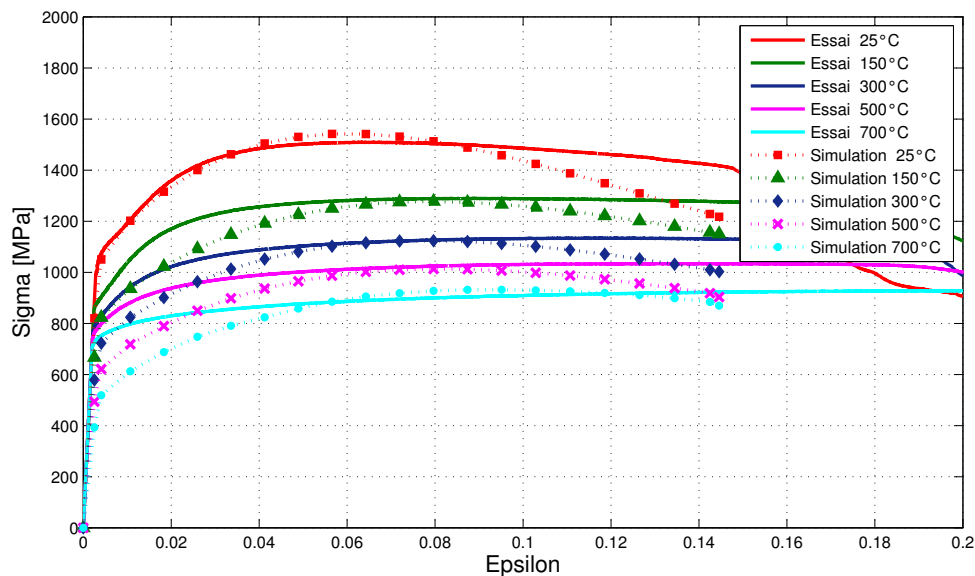


Figure 5.34 – Agrégat B : Courbes expérimentales et simulées de tests de compression à différentes températures.

On constate que les courbes simulées décrivent assez bien le comportement expérimental jusqu'à 10 % de déformation, et ce quelle que soit la température de l'essai. Au-delà de 10 %, la courbe simulée se situe au-dessous de la courbe expérimentale. Cela s'explique par le fait que l'endommagement implémenté est trop simpliste pour rendre compte des phénomènes complexes de propagation de fissures.

En effet, la distribution des contraintes dans le TiC (figure 5.35) est identique, quelle que soit la température, pour une déformation de 9 %.

La figure 5.36 présente les distributions de contrainte σ_{22} dans le molybdène pour $E_{22} = 0,09$ à différentes températures. On observe que le taux d'hétérogénéité décroît avec la température, du même ordre de grandeur que ce qui avait été révélé sur l'agrégat de molybdène. Il semble donc que le modèle d'endommagement implémenté ne modifie pas le comportement du molybdène.

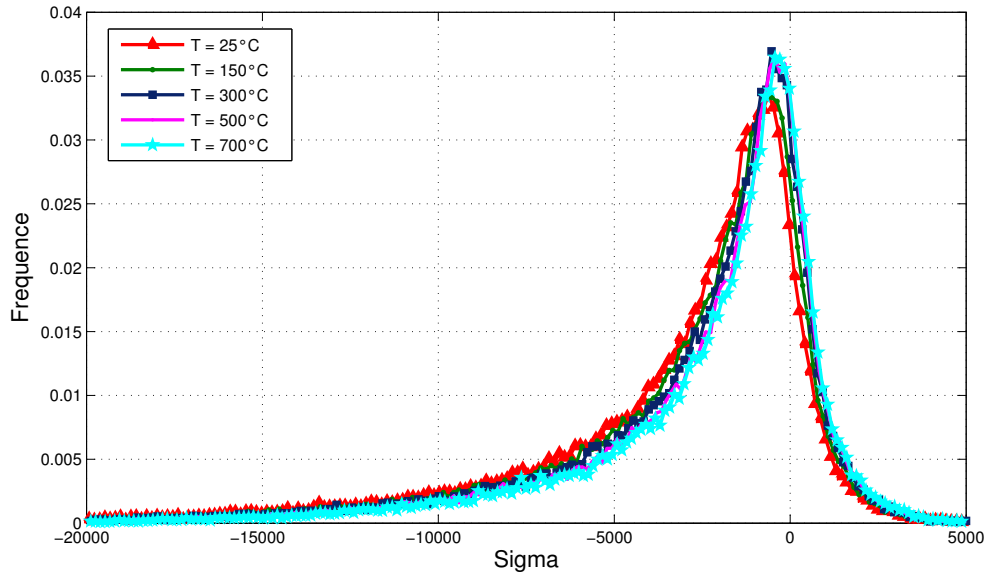


Figure 5.35 – Agrégat B : Distribution des contraintes σ_{22} dans TiC pour $E_{22} = 0.09$ à différentes températures

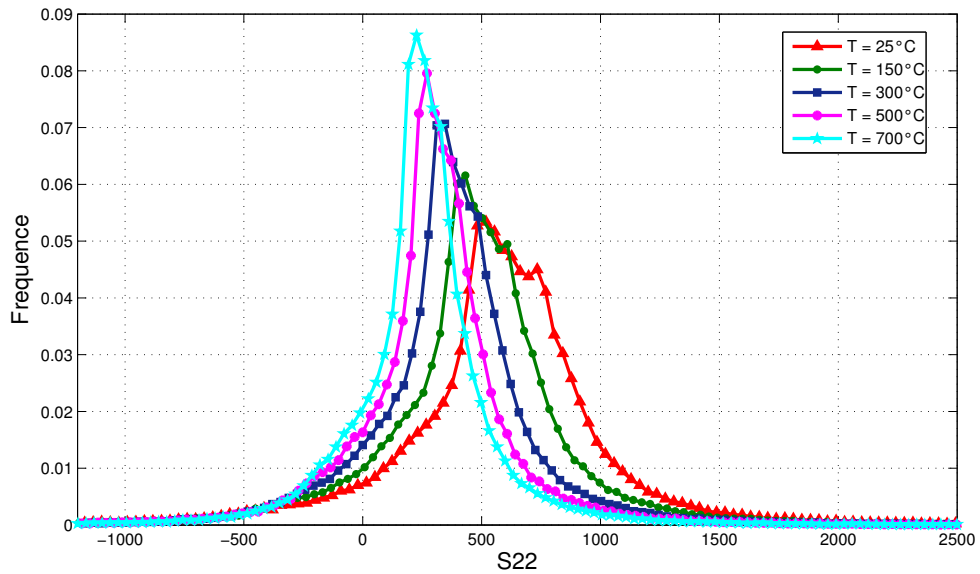


Figure 5.36 – Agrégat B : Distribution des contraintes σ_{22} dans Mo pour $E_{22} = 0,09$ à différentes températures.

Ceci vient de ce qu'il n'y pas de création de surfaces libres lors de l'endommagement du TiC.

Conclusion

Nous avons montré que la technique FIB/EBSD/MEB ouvrait des perspectives originales et nécessaires pour la construction d'agrégats numériques rendant compte de la microstructure réelle.

Une première étude du molybdène par une approche multi-échelles dépendant permet de :

- décrire les hétérogénéités de champs mécaniques locaux avec la température (transition de comportement) ;*
- modéliser le comportement depuis l'échelle des systèmes de glissement jusqu'à l'échelle macroscopique.*

La méthode d'identification mise en place fait usage d'un couplage ABAQUSTM - SiDolo pour réaliser une pré-identification. L'intérêt de cette démarche réside dans le fait que :

- L'implémentation des lois de comportement dans SiDolo permet d'itérer sur le jeu de paramètres en s'affranchissant des calculs de microstructures ;*
- ABAQUSTM permet, à partir du jeu de paramètres identifié par SiDolo, de prendre en compte les orientations cristallines et leurs interactions.*

Le modèle a mis en évidence que les hétérogénéités de contrainte et de déformation diminuent avec la température. De plus, la transition de comportement du molybdène est décrite qualitativement par le modèle.

Pour le comportement du composite MoTiC_{30%}, un modèle biphasé avec endommagement dans la phase TiC a été implémenté, avec un critère d'amorçage portant sur la contrainte principale maximale.

Ce type de modélisation n'a pas pour vocation d'expliquer les mécanismes menant à la rupture à une échelle très locale, mais d'examiner la pertinence de la prise en compte de la rupture des particules céramiques dans le comportement du composite :

- Perte de la percolation par rupture des ponts du squelette céramique dans le composite MoTiC_{30%}.*
- Comportement d'un composite matrice-inclusions avec écrouissage linéaire.*

Enfin, nous avons montré qu'il était nécessaire de prendre en compte des agrégats aussi représentatifs que possible de la microstructure (percolation) pour décrire le comportement mécanique local et global.

Conclusion Générale

5.4 Synthèse

Cette étude du composite $MoTiC_{30\%}$ s'inscrit dans le cadre de la recherche des matériaux, utilisables comme structure de cœur, dans les centrales nucléaires de génération IV. Elle se veut une contribution à la compréhension et à la modélisation de l'amorçage de l'endommagement dans les matériaux composites.

Le présent travail propose une caractérisation des propriétés du composite suivie d'une modélisation rendant compte de la microstructure réelle tout en sachant décrire les phénomènes mécaniques associés. L'intérêt majeur de cette étude réside dans le développement d'un outil, fondé sur les méthodes micromécaniques, à même de prendre en compte d'une manière naturelle et explicite l'effet de la microstructure et les mécanismes de déformation complexes dans le cadre de la MMC, sur l'amorçage de l'endommagement d'un matériau composite. Afin de dégager les phénomènes non accessibles expérimentalement, un modèle polycristallin a été utilisé sur des agrégats 3D, afin de simuler l'évolution cristallographique au cours de la déformation.

Caractérisation expérimentale

La microstructure du composite, élaboré par HIP, est triphasée et de type cœur-coquille. La structure se présente sous forme de grains fins de TiC ($\Phi_{TiC} = 1 - 2 \mu m$) entourés d'une coquille très fine de carbure (Mo,Ti)C ($< 1 \mu m$) dans une matrice métallique ($\Phi_{Mo} = 2 - 3 \mu m$).

Des observations au MET montrent que ces coquilles, formées durant la mise en forme par diffusion du molybdène dans le TiC, constituent une phase intergranulaire de composition définie. Cette coquille (Mo,Ti)C contient, en plus du carbure de titane, une teneur en molybdène de l'ordre de 8-12 %vol (analyses WDS). Il a aussi été montré que durant l'élaboration, le molybdène subissait une recristallisation alors que le TiC présente des structures de dislocations réarrangées.

L'étude de la microstructure du composite $MoTiC_{30\%}$, via la tomographie X 3D, a mis en évidence la percolation de chacune des phases au sein de la structure.

Des essais de compression monotone ont été menés dans l'intervalle de température [25 - 700 °C] sur le molybdène et le composite.

Molybdène

Pour le molybdène, un fort effet de la température a été relevé, notamment sur la limite d'élasticité. L'écroissage macroscopique semble moins affecté par la température. L'évolution du comportement en température a été associée à une transition de comportement "basse"/"haute" températures. De plus, les essais de traction, couplés à des observations MEB, ont mis en évidence l'existence d'un comportement thermiquement activé. Cette transition de comportement se caractérise par l'évolution du mode de rupture transgranulaire fragile à température ambiante vers une rupture ductile à haute température. La température de transition a été identifiée à environ 300°C.

Composite MoTiC_{30%}

L'ajout de TiC augmente la limite d'élasticité mais diminue fortement la déformation à rupture (5 % à 25 °C et 20 % à 700 °C). Le comportement mécanique du composite se décompose en trois stades :

- un domaine élastique ;
- un écroissage cinématique linéaire qui se manifeste après la rupture des ponts du squelette de TiC et correspond au comportement d'une matrice de molybdène contenant des inclusions ;
- un écroissage qui dépend à la fois de l'endommagement des inclusions, de la déformation plastique de la matrice molybdène et de la température.

Des essais de sauts de vitesse et de sauts de température ont également permis de déterminer le volume d'activation V^* et l'énergie d'activation ΔG . Les valeurs de V^* et ΔG sont fortement dépendantes de la température, ce qui souligne le rôle important joué par les mécanismes d'activation thermique. De plus, les valeurs de V^* et ΔG du molybdène et du composite sont relativement proches et l'énergie libre d'activation ΔG_0 est de l'ordre de 1eV dans les deux microstructures. Ces résultats montrent qu'à l'échelle macroscopique, la phase carbure n'influe pas de façon significative sur le comportement thermiquement activé du composite, lui-même lié à des mécanismes ayant lieu à l'échelle des glissements de dislocations dans le molybdène.

Les études réalisées (essais de traction, essai de flexion quatre points), à l'ECP et au CEA, sur le TiC permettent de conclure sur son comportement élastique-fragile. Les essais de nanoindentation ont montré que les constantes élastiques de la phase (Mo,Ti)C et du TiC sont très proches, ce qui permet d'envisager cette phase comme élastique-fragile elle aussi.

Simulation numérique

Alors que les modèles proposent, en général, des formes simplifiées pour représenter les hétérogénéités, cette étude présente une approche originale, via l'utilisation de la technologie FIB/EBSD, dans la reconstruction 3D de la microstructure réelle.

Une approche multi-échelles a été proposée pour décrire le comportement du

molybdène et du composite $MoTiC_{30\%}$. Le comportement thermiquement activé du molybdène et le caractère élastique-endommageable du TiC ont été implémentés dans un modèle biphasé.

Les modélisations effectuées sur le molybdène donnent des résultats proches des résultats expérimentaux, et décrit correctement la transition de comportement.

Les simulations réalisées sur le composite, supposent, dans un premier temps, le TiC comme élastique pur. Elles ont montré que celui-ci était, dès les premiers stades de déformation macroscopique, soumis à des contraintes de traction supérieures à la contrainte critique à rupture. Ainsi, le critère d'endommagement est fonction de la contrainte maximale principale. Il propose une décroissance du module de Young avec le temps.

