

UNIVERSITÉ SORBONNE PARIS NORD

N° attribué par la bibliothèque

□□□□□□□□□□

T H È S E

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ SORBONNE PARIS NORD

Spécialité : SCIENCES DE L'INGÉNIEUR

Option : Sciences des matériaux

Préparée au **Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux**

Dans le cadre de l'École Doctorale Galilée (ED146)

Par

Jérôme MESPOULET

**La Déformation Plastique Dynamique comme procédé monoétape
d'élaboration pour l'optimisation des caractéristiques mécaniques des
matériaux de structure : relations microstructure propriétés**

Directeur de thèse : Guy DIRRAS

Soutenance présentée publiquement le 22/12/2020

Composition du jury :

<i>Jia LI</i>	<i>Professeur (USPN, Villetaneuse)</i>	<i>Président</i>
<i>Salima BOUVIER</i>	<i>Professeure (UTC, Compiègne)</i>	<i>Rapporteuse</i>
<i>Halim HADDADI</i>	<i>Professeur (ENSAM, Paris)</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>Salah RAMTANI</i>	<i>Professeur (USPN, Villetaneuse)</i>	<i>Examineur</i>
<i>Nadia BAHLOULI</i>	<i>Professeur (UNISTRA, Strasbourg)</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Lukasz FARBANIEC</i>	<i>Research Associate (University of Oxford)</i>	<i>Examineur</i>
<i>Hocine KEBIR</i>	<i>Maître de conférences, HDR (UTC, Compiègne)</i>	<i>Examineur</i>
<i>Paul DECONINCK</i>	<i>R&D Manager Shock Physics Division (THIOT INGÉNIERIE, Puybrun)</i>	<i>Invité</i>
<i>Pierre Louis HÉREIL</i>	<i>Strategy & Business Development (THIOT INGÉNIERIE, Puybrun)</i>	<i>Co-Encadrant de thèse</i>
<i>Guy DIRRAS</i>	<i>Professeur (USPN, Villetaneuse)</i>	<i>Directeur de thèse</i>

Résumé :

Dans la famille des alliages de cuivre, le Cu – Be a longtemps été le matériau au compromis de performances conductivité électrique/résistance mécanique le plus élevé. Cependant, en raison de sa toxicité, l'utilisation du Béryllium est devenue contraignante. Des solutions de remplacement portent désormais sur d'autres nuances, de type Cu - Ti, Cu - Ni - Si ou encore Cu - Ni - Sn. Ces derniers n'ont cependant pas encore démontré pleinement leur équivalence.

Ainsi, les présents travaux de thèse, qui se sont déroulés dans le cadre du développement de nouvelles microstructures pour répondre aux besoins constants de matériaux performants en conditions hautes pressions fluides (liquide en quasi statique ou gazeux en dynamique), ont permis d'évaluer la capacité du procédé d'élaboration en régime dynamique à élaborer, en une seule étape, des microstructures nouvelles et optimisées, par impact direct à des vitesses de $2250\pm 50\text{s}^{-1}$ et $4250\pm 50\text{s}^{-1}$.

Les résultats obtenus permettent de dire que les premiers objectifs qui concernaient l'augmentation des propriétés mécaniques macroscopiques ont été atteints pour les deux alliages de l'étude, à savoir Cu - Be et Cu - Ni - Sn. En effet, des gains de ~28 et 23% par rapport aux états initiaux ont été obtenus sans recourir à des ajouts d'éléments d'addition rares, voire stratégiques pour lesquels le marché mondial est contraint (exemples : Ta, V, Nb ...). Mieux, l'alliage Cu - Ni - Sn qui est appelé à remplacer, pour l'application envisagée, l'alliage Cu - Be a montré de réels espoirs, quant à sa stabilité microstructurale.

Mots-clés :

Déformation Plastique Dynamique, Hautes Pressions, Cuivre – Béryllium, Cuivre – Nickel – Étain, Modélisation Numérique, Affinement de microstructure

Dynamic Plastic Deformation as a single-stage elaboration process for mechanical characteristics optimization applied to structural materials: microstructure - properties relationship

Abstract:

In the family of copper alloys, Cu - Be has long been the material with the highest compromise in electrical conductivity / mechanical strength performance. However, due to its toxicity, the use of beryllium has become restrictive. Replacement solutions now relate to other grades, such as Cu - Ti, Cu - Ni - Si or even Cu - Ni - Sn. However, these have not yet fully demonstrated their equivalence. Thus, the present thesis work, which took place within the framework of the development of new microstructures to meet the constant needs for high-performance materials in high fluid pressure conditions (liquid in quasi-static or gaseous in dynamics), made it possible to assess the ability of the dynamic development process to develop, in a single step, new and optimized microstructures, by direct impact at speeds of $2250\pm 50\text{s}^{-1}$ and $4250\pm 50\text{s}^{-1}$. The results obtained allow us to say that the first objectives which concerned the increase in macroscopic mechanical properties were achieved for the two alloys of the study, namely Cu - Be and Cu – Ni - Sn. In effect of the gains of ~28 et 23% by the initial states were obtained, without resorting to additions of rare addition elements, see strategic for which the world market is constrained (examples: Ta, V, Nb ...). Better still, the Cu – Ni - Sn alloy which is called upon to replace, for the envisaged application, the Cu - Be alloy has shown real hopes for its microstructural stability.