Les premiers résultats montrent l'importance de la prise en compte de la microstructure réelle et, plus particulièrement, de la percolation de la phase céramique. La simulation rend bien compte de l'endommagement précoce des ponts, conduisant à une concentration des contraintes dans les grains de céramiques avec une accommodation par déformation du molybdène.

5.5 Perspectives

Connaissance de la phase (Mo,Ti)C

Ces travaux exploratoires n'ont pas permis d'identifier le comportement mécanique de la phase (Mo,Ti)C et son rôle/influence dans la déformation et l'endommagement du composite. Un recuit à 1800 °C pendant 20h permet de s'affranchir de la phase TiC. Cela permettrait donc de caractériser mécaniquement ce matériau afin de pouvoir en soustraire le comportement de la phase (Mo,Ti)C.

Modélisation de l'amorçage

L'hypothèse d'un endommagement, portant uniquement sur les particules de TiC, a l'avantage de dégager le rôle de ce seul phénomène. Il est nécessaire de transposer l'ensemble de la démarche à d'autres types de micromécanismes d'amorçage, voire, sous certaines conditions, à l'enchaînement de plusieurs d'entre eux.

D'autres problèmes restent en suspens :

La prise en compte dans le modèle d'une interface de faible épaisseur et la bonne description de sa morphologie et de ses propriétés.

L'observation de l'endommagement en surface n'est pas suffisante, mais l'étude en volume nécessite l'accès à des techniques, telle la tomographie X 3D, encore trop peu développées pour des matériaux à petits grains. Dans ce cas, le modèle doit être adapté et les critères de plasticité modifiés pour tenir compte de la variation de

volume.

D'autres améliorations peuvent être envisagées :

L'effet de la taille des grains hétérogène dans le $MoTiC_{30\%}$ devrait prochainement être pris en compte dans le modèle par une approche non locale (seconds-gradients).

Introduire les évolutions des coefficients des matrices d'écroissages identifiés par la DDD.

Annexe A

Annexe A : Méthodes expérimentales mises en œuvre

A.1 Essais mécaniques

Essais de compression en température

Les essais de compression en température ont été réalisés à l'aide d'une machine de type MTS, équipée d'une cellule d'effort d'une capacité de 500 kN. Des tas de compression en céramique (TZM) ont été utilisés, afin d'éviter une déformation localisée et la dégradation des lignes de compression à haute température, comme cela est présenté sur la figure A.1.

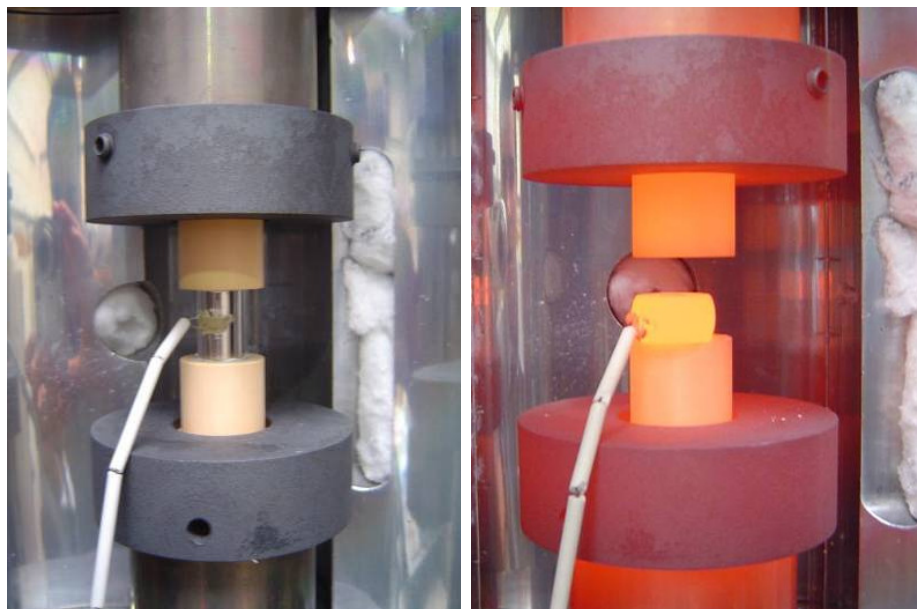


Figure A.1 – a) Montage de compression avant essai, b) montage de compression lors du refroidissement.

De la graisse de molybdène a été appliquée entre l'échantillon et ces tas de compression, faisant office de lubrifiant. Afin d'obtenir le parallélisme des faces d'appui de l'éprouvette, le pion va être maintenu en force entre les deux lignes de compression au moyen d'un mode "CLC" propre à la machine qui permet de venir en contact sans dépasser la consigne voulue (généralement bien inférieure à 1 kN).

La mise en température et son maintien est obtenu par un four à lampe ($T_{max} \approx 1200 \text{ }^\circ\text{C}$) relié à un générateur de puissance. La consigne en température va être donnée au générateur de puissance qui va gérer l'activité du four par l'intermédiaire d'un thermocouple (type K). Le thermocouple, n'ayant pas pu être soudé (dû à la faible conductivité du molybdène), a été placé entre l'éprouvette et les tas de compression. Étant protégé des rayonnements des lampes, le thermocouple a ainsi permis d'obtenir une température à cœur de l'échantillon.

Les éprouvettes utilisées sont de géométrie cylindrique ($\phi_0 = 12 \text{ mm}$) et de hauteur $L_0 = 18 \text{ mm}$ (figure A.2). La déformation de l'éprouvette a été mesurée à partir du déplacement de la traverse de la machine. Les essais ont été pilotés en déplacement de traverse, à une vitesse de déformation d'environ 5.10^{-4} s^{-1} . Après avoir relevé la valeur du diamètre initial ϕ_0 , l'effort appliqué est alors mesuré ainsi que le déplacement au cours de l'essai. Cela permet d'en déduire :

- Les courbes conventionnelles représentant l'évolution de F/S_0 en fonction de la déformation dite conventionnelle ε_c définie par :

$$\varepsilon_c = \frac{u}{L_0}$$

où S_0 représente la section initiale de l'éprouvette, u désignant l'allongement de l'éprouvette et L_0 la longueur utile initiale de l'éprouvette.

- Les courbes rationnelles représentant l'évolution de la contrainte "vraie" $\sigma = F/S$ en fonction de la déformation rationnelle ε_r définie par la relation :

$$\varepsilon_r = \ln \frac{L}{L_0}$$

En utilisant l'hypothèse de conservation du volume, on peut en déduire une relation simple pour le calcul de S et σ :

$$S_0 L_0 = SL \text{ d'où } \sigma = \frac{F}{S} = \frac{F L}{S_0 L_0}$$

Essais de traction en température

Les essais de traction en température ont été effectués sur une micro-machine de type Fondis, présentée sur la figure A.3.

Afin de mesurer la déformation, l'éprouvette a été instrumentée par un extensomètre Instron (type résistif à jauges), lui-même relié à un amplificateur de mesure

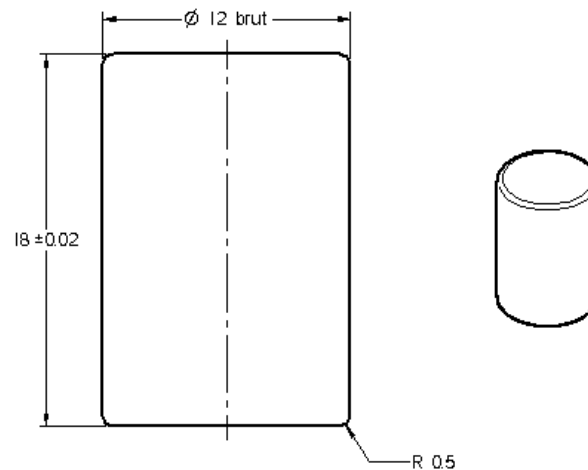


Figure A.2 – Éprouvette de compression cylindrique $\phi_0 = 12 \text{ mm}/L_0 = 18 \text{ mm}$.

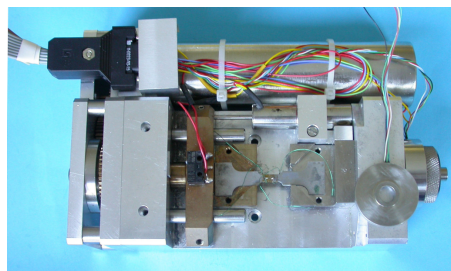


Figure A.3 – Montage de micromachine de traction de type Fondis.

HBM de type MGC. L'étalonnage de l'extensomètre est réalisé avec une roue micrométrique.

Le mise en température est effectuée à l'aide d'un mini-four constitué d'un élément chauffant (10 Ohms) enroulé et d'un thermocouple de régulation de type K. Pour mesurer la température de l'échantillon, le thermocouple est collé à la cyanocrylate ou avec la colle céramique sur la partie utile de l'éprouvette. L'ensemble est serré dans un montage de type étau et l'isolation est faite avec de la laine de roche pour éviter les déperditions de chaleur.

Il s'agit d'éprouvettes plates de taille $L = 55 \text{ mm}/e = 1,5 \text{ mm}$ dont le plan est donné sur la figure A.4. Un double congé a été usiné afin de localiser les déformations tout en gardant une zone utile de taille suffisante ($L = 8 \text{ mm}/l = 3 \text{ mm}/e = 1,5 \text{ mm}$).

Essais de flexion 4 points

Cette campagne de caractérisation mécanique a été réalisée à température ambiante sur une machine de flexion quatre points (figure A.5) au sein du laboratoire

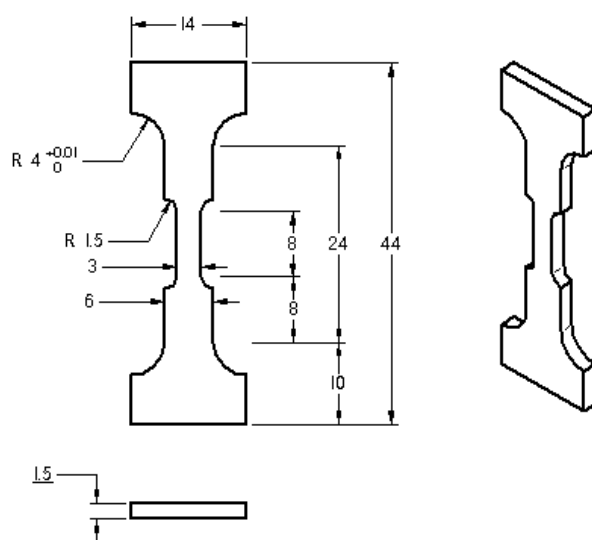


Figure A.4 – Éprouvette de traction présentant une zone utile de dimension $L = 8 \text{ mm}/l = 3 \text{ mm}/e = 1,5 \text{ mm}$

SRMA/LA2M au CEA Saclay. Ces essais, effectués par Le Flem *et al.*, sont extraits d'une note technique interne au CEA [105] et un résumé de cette caractérisation est présenté ici.

La flexion est assurée par des rouleaux libres en rotation.

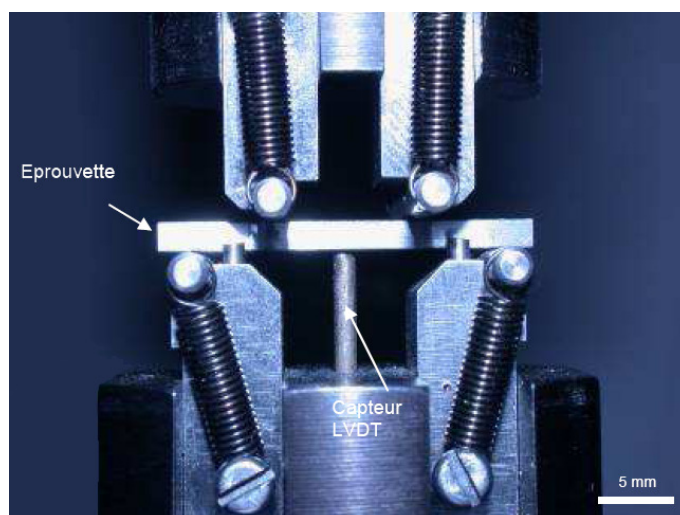


Figure A.5 – Dispositif d'essai de flexion quatre points

Les acquisitions de la force appliquée, du déplacement du vérin et de la déformation de l'éprouvette mesurée par un extensomètre via un transmetteur, sont assurées par le logiciel de pilotage et d'acquisition de la machine d'essai. Les essais normalisés [106] (dimension des éprouvettes, chanfreins, préparation de surface, étuvage ...) ont

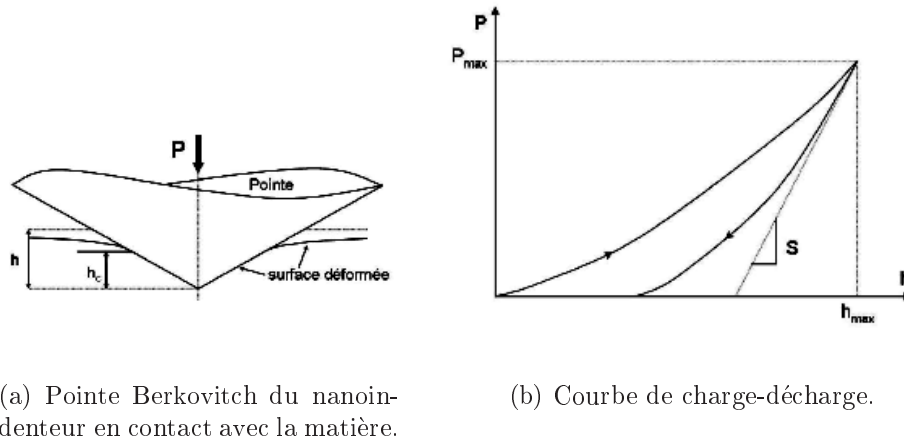
été réalisés sur trente éprouvettes, pour faire une analyse statistique satisfaisante.

L'objectif est de déterminer la résistance à la flexion du Carbure de Titane. Les valeurs de contraintes à rupture dans le TiC ont été déduites des essais de flexion quatre points. Une analyse statistique de type Weibull a été appliquée sur les résultats expérimentaux afin d'évaluer une probabilité de rupture.

Essais de nanoindentation

Le système utilisé est de type MTS Nano Indenteur XP. Des charges de 1 à 500mN peuvent être appliquées, ce qui induit une taille d'indentation allant de quelques nm à plusieurs μm . L'appareil est équipé d'une pointe de type Berkovitch (en diamant, pyramidale à base triangulaire).

La force appliquée P est mesurée en fonction de la pénétration de la pointe h , ce qui permet d'obtenir des courbes de charge, dont l'allure typique est présentée sur la figure A.6-b.



(a) Pointe Berkovitch du nanoindenteur en contact avec la matière.

(b) Courbe de charge-décharge.

Figure A.6 – Analyse de la nanoindentation

Au moyen d'un modèle analytique décrivant le contact, on obtient une relation entre la pente à la décharge S , le module E_r , et l'aire projetée du contact A :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A(h_c)} E_r$$

h_c étant la profondeur de contact entre la pointe et le matériau (figure A.6-a). Le module réduit E_r est défini en fonction des propriétés élastiques de la pointe ($E_i = 1141 GPa$, $\nu_i = 0,07$) et du milieu analysé (E_m , ν_m) par :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_m^2}{E_m} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$$

Au moyen d'une analyse élastique du contact, on peut calculer $A(h_c)$ et donc obtenir le module élastique du matériau E_m . Ainsi, pour que la courbe de réponse soit caractéristique de la phase seule et non pas de son environnement, il faut adapter

la valeur maximale de la charge à la taille de l'hétérogénéité. Dans notre cas, les charges à appliquer doivent être très faibles.

A.2 Tomographie X

La caractérisation en volume de matériaux cristallins de forte épaisseur n'est possible que par l'utilisation de sources de rayonnement X de forte énergie (diffractomètres gamma, lignes haute énergie du rayonnement synchrotron) ou encore par l'utilisation de faisceaux de neutrons. Depuis quelques années, une nouvelle technique non destructive, la tomographie X haute résolution, permet d'obtenir des images tridimensionnelles au cœur de matériaux. Elle dévoile toutes les caractéristiques de la microstructure (présence de différentes phases, d'inclusions, de fissures ou encore de pores) qui modifient le coefficient d'atténuation ou l'indice optique le long du cheminement emprunté par le faisceau de rayon X dans le matériau.

Récemment, l'utilisation d'une source synchrotron de troisième génération a permis d'obtenir des images tridimensionnelles avec une résolution spatiale submicroscopique, ce qui est bien plus élevée que les scanners X conventionnels. En effet, trois propriétés propres au rayonnement synchrotron sont avantageuses pour la tomographie : la monochromaticité, le flux élevé et la cohérence spatiale.

Ainsi, un système de microtomographie par rayons X a été développé à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) de Grenoble.

Le principe de l'acquisition est similaire à celui utilisé, en tomographie X assistée par ordinateur, c'est-à-dire consistant à effectuer des mesures pour différentes rotations d'un échantillon dans le faisceau. Un système tomographique en géométrie parallèle 3D a été implémenté sur la ligne ID 19 de l'ESRF (ligne Topographie et Diffraction Haute résolution). Pour chaque angle de rotation, une projection 2D de l'échantillon, est acquise, grâce à un détecteur développé autour d'une caméra CCD 2048 x 2048 (Caméra FRELON, ESRF Detector Group). Il est donc possible de visualiser les volumes diffractants dans une section de l'échantillon en utilisant une reconstruction à partir d'une série d'acquisitions en diffraction. La figure A.7 présente le dispositif de la ligne ID 19.

L'orientation du monochromateur par rapport au faisceau incident permet de sélectionner une énergie qui peut varier entre quelques keV et 100 keV. Dans notre cas, une énergie de 45 keV a été utilisée. 1500 projections sont acquises pour reconstruire le volume, soit un pas de rotation $0,12^\circ$ entre chaque radiographie pour couvrir un angle de 180° . La résolution et la durée d'acquisition ont nettement diminué lors de ces dix dernières années [146][147], ce qui permet d'étudier des échantillons plus conséquents. Il convient de rappeler que la diffraction du faisceau X induit souvent un contraste de phase qui s'ajoute au contraste d'atténuation classique [148][83].

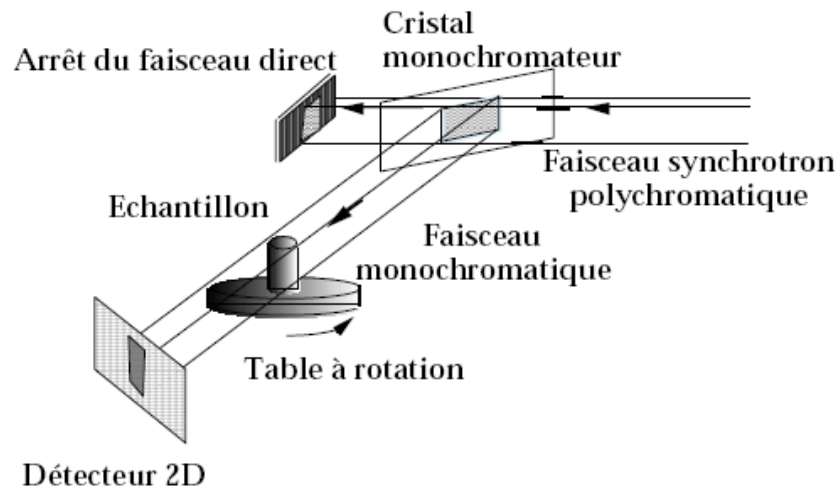


Figure A.7 – Schéma général du principe de l'acquisition de projections en tomographie.

A.3 Microscopie - EBSD - FIB

EBSD - Electron Back-Scatter Diffraction

L'Electron Back-Scatter Diffraction, ou diffraction des électrons rétro-diffusés, est une technique basée sur la technique de canalisation des électrons par microscopie électronique à balayage.

La canalisation est un phénomène lié à l'interaction de tout faisceau de particules avec un cristal. Dans le cas d'un faisceau incident d'électrons, les électrons rétrodiffusés, canalisés par les plans cristallins forment une figure caractéristique constituée de pseudolignes de Kikuchi. Cette figure fournit des informations sur la symétrie, la qualité et l'orientation du réseau cristallin. Ainsi la canalisation est souvent utilisée pour déterminer l'orientation cristallographique d'une structure monocristalline ou la désorientation entre les grains d'un polycristal. Mais elle peut également permettre d'évaluer le taux de déformation d'un matériau. La technique est relativement ancienne (utilisée dès les années 70) mais elle connaît, depuis les années 90, un regain d'intérêt avec le développement de logiciels permettant l'indexation automatique et rapide (0,1 à 0,2 s par pixel) des diagrammes de diffraction.

Ainsi, l'EBSD est une méthode récente d'analyse de ce phénomène de canalisation qui s'est fortement développée il y a une dizaine d'années et qui permet de déterminer l'orientation cristallographique d'une zone excitée par un faisceau d'électrons incident. Il résulte de cette excitation l'émission par chaque plan atomique de la maille d'une paire de cônes de diffraction (cône de Kossel) de forts angles, qui, interceptés par un écran phosphorescent [149], forment une bande de Kikuchi (figure A.8).

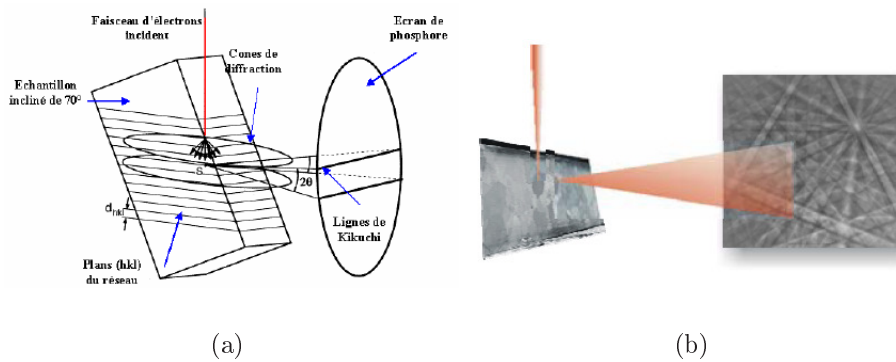


Figure A.8 – a) Cônes de diffraction des électrons, b) Formation de lignes de Kikuchi sur un écran de phosphore.

Chaque plan de la maille est ainsi à l'origine d'une bande de Kikuchi et l'ensemble du diagramme de Kikuchi, comme montré en exemple sur la figure A.9-a.

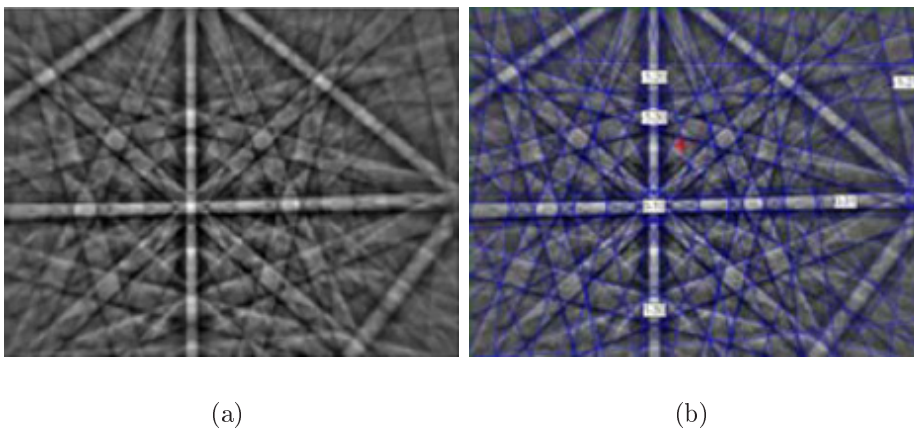


Figure A.9 – a) Diagramme complet, b) Indexation d'un diagramme.

Il reste à indexer le diagramme obtenu, c'est-à-dire à associer à chaque bande le plan cristallographique associé. Cela passe par l'enregistrement du diagramme par une caméra, puis par l'indexation des bandes effectuée en temps réel par le logiciel fourni avec l'équipement. Cette indexation est enfin rapprochée d'un diagramme théorique, ce qui conduit à l'obtention de trois angles d'Euler qui caractérisent l'orientation de la zone observée (figure A.9-b).

La zone diffractante est très fine (environ 20 nm d'épaisseur). La résolution spatiale de la technique dépend alors du type de microscope utilisé (*i.e.* de la finesse de faisceau accessible). Pour un MEB standard, la résolution est de l'ordre du μm , alors qu'elle peut atteindre environ 50 nm sur un MEB-FEG comme celui sur lequel ont été effectués la plupart des travaux de cette étude.

FIB - Focussed Ion Beam

L'équipement que nous avons utilisé, le Zeiss Crossbeam XB1560, combine en une seule installation un FIB avec un microscope électronique à balayage (Dual-Beam) et une caméra EBSD ultra-rapide.

Le système FIB, pour Focused Ion Beam, permet de sculpter directement des formes de taille nanométrique sur des échantillons grâce à un faisceau d'ions focalisés. Un matériau peut ainsi être structuré sans recourir au dépôt d'une couche sensible intermédiaire, indispensable en nanolithographie classique. La structuration peut s'effectuer au choix, soit par création de défauts dans la structure d'un cristal, soit par implantation d'ions, soit par gravure directe. Par conséquent, les principaux domaines d'application de ce type d'instrumentation sont la science des matériaux et plus particulièrement le domaine des semiconducteurs.

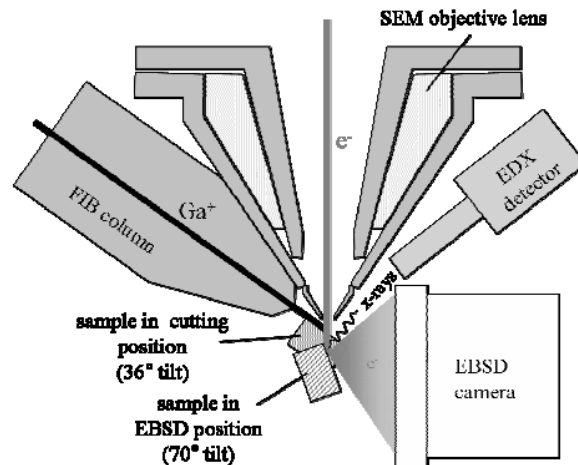


Figure A.10 – Schéma de l'installation du MEB avec caméra EBSD couplée au FIB.

Dans le FIB, la source d'électrons est en fait un canon à ions gallium. Les ions Ga ont une masse beaucoup plus élevée que les électrons et leur interaction avec l'échantillon est ainsi beaucoup plus forte. Un tel canon permet d'arracher, de manière très précise, la matière à la surface d'un échantillon. Parallèlement, ce bombardement d'ions gallium arrache lui aussi des électrons secondaires à l'échantillon, ce qui permet d'obtenir une image dite ionique grâce aux détecteurs d'électrons secondaires du MEB.

Dans notre étude, l'utilisation du FIB devait nous permettre d'observer la microstructure couche après couche, tout en prenant des acquisitions EBSD de chacune d'elles. Nous avons procédé de la façon suivante :

- Dans un premier temps, à l'aide d'un faisceau de forte intensité (>5 nA), nous avons réalisé une cavité en biseautant les bords (figure A.11-a) afin qu'ils ne perturbent pas l'acquisition EBSD pour les couches inférieures.

- Puis le polissage de chaque couche a été effectué avec une intensité plus faible (≈ 500 pA) afin de minimiser les stries laissées par l'usinage. Après chaque usinage, l'échantillon était tilté afin de se placer de façon optimale pour l'acquisition EBSD (figure A.11-b).

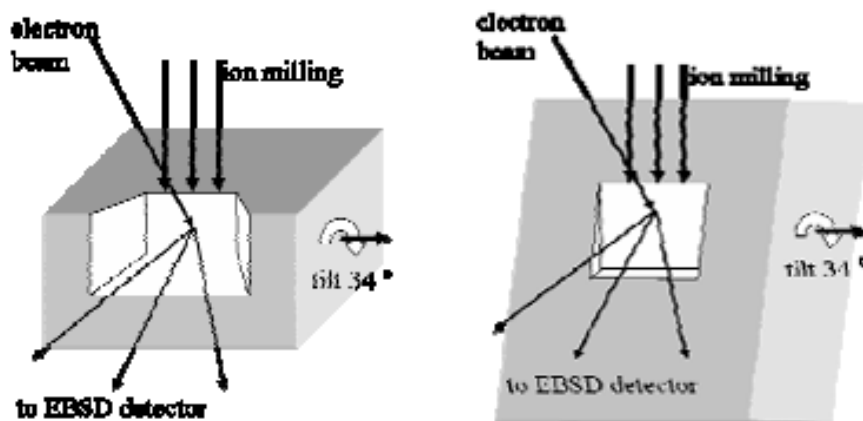


Figure A.11 – a) Position d'usinage, b) Position d'acquisition EBSD

Annexe B

Annexe B

B.1 Détermination de la taille du volume élémentaire représentatif

La microstructure isotrope du composite, du fait de sa mise en forme par HIP, suggère que la taille de l'agrégat n'aura pas d'influence sur la représentativité cristallographique du matériau. Il s'agira de s'assurer que les zones choisies lors de la formation de l'agrégat numérique ne génèrent pas de texture particulière.

Néanmoins, l'interaction entre phases semble déterminante pour appréhender le comportement du composite. En effet, les matériaux composites présentent de forts gradients de concentration. Pour décrire au mieux les phénomènes d'accommodation que cela génère, il s'agit de prendre un nombre de grains assez important afin que les conditions limites (effet de bord ...) limitent leur portée.

Ainsi, il semble nécessaire d'étudier à partir de quelle taille l'agrégat numérique sera jugé représentatif du matériau. De plus cette étude permet aussi une optimisation de la durée de calcul puisque l'intérêt d'une telle étude tient au fait d'identifier le plus petit volume représentatif.

La démarche a été la suivante : une cartographie EBSD a été réalisée dans un domaine de $100 \times 100 \mu m^2$. Ce domaine a été découpé en sous-domaines élémentaires de : $10 \times 10 \mu m^2$, $20 \times 20 \mu m^2$, $30 \times 30 \mu m^2$, $40 \times 40 \mu m^2$ et $50 \times 50 \mu m^2$. Le tableau B.1 présente la composition de toutes les zones étudiées et malgré quelques disparités, la proportion Mo/TiC est assez bien respectée dans ces zones.

Tableau B.1 – Composition des zones de différentes tailles choisies (% volumique).

Zone	$10 \times 10 \mu m^2$	$20 \times 20 \mu m^2$	$30 \times 30 \mu m^2$	$40 \times 40 \mu m^2$	$50 \times 50 \mu m^2$
Mo (%vol)	65	75	74	72	72
TiC (%vol)	35	25	26	28	28

Pour chacune des cartes EBSD découpées, un agrégat de deux couches d'éléments identiques a été réalisé et maillé avec un pas de $0,3 \mu m$, comme cela est présenté sur

la figure B.1.

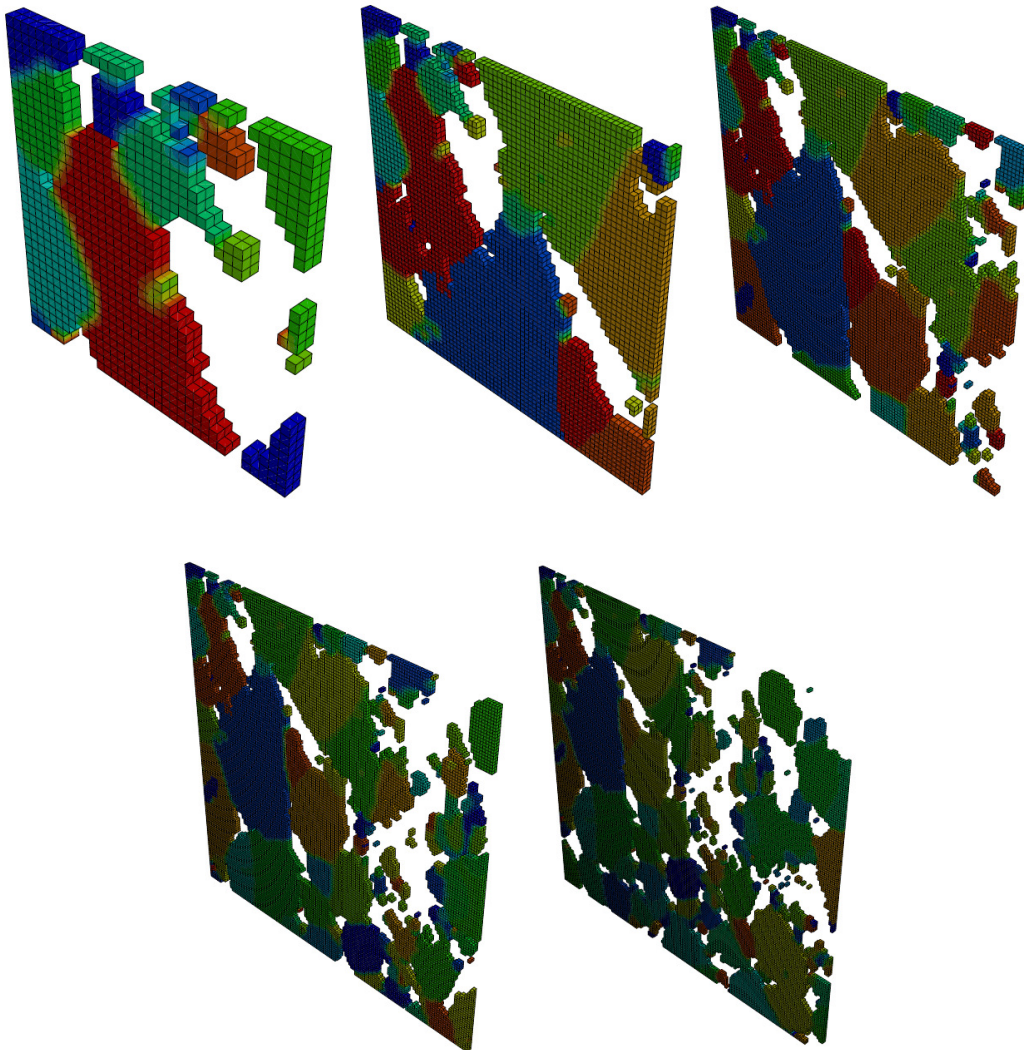


Figure B.1 – Agrégats construits à partir de cartes EBSD de côté : a) $10\ \mu\text{m}$ b) $20\ \mu\text{m}$ c) $30\ \mu\text{m}$ d) $40\ \mu\text{m}$ e) $50\ \mu\text{m}$.

Afin de déterminer l'influence du nombre de grains dans l'agrégat, directement relié à la taille de l'EBSD, un même état de déformation (5 %) a été simulé sur les cinq agrégats.

Les courbes de compression issues de la simulation et présentées figure B.2, montrent qu'à partir de $30\ \mu\text{m}$, l'agrégat propose une approche satisfaisante puisque la réponse macroscopique tend à être la même que pour les agrégats de plus grande taille.

L'analyse des histogrammes de contraintes et de déformation (figures B.3 et B.4) confirme la convergence des résultats, pour les agrégats de côté supérieur à $30\ \mu\text{m}$, vers une seule et même réponse du matériau.

Sur la figure B.3, la présence de deux pôles distincts est en accord avec le ca-

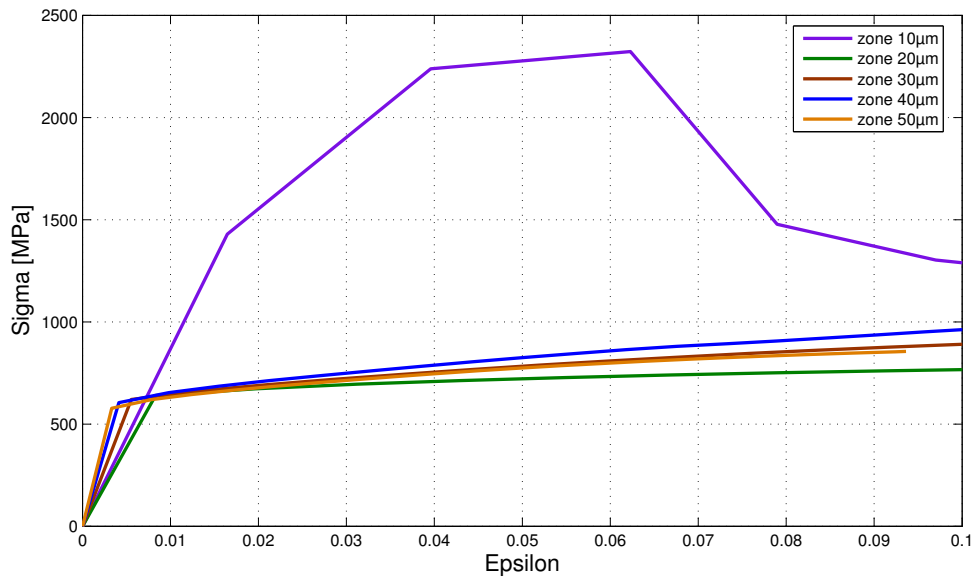


Figure B.2 – Courbes de compression simulées sur des agrégats de tailles différentes.

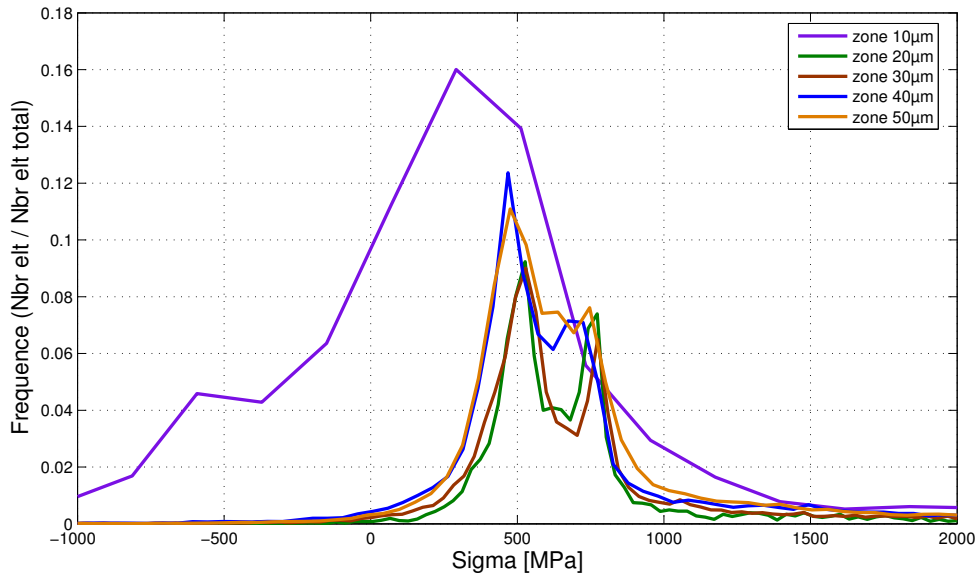


Figure B.3 – Histogramme des contraintes σ_{22} au sein des agrégats de tailles différentes.

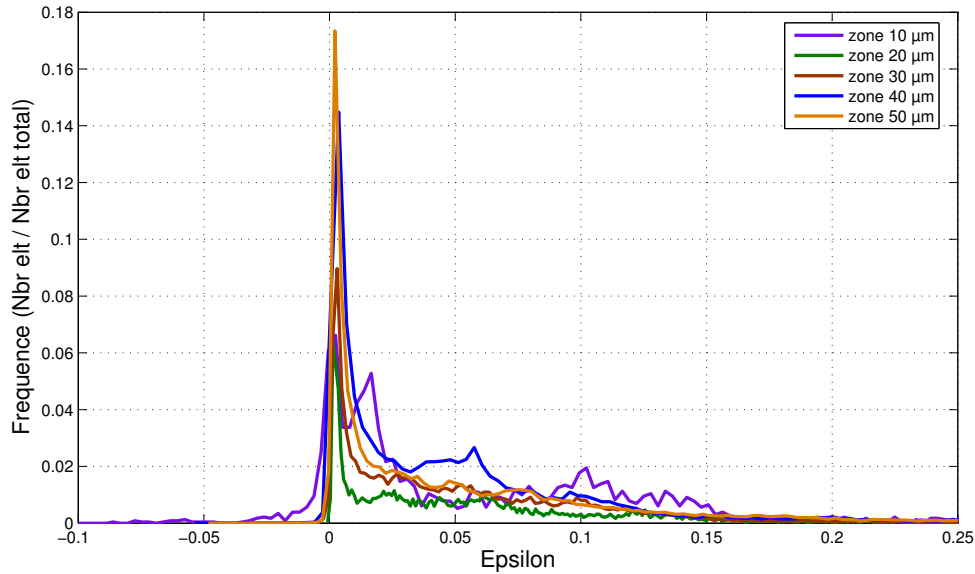


Figure B.4 – Histogramme des déformations au sein des agrégats de tailles différentes.

ractère biphasé du composite et des propriétés mécaniques différentes des phases constitutives. Au vu de ces résultats, il semble justifié de prendre un agrégat de 30 μm de côté. Néanmoins, l'importance des effets de couche semble essentiel dans la simulation de composite.

B.2 Étude de la taille de maillage

Si la taille de la zone EBSD étudiée est importante, la détermination d'une finesse minimale de description apparaît aussi essentielle. Le but de cette étude est donc de rendre compte de la pertinence des champs locaux observés en fonction de la taille du maillage adopté. Le choix de la géométrie des éléments n'est pas abordé dans cette étude, dans laquelle tous les maillages ont été réalisés avec des éléments cubiques à intégration réduite (C3D8R).

L'agrégat, utilisé dans cette partie, est constitué de 2 couches d'éléments identiques de dimensions de 30 μm de côté. Les tailles des maillages étudiés sont : 0,3 μm , 0,5 μm , 0,7 μm , 1 μm , 2 μm , et 5 μm (figure B.5).

Les courbes de compression simulées (figure B.6) montrent que la réponse macroscopique tend à s'homogénéiser à partir d'une taille de maille inférieure à 0,7 μm . De même, il semble évident que le maillage de 5 μm n'est pas assez fin pour décrire correctement le comportement mécanique du composite.

L'interprétation des champs locaux apporte des précisions sur l'importance de

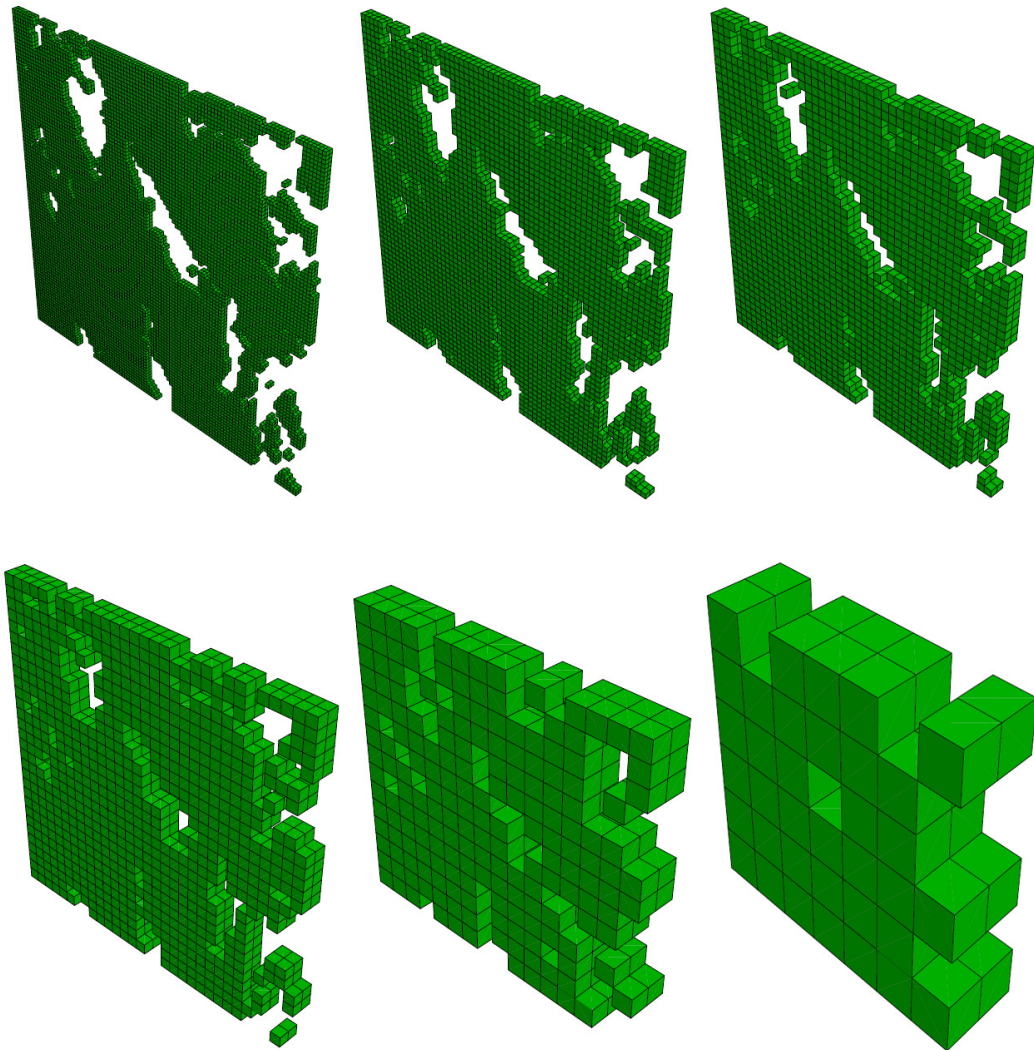


Figure B.5 – Agrégat de $30\ \mu\text{m}$ de côté avec une taille d'éléments de : a) $0,3\ \mu\text{m}$ b) $0,5\ \mu\text{m}$ c) $0,7\ \mu\text{m}$ d) $1\ \mu\text{m}$ e) $2\ \mu\text{m}$ f) $5\ \mu\text{m}$. (maillage de 2 couches).

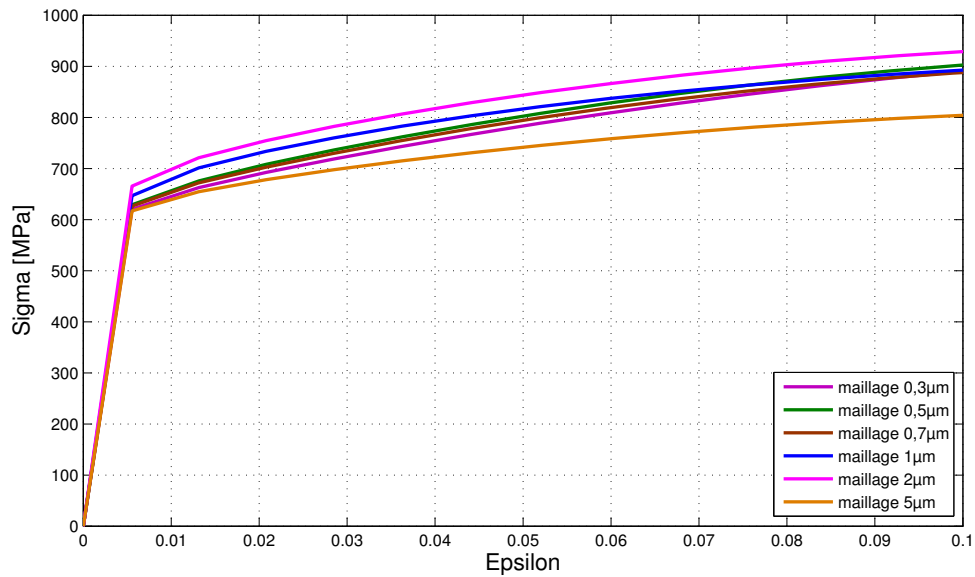


Figure B.6 – Courbes de compression simulées sur des agrégats de taille de maille différentes.

l'utilisation d'un maillage adéquat. En effet, afin de rendre compte de la morphologie réelle des phases et des interfaces, il s'agit d'adopter une description assez fine. Les distributions de contrainte (figure B.7), calculées en chaque élément du maillage, montrent qu'une trop grande taille de maille ($> 0,7 \mu\text{m}$) ne permet pas de décrire raisonnablement les hétérogénéités de contraintes.

Avec une taille de maille en dessous de $1 \mu\text{m}$, la distribution en deux pôles de contraintes est mise en évidence. Les distributions de déformation (figure B.8) ne sont pas très sensibles à la différence de taille de maille.

Ainsi, il apparaît que la taille de maille, et donc le nombre d'éléments par grain sur lesquelles sont discrétisés le comportement de celui-ci, est déterminant dans l'interprétation des valeurs de champs locaux. Cette étude a permis de montrer qu'il était nécessaire d'avoir au minimum 15 éléments par grain pour que la description des champs locaux, au sein de l'agrégat numérique, soit satisfaisante.

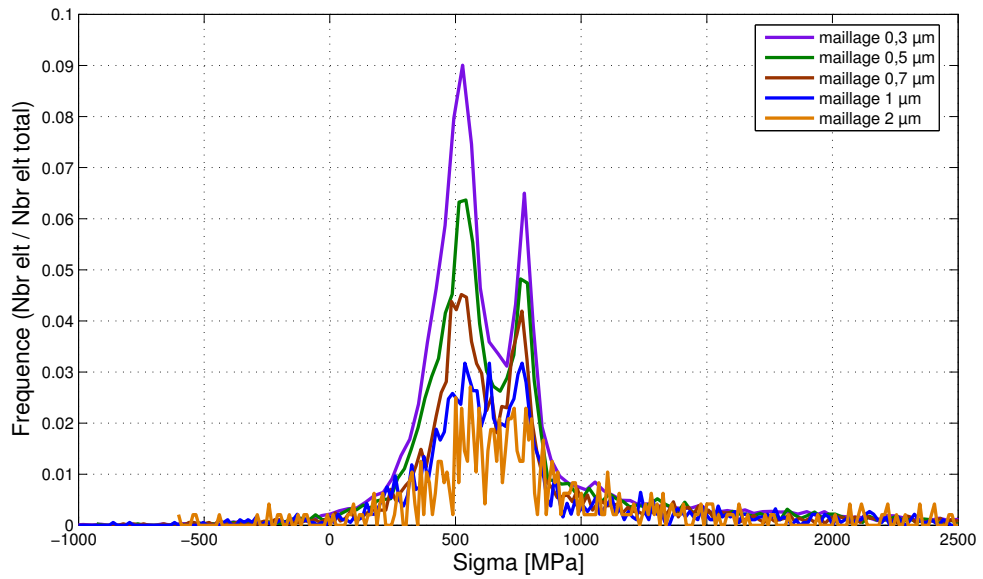


Figure B.7 – Histogramme des contraintes σ_{22} au sein des agrégats de taille de maille différentes.

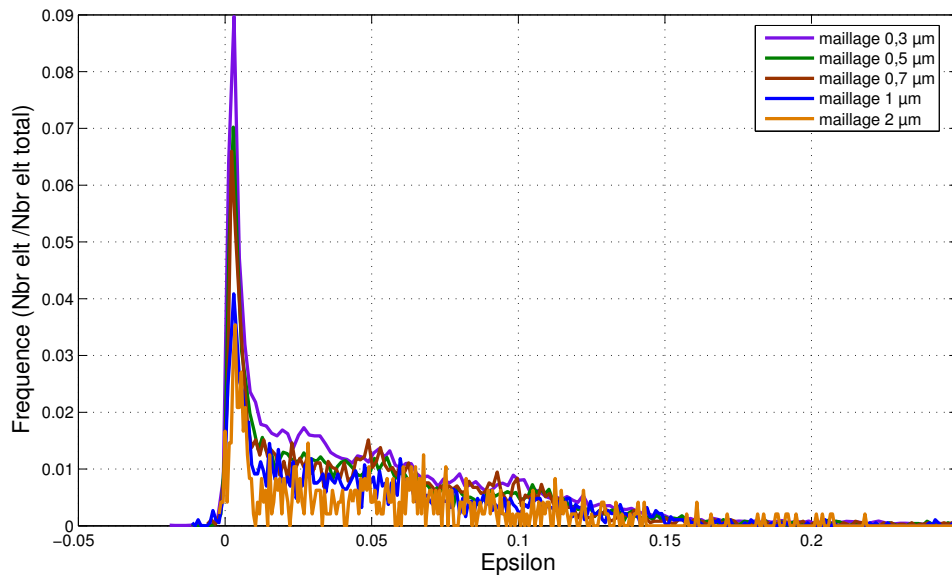


Figure B.8 – Histogramme des déformations au sein des agrégats de taille de maille différentes.

Annexe C

Annexe C : Champs Mécaniques

C.1 Simulation numérique Molybdène

L'agrégat numérique de molybdène est constitué de 8 couches d'éléments (chacune comprenant 10 000 éléments) provenant de 4 cartes EBSD de $30 \times 30 \mu m^2$ (pas d'analyse $0,3 \mu m$). Chaque carte est extrudée pour donner une épaisseur de maillage équivalente à la taille de grain.

à 25° C

Les figures C.1 et C.2 représentent les cartes de la contrainte locale σ_{22} et de densité de dislocations pour les simulations réalisées à 25°C.

à 500° C

Les figures C.3 et C.4 représentent les cartes de la contrainte locale σ_{22} et de densité de dislocations pour les simulations réalisées à 500°C.

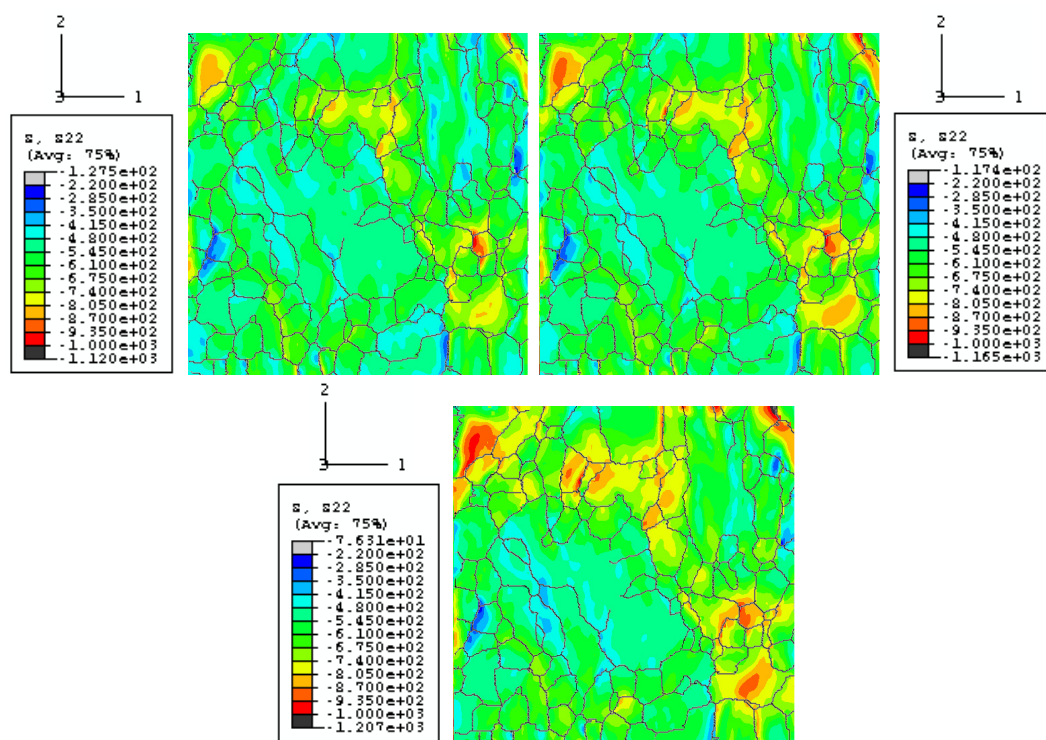


Figure C.1 – Cartes de la contrainte σ_{22} pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25^\circ\text{C}$.

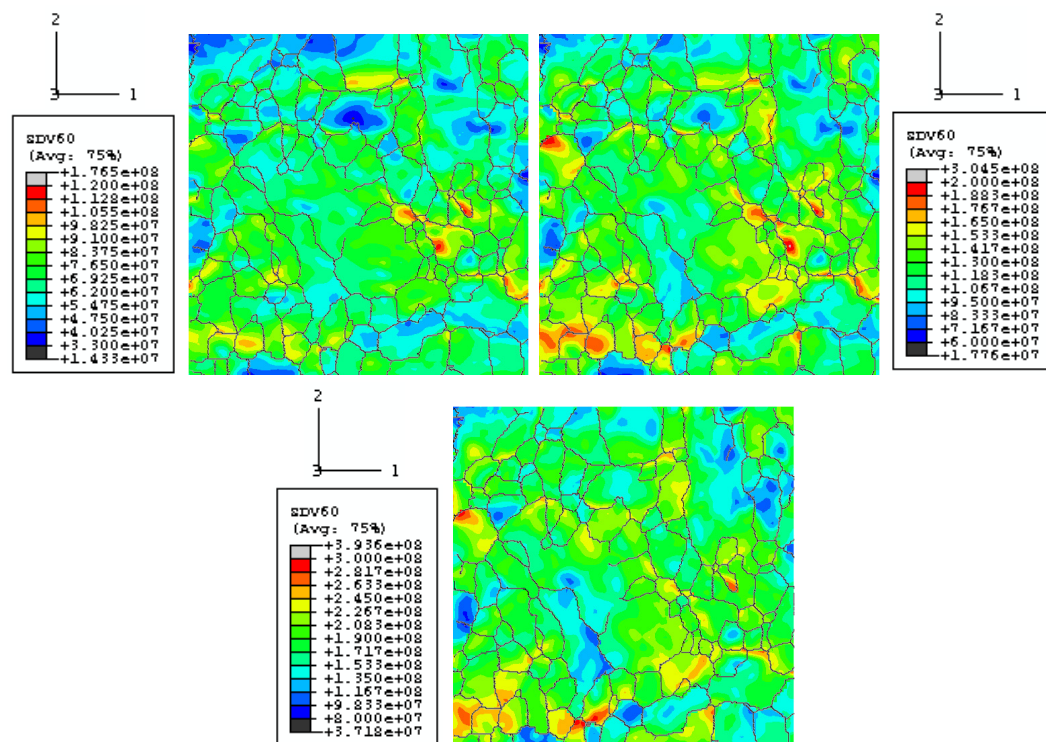


Figure C.2 – Densité de dislocations pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=25^\circ\text{C}$.

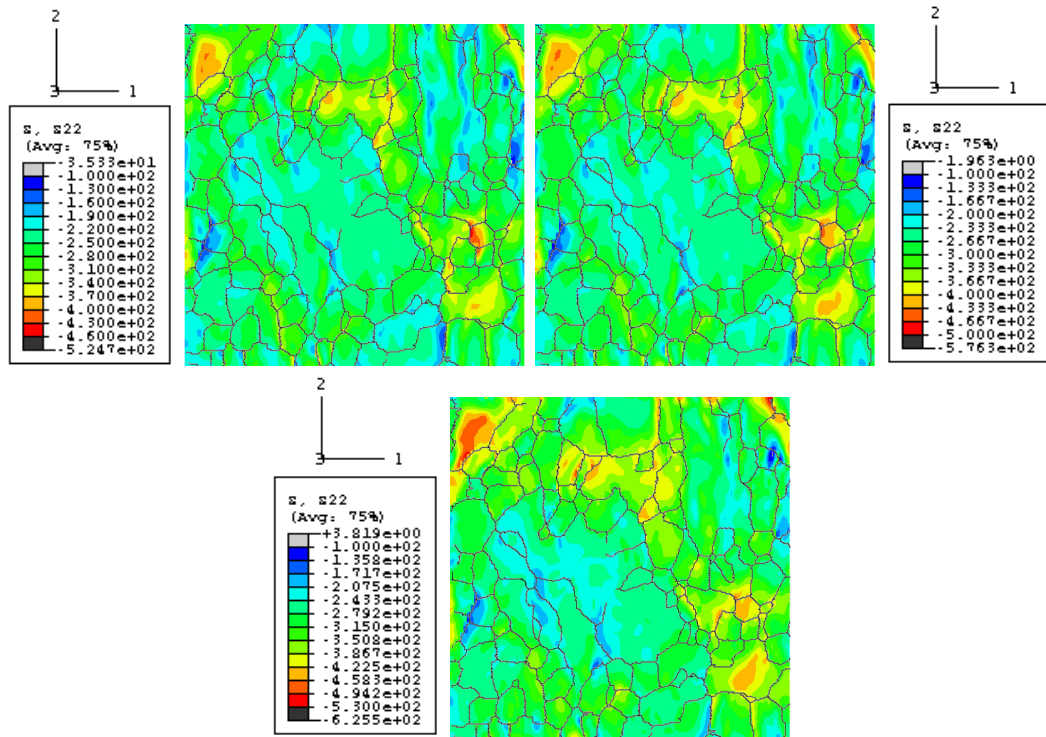


Figure C.3 – Cartes de la contrainte σ_{22} pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=500\text{ °C}$.

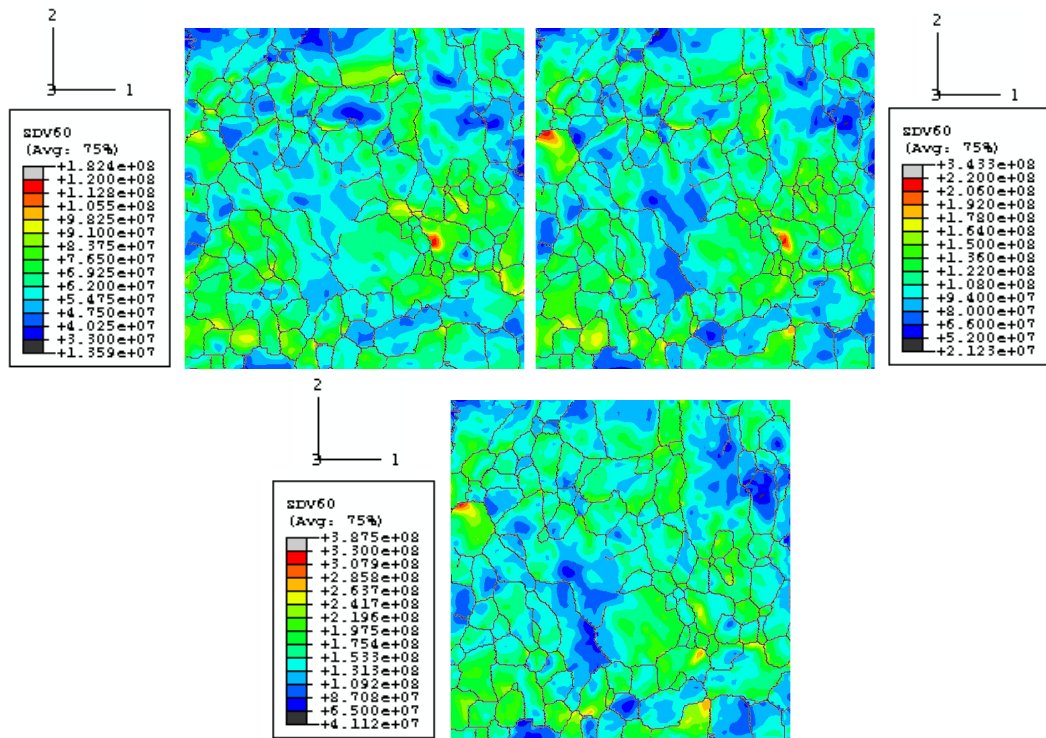


Figure C.4 – Densité de dislocations pour $E_{22} = 3\%$, $E_{22} = 7\%$ et $E_{22} = 15\%$ dans le molybdène à $T=500\text{ °C}$.

C.2 Simulation numérique agrégat A sans endommagement

L'agrégat A est obtenu comme pour le molybdène, à partir de 4 cartes EBSD de surface $30 \times 30 \mu m^2$ donnant 8 couches d'éléments. L'agrégat A ne présente pas la percolation de la phase carbure au sein de la structure. Pour les simulations présentées dans cette partie, le TiC est considéré en première approximation comme élastique isotrope.

La figure C.5 présente les cartes de déformation minimale principale dans les deux phases pour la simulation réalisée à $25^\circ C$ sans endommagement de la phase carbure.

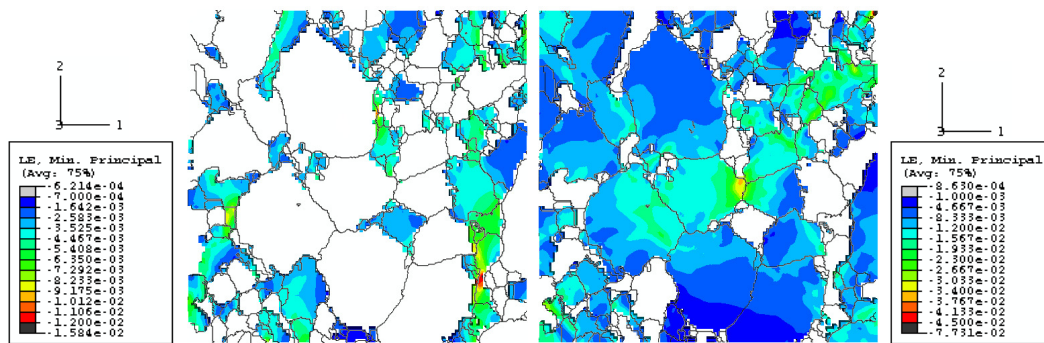


Figure C.5 – Déformation $\varepsilon_{MaxPrinc}$ dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25^\circ C$

Les figures C.6 et C.7 représentent les cartes de déformation locale ε_{22} et de contrainte équivalente au sens de von Mises pour les deux phases du composite.

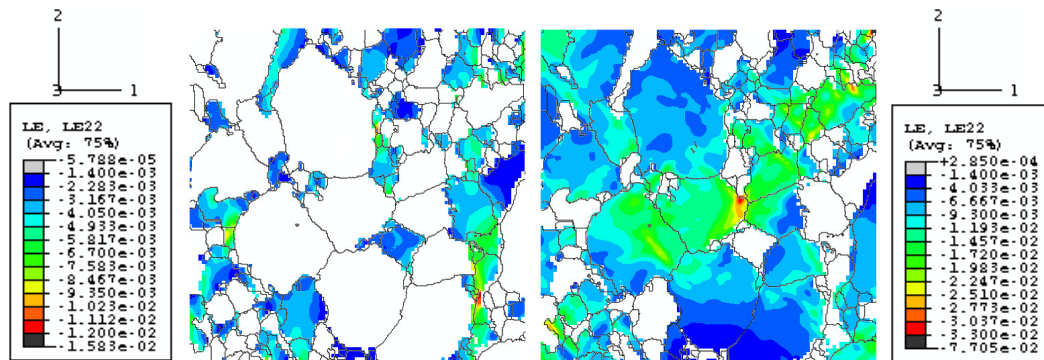


Figure C.6 – Déformation ε_{22} dans les différentes phases pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25^\circ C$

La figure C.8 présente les cartes de densité de dislocations et de nombre de systèmes actifs pour la phase molybdène.

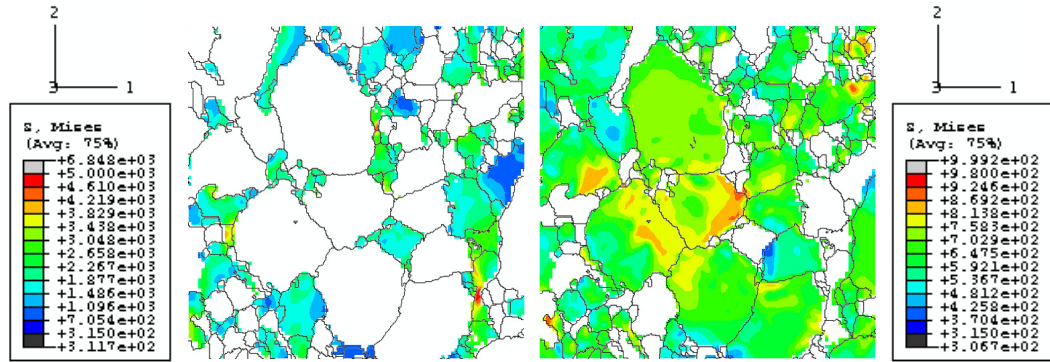


Figure C.7 – Cartes des contraintes σ_{mises} dans le TiC pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25$ °C

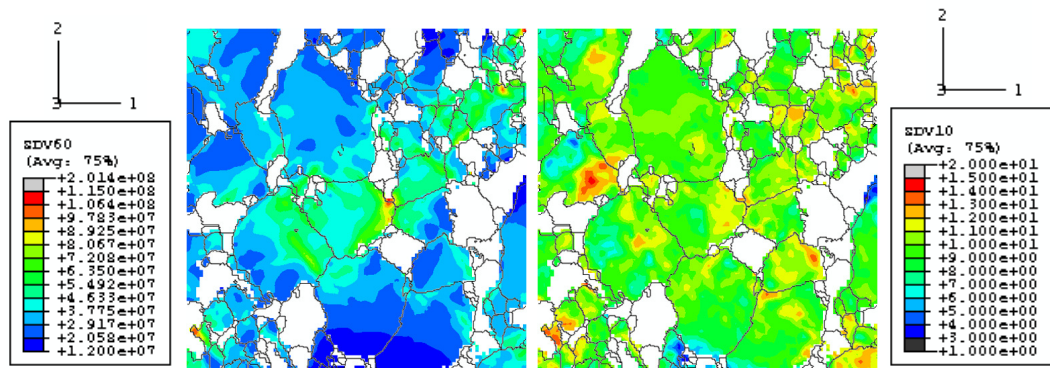


Figure C.8 – Densité de dislocations et nombre de systèmes actifs dans le molybdène pour $E_{22} = 0,01$ à $T=25$ °C

Bibliographie

- [1] J.D. Eshelby. The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, A241 No 241 :376–396, 1957.
- [2] E. Kröner. Theory of crystal defect. In *Summer school Hrazany*, 1964.
- [3] T. Hoc, J. Crépin, L. Gelebart, and A. Zaoui. A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from local response of polycrystals. *Acta Mater.*, 51 :5477–5488, 2003.
- [4] P. Franciosi. *Etude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux métalliques se déformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi-statique*. PhD thesis, Université Paris-Nord, 1984.
- [5] G.I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals i-ii. *Proc. Royal Soc.*, A145 :362–388, 1934.
- [6] F.R.N. Nabarro. *Theory of crystal dislocation*. Clarendon Press, Oxford, 1967.
- [7] B. Jaoul. *Etude de la plasticité et application aux métaux*. Dunod, 1965.
- [8] W.T. Read. *Dislocations in Crystals*. McGraw-Hill, 1953.
- [9] H. Mecking and U.F. Kocks. Kinetics of flow and strain hardening. *Acta metallurgica*, 29 :1865–1875, 1981.
- [10] Y. Estrin and H. Mecking. A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica*, 32 n 1 :57–70, 1984.
- [11] M. Libert. *Etudes expérimentale et numérique de l'effet des mécanismes de plasticité sur la rupture fragile par clivage dans les aciers faiblement alliés*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, 2007.
- [12] E.N. Gilbert. Random subdivision of space into crystals. *Ann. Math. Stat.*, 33 :1519–1530, 1962.
- [13] G.R. Canova, H.R. Wenk, and A. Molinari. Deformation modelling of multi-phase polycrystals : case of quartz-mica aggregate. *Acta. Metall.*, 40 :1519–1530, 1992.
- [14] L. Decker and D. Jeulin. Simulation 3d de matériaux aléatoires polycristallins. *Rev. Métall.*, CIT Sc. et Tech. des Mat. :271–275, 2000.

- [15] H. Takahashi. *Loi de comportement élastoviscoplastique du monocristal en grandes déformations*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1988.
- [16] A.J. Beaudoin, K.K. Mathur, P.R. Dawson, and G.C. Johnson. Three dimensional deformation process simulation with explicit use of polycrystal plasticity models. *Int. Journal. of Plasticity*, 9 :833–860, 1993.
- [17] S. Quilici and G. Cailletaud. FE simulation of macro-, meso- and micro-scales in polycrystalline plasticity. *Comp. Mat. Sci.*, 16 :383–390, 1999.
- [18] T. Kanit, F. N’Guyen, S. Forest, D. Jeulin, M. Reed, and S. Singleton. Apparent and effective physical properties of heterogenous materials : Representativity of samples of two materials from food industry. *Comput. Meth. Appl. Mech. Eng.*, 195 :3960–3982, 2006.
- [19] H. Ben Dhia. Problèmes mécaniques multi-échelles : la méthode arlequin. *C. R. Acad. Sci. Paris, Serie II b*, 326 :899–904, 1998.
- [20] D. Pierce, R.J. Asaro, and A. Needleman. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metallurgica*, 31 :1951–1976, 1983.
- [21] C. Teodosiu, J.L Raphanel, and L. Tabourot. Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. In *Proceeding International Seminar MECAMAT 91*, pages 153–167, 1993.
- [22] L. Tabourot. *Loi de comportement élastoviscoplastique du monocristal en grandes déformations*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1992.
- [23] P. Pilvin. Sidolo version 2.4. In *Notice d’utilisation, Paris*, 1998.
- [24] G. Cailletaud and P. Pilvin. Identification and inverse problems related to material behaviour. In *International Seminar on inverse problems, Clamart*, pages 79–86, 1994.
- [25] C.S. Becker and S. Panchanadeeswaran. Effects of grain interactions on deformation and local texture in polycrystals. *Acta metall.*, 43 No 7 :2701–2719, 1995.
- [26] A. Bhattacharya, E. El-Danaf, S. Kalidindi, and R. Doherty. Evolution of grain scale microstructure during large strain simple compression of polycrystalline aluminium with quasi-columnar grains : Oim measurements and numerical simulations. *Int. J. Plast.*, 17 :861–883, 2001.
- [27] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 1 : F.e. model. *Int. J. Plast.*, 17 No 4 :513–536, 2001.
- [28] F. Delaire, J.L. Raphanel, and C. Rey. Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension : experimental study and finite element simulation. *Acta mater.*, 48 :1075–1087, 2000.

-
- [29] T. Hoc, C. Rey, and J.L. Raphanel. Experimental and numerical analysis of localization during sequential test for an IF-Ti steel. *Acta Materialia*, 49 :1835–1846, 2001.
- [30] P. Eriean and C. Rey. Modelling of deformation and rotation bands and of deformation induced grain boundaries in IF steel aggregate during large plane strain compression. *International Journal of plasticity*, 20 :1763–1788, 2004.
- [31] U.F. Kocks, A.S. Argon, and M.F. Ashby. *Thermodynamics and kinetics of slip - Progress in Materials Science*, volume 19. Pergamon Press Oxford, 1975.
- [32] P. Franciosi. Glide mechanisms in b.c.c. crystals : an investigation of case of alpha-iron through multislip and latent hardening tests. *Acta metallurgica*, 31 :1331–1342, 1983.
- [33] F. Barbe. *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. PhD thesis, Thèse Université Paris 6, 1982.
- [34] G. Geymonat, F. Hild, and S. Pagano. Identification of elastic parameters by displacement field measurement. *C.R. Mécanique*, 330 :403–408, 2002.
- [35] V. Tarigopula, O.S. Hopperstad, M. Langseth, A.H. Clausen, and F. Hild. A study of localisation in dual-phase high-strength steels under dynamic loading using digital image correlation and fe analysis. *International Journal of Solids and Structures*, 45 :601–619, 2008.
- [36] J. Réthoré, S. Roux, and F. Hild. Noise-robust stress intensity factor determination from kinematic field measurements. *Engineering Fracture Mechanics*, 75 :3763–3781, 2008.
- [37] A.J. Allen, M.A.M. Bourke, S. Dawes, M.T. Hutchings, and P.J. Withers. The analysis of internal strains measured by neutron diffraction in Al/SiC metal matrix composites. *Acta Materialia*, 40 :2361–2373, 1992.
- [38] J. Zhou, J. Duszczuk, and B.M. Korevaar. As-spray-deposited structure of an Al-20Si-5Fe osprey preform and its development during subsequent processing. *J. Mat. Sci.*, 26 :5275–5291, 1991.
- [39] G. Canova and L.P. Kubin. *Dislocation microstructure and plastic flow : a three dimensional simulation Dans Continuum Model and Discrete Systems*. G.A.Maugin Longman scientific and technical, 1991.
- [40] S. Savelli. *Simulation de la dynamique des dislocations à une échelle mésoscopique : une étude de la déformation plastique*. PhD thesis, Université Paris XI Orsay, 1993.
- [41] R. Madec, B. Devincere, and L.P. Kubin. *New line model for optimized dislocation dynamics simulations.*, volume 653, Z1.8.1-Z1.8.6. Multiscale materials modeling par L.P. Kubin, J.L. Bassani, K. Cho and R.L.B. Selinger, Mat.Res. Soc. Symp. Proc., 2001.
- [42] N.M. Ghoniem and L.Z. Sun. Sum method for the elastic field of three-dimensional dislocation ensembles. *Phys. Rev. B*, 60 :128–140, 1999.
- [43] H.M. Zbib, M. Rhee, and J.P. Hirth. On plastic deformation and the dynamics of 3D dislocation. *J. Mech. Sci.*, 40 :113–127, 1998.

- [44] K.W. Schwarz. Simulation of dislocations on the mesoscopic scale. i.methods and examples. *J. Appl. Phys.*, 85 :108–119, 1999.
- [45] R. Madec, B. Devincre, and L. Kubin. Simulation of dislocation patterns in multislip. *Scripta Materiala*, 47 :689–695, 2002.
- [46] B. Devincre, T. Hoc, and L. Kubin. Dislocation mean free paths and strain hardening of crystals. *science*, 320 DOI 10.1126 ; science 1156101 :1745–1748, 2008.
- [47] M. Rhee, J.S. Stölken, V.V. Bulatov, T. Diaz de la Rubia, H.M. Zbib, and J.P. Hirth. Dislocation stress fields for dynamic codes using anisotropic elasticity : methodology and analysis. *Mater. Sci. Eng.*, A309-310 :288–293, 2001.
- [48] R.V. Kukta V.B. Shenoy and R. Phillips. Mesoscopic analysis of structure and strength of dislocation junctions in fcc metals. *Phys. Rev. Lett.*, 84 :1491–1494, 2000.
- [49] C.G. Sammis and M.F. Ashby. The failure of brittle porous solids under compressive stress states. *Acta Metallurgica*, 34 (3) :511–526, 1986.
- [50] B.J. Carter, E.Z. Latjai, and Y. Yuang. Tensile fractures from circular cavities loaded in compression. *International Journal of Fracture*, 57 :221–236, 1992.
- [51] D. Leguillon. Strength or toughness? a criterion for crack onset at a notch. *Eur. J. Mech. A/Solids*, 21 :61–72, 2002.
- [52] J.W. Hancock, I.L. Dillamore, and R.E. Smallman. Proc. In *Plansee Seminar*, volume 6, page 467, 1968.
- [53] M.F. Ashby. Work hardening of dispersion-hardened crystals. *Phil. Mag.*, 14 :1157–1178, 1966.
- [54] G. Bernard, T. Hersant, F. Moliexe, and F. Moussy. . *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 76 :667, 1979.
- [55] F. Leroy. rapport dgrst-gis, cfas (saint-etienne). In *Mise en forme n°83*, volume 02, page 467, 1983.
- [56] P.J.E. Forsyth. Fatigue damage and crack growth in aluminum alloys. *Acta Metall.*, 11 :703–715, 1963.
- [57] M. Zhang, P. Yang, and Y. Tan. Micromechanisms of fatigue crack nucleation and short crack growth in a low carbon steel under low cycle impact fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 21 :823–830, 1999.
- [58] P. Lamagnere. *Etude et modélisation de l'amorçage des fissures de fatigue de roulement au voisinage des microhétérogénéités dans l'acier M50 (80Mo-CrV42)*. PhD thesis, INSA de Lyon, 1996.
- [59] M. Kouzeli, L. Weber, C. San Marchi, and A. Mortensen. Quantification of microdamage phenomena of high volume fraction particle reinforced aluminium. *Acta Mater.*, 49 :497–505, 2001.
- [60] S. Savelli. *Identification des mécanismes et approche quantitative de la fatigue d'alliages modèles d'aluminium de moulage*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2000.

-
- [61] P.M. Mummary, B. Derby, and C.B. Scruby. Acoustic emission from particulate reinforced metal matrix composites. *Acta Metall. Mater.*, 41 :1431–1445, 1993.
- [62] M.J. Hadianfard, J. Healy, and Y.W. Mai. The influence of temperature on the mechanical and fracture properties of a 20 vol.pct ceramic particulate reinforced aluminum matrix composite. *J. Mater. Sci.*, 29 :3906–3912, 1994.
- [63] T.J. Downes and J.E King. the effect of SiC particle size on the fracture toughness of a metal matrix composite. In *Proceeding of the 12th Riso International Symposium on Materials Science. Metal matrix Composites : Proceedings, microstructure and Properties*, pages 305–310, 1991.
- [64] D. Zhao, F.R. Tuler, and D.J. Lloyd. Fracture at elevated temperatures in a particle reinforced composite. *Acta Metall. Mater.*, 42 n°7 :2525–2533, 1994.
- [65] P. Poza and J. Llorca. Fracture toughness and fracture mechanisms of Al-Al₂O₃ composites at cryogenic and elevated temperatures. *Mater. Sci. End. A*, A206 n°2 :183–193, 1996.
- [66] M.F. Horstemeyer and A.M. Gokhale. A void-crack nucleation model for ductile metals. *International Journal of Solids and Structures*, 36 n°33 :5029–5055, 1999.
- [67] P.F. Thomason. *Ductile fracture of metals*. Pergamon Press, 1990.
- [68] J. Llorca. dans Clyne T.W. (Ed) *Comprehensive composites Materials*, volume 3. Metal Matrix Composites Amsterdam Elsevier, 2000.
- [69] C.F. Martin, C. Josserond, L. Salvo, J.J. Blandin, P. Cloetens, and E. Bolger. Characterization by x-ray micro-tomography of cavity coalescence during superplastic deformation. *Scripta Mater.*, 42 :375–381, 2000.
- [70] D. Zhao, F.R. Tuler, and D.J. Lloyd. Fracture at elevated temperatures in a particle reinforced composite. *Acta Metall. Mater.*, 42 No 7 :2525–2533, 1994.
- [71] J. Gurland and J. Plateau. The mechanism of ductile rupture of metals containing inclusions. *Trans ASM*, 56 :442–454, 1963.
- [72] K. Tanaka, T. Mori, and T. Nakaruma. Cavity formation at the interface of a spherical inclusion in a plastically deformed matrix. *Phil. Mag.*, 21 :267–279, 1970.
- [73] L.M. Brown and W.M. Stobbs. The work-hardening of copper-silica. equilibrium plastic relaxation by secondary dislocations. *Philosophical Magazine*, 34 No3 :351–372, 1976.
- [74] F.A. Mc Clintock. Ductility. In *ASM, Metals Park, Ohio*, page 255, 1968.
- [75] Jien-Wei Yeh and Wen-Pin Liu. The cracking mechanism of silicon particles in an a357 aluminum alloy. *Metallurgical and materials transactions A*, 27A :3558–3568, 1996.
- [76] S.H. Goods and L.M. Brown. The nucleation of cavities by plastic deformation. *Acta Metallurgica*, 27 :1–15, 1979.

- [77] A.S. Argon, J. Im, and R. Safoglu. Cavity formation from inclusion in ductile fracture. *Metallurgical transactions A*, 6A :825–837, 1975.
- [78] S.S. Rhee and F.A. Mc Clintock. Proc. fourth u.s. nat. cong. appl. mech. In *ASME, New York*, volume 2, page 1007, 1962.
- [79] F.M. Beremin. Cavity formation from inclusions in ductile fracture of a508 steel. *Metallurgical transactions A*, 12A :723–731, 1981.
- [80] M. Berveiller and A. Zaoui. An extension of the self-consistent scheme to plasticity flowing polycrystals. *J. Mech. Phys. Solids*, 26 :325–344, 1979.
- [81] H. Caceres and J.R. Griffiths. Damage by cracking of silicon particles in an Al-7Si-0,4Mg casting alloy. *Acta Materialia*, 44 :25–33, 1996.
- [82] C.C. Chu and A. Needleman. Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. *J. Engng. Mater. Technol.*, 102 :249–256, 1980.
- [83] E. Maire, J.Y. Buffiere, L. Salvo, J.J. Blandin, W. Ludwig, and J.M. Letang. On the application of X-Ray microtomography in the field of materials science. *Advanced Engineering Materials*, 3 :539–546, 2001.
- [84] G.E. Hollox and R.E. Smallman. Solid solution softening and thermally activated flow in alloys of Fe with 3at.% Co, Ni or Si. *Journal of Applied Physics*, 37 :818–823, 1966.
- [85] C. Allison and W.S. Williams. Measurement of carbon/metal ratio in a single grain of nonstoichiometric titanium carbide. *Journal Of American Society*, 1 :69, 1986.
- [86] W. Lengauer and P. Ettmayer. Investigation of phase equilibria in the TiN & Ti-Mo-N systems. *Material Science and Engineering*, A105–106 :257–263, 1988.
- [87] R. Kieffer and P. Ettmayer. Entwicklungen auf der nitridchemie und nitridhaltiger hartmetalle. *Material Science and Engineering*, 4 :990–1010, 1982.
- [88] A. Allemand and M. Le Flem. Mise en forme de cermets Mo-TiC pour les 'systèmes nucléaires du futur'. In *Congrès Matériaux 2006 - Dijon*, 2006.
- [89] T. Suzuki, N. Nomura, K. Yoshimi, and S. Hanada. No.9. *Journal of Engineering Materials*, 41 :1164–1167, 2000.
- [90] N. Nomura, K. Yoshimi, and S. Hanada. No.12. *Materials Transactions*, 41 :1599–1604, 2000.
- [91] Y. Tan, C.L. Ma, A. Kasama, R. Tanaka, Y. Mishima, S. Hanada, and J.M. Yang. A341. *Materials Science and Engineering*, 341 :282–288, 2003.
- [92] H.N. Eremenko. Handbook of ternary alloy phase diagrams. *American Society for Metals, Materials Park, OH*, 6 :7089, 1995.
- [93] M. Le Flem, A. Allemand, S. Urvoy, D. Cédât, and C. Rey. Microstructure and thermal conductivity of Mo-TiC cermets processed by Hot Isostatic Pressing. *Journal of Nuclear Materials*, page in press, 2008.
- [94] H.E.Exner and E. Artz. *Physical Metallurgy R. W Cahn and P. Haasen*, volume Sintering process, Chapter 30. North-holland physics publishing, 1983.

-
- [95] H. Suzuki, K. Hayashi, and O. Terada. Mechanisms of surrounding structure formation in sintered TiC-Mo₂C-Ni. *Trans. Jap. Inst. of Metals*, 35 :936–942, 2000.
- [96] H. Yoshimura, T. Sugisawa, K. Nishigaki, and H. Doi. Reaction during sintering of TiC-20TiN-15WC-10TaC-9Mo-5.5Ni-11Co cermet. In *Proceeding International 10th Plansee Seminar*, pages 727–741, 1981.
- [97] H.H. Holleck. *Binäre und ternäre Carbide und Nitride der Übergangsmetalle und ihre Phasenbeziehungen*. Kernforschungszentrum, Karlsruhe, 1981.
- [98] M. Le Flem, A. Allemand, S. Urvoy, D. Cédât, and C. Rey. Développement de cermets mo-tic pour les systèmes nucléaires du futur. In *Matériaux 2006*, page 94, 2006.
- [99] M. Le Flem, A. Allemand, S. Urvoy, D. Cédât, and C. Rey. Effect of high temperature annealing on microstructure and thermal conductivity of Mo-TiC 30 *Journal of Nuclear Materials*, page in progress, 2009.
- [100] C. Kral, W. Lengauer, D. Rafaja, and P. Ettmayer. Critical review on the elastic properties of transition metal carbides, nitrides and carbonitrides. *Journal of Alloys and Compounds*, 265 :215–233, 1998.
- [101] E. Parthé and K. Yvon. On the crystal chemistry of the close packed transition metal carbides. a proposal for the notation of different crystal structures. *Acta Cryst.*, B153 :153–163, 1970.
- [102] I. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng.*, 3 :47–57, 1965.
- [103] W.C. Oliver and G. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation. *J. Mat. Res.*, 7 :1565–1583, 1992.
- [104] J.C. Halpin and S.W. Tsai. Environmental factors in composite design. In *Air Force Materials Laboratory AFML-TR-67-423*, 1967.
- [105] M. Le Flem, S. Urvoy, F. Onimus, J. Pelé, P. Wident, and J. Pécégo. Document technique dmn/srma/la2m/nt/2006-2772/a. In *Caractérisations microstructurales et mécaniques de céramiques : TiC, ZrC, SiC beta, ZrxSiy*, 2003.
- [106] Céramiques techniques avancées. *Céramiques monolithiques - Propriétés mécaniques à température ambiante. Partie 1 : Détermination de la résistance à la flexion*. NF EN 843-1, 1995.
- [107] N. Aritomi. Research on the brittleness of electron-beam melted molybdenum. *Transactions of national research institute for metals*, 21 :18–34, 1979.
- [108] A. Uenishi and C. Teodosiu. Solid solution softening at high strain rates in Si or/and Mn-added interstitial free steels. *Acta Materialia*, 51 :4437–4446, 2003.
- [109] J. Harding. The effect of grain size and strain rate on the lower yield stress of pure iron at 298°k. *Acta Metallurgica*, 17 :949–958, 2005.

- [110] T. Tanaka and S. Watanabe. The temperature dependence of the yield stress and solid solution softening in Fe-Ni and Fe-Si alloys. *Acta Metallurgica*, 19 :991–1000, 1971.
- [111] W.A. Spitzig and W.C. Leslie. Solid solution softening and thermally activated flow in alloys of Fe with 3at.% Co, Ni or Si. *Acta Metallurgica*, 19 :1143–1152, 1971.
- [112] L.P. Kubin. Plasticité des métaux de structure cubique centrée. In *Ecole d'été d'Yravals*, 1979.
- [113] J. Cheng, S. Nemat-Nasser, and W. Guo. A unified constitutive model for strain-rate and temperature dependent behavior of molybdenum. *Mechanics of materials*, 33 :603–616, 2001.
- [114] F. Louchet. Plasticité des métaux de structure cubique centrée. In *Ecole d'été d'Yravals*, 1979.
- [115] G.I. Taylor and C.F. Elam. The distortion of iron crystals. In *Roy. Soc.*, pages 337–361, 1926.
- [116] C.S. Barrett, G. Ansel, and R.F. Mehl. Slip, twinning and cleavage in iron and silicon ferrite. *Trans. A.S.M.*, pages 702–736, 1937.
- [117] J.E. Dorn and S. Rajnak. Nucleation of kink pairs and the Peierls' mechanism of plastic deformation. *Trans. Meta Soc. AIME*, 230 :1052–1064, 1964.
- [118] F. Guiu. *Phys. Stat. Sol*, 19 :339, 1967.
- [119] J. Richter. The influence of temperature on the deformation mechanism of molybdenum single crystals. *Phys. Stat. Sol*, 35 :K119, 1969.
- [120] L.P. Kubin. *Reviews on the deformation behavior of materials - The low-temperature mechanical properties of bcc metals and their alloys (II)*, volume vol IV, No.3. Scientific Publications division, Freund Publishing House LTD., Prof. P. Feltham, 1982.
- [121] E. Pink and R.J. Arsenault. Low-temperature softening in body-centered cubic alloys. *Material Science*, 24 :1, 1979.
- [122] M. Meshii, J. Nagakawa, and G.W. Bang. Mechanical properties of bcc metals. In *US-JAPAN Seminar Hawaii, the metallurgical Society of AIME*, page 95, 1982.
- [123] J.O. Ratka, V.K. Sethi, and R. Gibala. Mechanical properties of bcc metals. In *US-JAPAN Seminar Hawaii, the metallurgical Society of AIME*, page 103, 1982.
- [124] K. Kitajima, E. Kuramoto, H. Abe, and Y. Aono. Point defect and defect clusters in metals. In *Yamada conference 5*, 1981.
- [125] D.R. Trinkle and C. Woodward. The chemistry of deformation : how solutes soften pure metals. *Science*, 310 :1665–1667, 2005.
- [126] P.R. Hirsch. The distortion of iron crystals. In *5th International Conference of Crystallography*, page 139, 1960.

-
- [127] M.I. Mendeleev, S. Han, and D.J. Srolovitz. Development of new interatomic potentials appropriate for crystalline and liquid iron. *Philosophical Magazine*, 83 :3977–3994, 2003.
- [128] S. Ismail-Beigi and T.A. Arias. Ab initio study of screw dislocations in Mo and Ta : a new picture of plasticity in bcc transition metals. *Phys. Rev. Lett*, 84 :1499 – 1502, 2000.
- [129] S.L. Frederiksen and K.W. Jacobsen. Density function theory studies of screw dislocation core structures in bcc metals. *Phil. Mag.*, 83 :365, 2003.
- [130] W. Sigle. High-resolution electron microscopy and molecular dynamics study of the $(a/2)[111]$ screw dislocation in molybdenum. *Philosophical Magazine*, A 79 :1009, 1999.
- [131] C. Domain and G. Monnet. Simulation of screw dislocation motion in iron by molecular dynamics simulations. *Phys. Rev. Lett*, 95 :215506, 2005.
- [132] J. Friedel. *Dislocations*. Pergamon Press Oxford, 1964.
- [133] T. Hoc. *Etudes expérimentale et numérique de la localisation lors de changements de trajets dans un acier doux*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, Grande voie des vignes, 92295 Chatenay-Malabry, 1999.
- [134] D. Pierce, R.J. Asaro, A. Needleman, and J. Lemonds. Finite element analysis of crystalline solids. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 52 , Issues 1-3 :689–708, 1985.
- [135] D. Arizmendi. *Simulation par la méthode des éléments finis de la déformation plastique des cristaux à structure cubique centrée en utilisant un modèle basé sur les mécanismes physiques de la plasticité cristalline*. PhD thesis, Université Paris XIII, 1999.
- [136] F. Louchet, L.P. Kubin, and D. Vesely. Description of low temperature interstitial hardening of the bcc lattice from in situ experiments. *Philosophical Magazine A*, 38 :205–221, 1978.
- [137] F. Kroupa. *K. Phys. Stat. Sol.*, 3 :391, 1963.
- [138] L. Stainier, A.M. Cuitino, and M. Ortiz. A micromechanical model of hardening, rate sensitivity and thermal softening in bcc single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 :1511–1545, 2002.
- [139] U. Essman and H. Mughrabi. Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocations densities. *Phil. Mag.*, A40 n 6 :731–756, 1979.
- [140] E.H. Lee. Elastic-plastic deformation at finite strains. *Journal of Applied Mechanics*, 36 :1–6, 1969.
- [141] S. Forest. Rapport technique cours de DEA mécanique et matériaux. In *Loi de comportement inélastiques en transformations finies*, 1999.
- [142] G.Z. Voyiadjis and F.H. Abed. Microstructural based models for bcc and fcc metals with temperature and strain rate dependency. *Mechanics of materials*, 37 :355–378, 2005.

- [143] G. Cailletaud and P. Pilvin. Identification and inverse problems related to material behaviour. In *Proceedings of the International Seminar on Inverse problems Clamart*, pages 79–86, 1994.
- [144] J. Lemaitre. *A Course on Damage Mechanics*. Springer, 1990.
- [145] J.L. Chaboche and J. Lemaitre. *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, 2001.
- [146] J.Y. Buffiere, E. Maire, P. Cloetens, G. Lorman, and R. Fougères. Characterization of internal damage in a MMC_p using X-Ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Materialia*, 47 :1613–1625, 1999.
- [147] S. Savelli. *Identification des mécanismes et approche quantitative de la fatigue d’alliages modèles d’aluminium de moulage*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2000.
- [148] P. Cloetens, M. Pateyron-Salome, J.Y. Buffiere, and al. Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, 81 :5878–5886, 1997.
- [149] O. Engler, C. Escher, and G. Gottstein. *Textures and Microstructures*, 26–27 :33, 1996.