Keywords:

Dynamic Plastic Deformation, High Pressures, Copper – Beryllium, Copper – Nickel – Tin, Numerical Simulation, Microstructure refinement



Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier les membres du jury de cette thèse : les professeurs Salima Bouvier de l'UTC de Compiègne et Halim Haddadi de l'ENSAM ParisTech qui ont accepté d'analyser le travail présenté par ce mémoire et d'en être rapporteurs ; Jia Li et Salah Ramtani de l'USPN, Nadia Bahlouli de l'UNISTRA, Lukasz Farbaniec de l'Université d'Oxford et Houcine Kébir de l'UTC de Compiègne qui ont accepté de participer au jury ; qu'ils trouvent tous ici l'expression de ma plus sincère reconnaissance.

Compte tenu des circonstances particulières de mon travail de thèse, je tiens à remercier d'emblée monsieur Patrick Thiot, fondateur de THIOT INGÉNIERIE et président de cette entreprise qui a fait de la physique des chocs son cœur de métier et créé le premier et seul laboratoire privé dans ce domaine, pour m'avoir notamment permis de dégager une partie du temps nécessaire à la réalisation de cette thèse.

La seconde personne qu'il me paraît évident de remercier d'emblée est le professeur Guy Dirras, mon directeur de thèse, sans lequel ce travail n'aurait tout simplement pas vu le jour ; ce sont sa compétence et son degré d'excellence que j'ai eu l'occasion d'apprécier à travers des collaborations préalables entre THIOT INGÉNIERIE et le laboratoire LSPM de l'Université Sorbonne Paris Nord (USPN), qui m'ont conduit à m'engager dans cette aventure. Je ne saurais trop le remercier pour sa disponibilité, son encadrement hors pair agrémenté de nombreux et constants conseils, ainsi que pour son optimisme qui m'a permis tout au long de la thèse et encore plus dans la dernière ligne droite de mener ces travaux jusqu'au bout. Sur le plan humain, mon appréciation envers lui dépasse maintenant le cadre professionnel, il est devenu un véritable ami.

La troisième personne que je remercie est Pierre Héreil, mon co-encadrant de thèse, expert en physique des chocs et en dynamique, pour le partage de ses connaissances qu'il a su me transmettre pendant toutes ces années et plus particulièrement pendant ces années de thèses.

Pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et avoir accepté d'être mon tuteur au sein du comité de suivi, je témoigne également ici ma profonde reconnaissance à monsieur Dominique Vrel, directeur du LSPM.

Pour m'avoir accompagné à Puybrun comme à Villetaneuse pendant ces trois dernières années, je souhaite exprimer ma sincère gratitude à mes collègues messieurs Paul Deconinck et Hakim Abdulhamid pour leur soutien et leur analyse critique, madame Valérie Bockelée pour son aide dans les préparations des échantillons et messieurs Thierry Chauveau pour les analyses en diffraction des rayons X, David Tingaud et Azziz Hocini pour m'avoir formé sur les techniques EBSD et les essais mécaniques réalisés au LSPM, Ovidiu Brinza pour son expertise sur les outils d'investigations microscopiques et Patrick Langlois, mon collègue de bureau à Villetaneuse, pour son soutien et les gratifiants échanges autour des hautes pressions, sans oublier les autres collègues (enseignants-chercheurs, chercheurs, doctorants, ingénieurs et techniciens) trop nombreux pour tous les citer ici, qui ont contribué de près comme de loin au bon déroulement de cette thèse en m'aidant pour les essais et analyses, en facilitant mon intégration partielle à Villetaneuse voire en me formant quand nécessaire, et avec lesquels j'ai partagé cette tranche de vie parfois difficile et aggravée par la crise sanitaire actuelle mais toujours empreinte de bonne humeur et d'enthousiasme.

Les remerciements préliminaires faisant partie des us et coutumes du doctorat, je profite de cette obligation pour les étendre bien entendu à ma famille et à mes amis qui ont à leur façon très concrètement contribué à la bonne réalisation de cette aventure en m'encourageant puis en me soutenant sans discontinuer. Je pense à mes parents mais également à mon frère, Julien qui m'hébergeait en Île-de-France ce qui nous a permis implicitement de nous rapprocher après tant d'années de séparation géographique. Enfin, et c'est eux qui le mérite le plus, mon épouse, Frédérique ainsi que mes enfants Mathis, Emeline et Titouan qui ont dû supporter mes absences physiques et mes humeurs changeantes. Qu'ils soient ici assurés de la conscience aiguë que j'ai

toujours eue et des formidables efforts qu'ils ont si gracieusement consenti à faire pour traverser ensemble cette période.

Table des matières

INTRODUCTION - CONTEXTE	1
Bibliographie de l'introduction	5
Chapitre I : Étude bibliographique	7
Introduction	7
1. Matériaux étudiés : le cuivre et ses alliages:	7
1.1. Introduction	7
1.2. Les différentes classes du cuivre et ses alliages	8
1.3. Durcissement par solution solide.....	10
1.4. Durcissement par précipitation.....	10
1.5. Durcissement par écrouissage	11
1.6. Durcissement par décomposition spinodale	14
1.7. Durcissement par dispersion d'oxydes.....	16
1.8. Synthèse et propriétés mécaniques du cuivre et de ses alliages	17
2. Affinement de la microstructure et effets de vitesses	18
2.1. Loi de Hall Petch / influence de la taille des grains	18
2.2. Vitesse de déformation et physique des chocs : caractérisations et effets.....	19
2.3. Lois de comportements : de la loi de Ludwick au modèle physique de Gottstein	27
3. Méthodes d'élaboration par déformation plastique en régime sévère	32
4. Méthodes d'élaboration en régime dynamique	33
5. Méthodes d'élaboration par impact direct.....	36
6. Simulations numériques	43
7. Synthèse de l'état de l'art	47
Bibliographie du chapitre I.....	48
Chapitre II : Techniques expérimentales et numériques	53
Introduction	53
1. Élaborations en régime dynamique des matériaux	53
1.1. Introduction	53
1.2. Élaboration avec la presse dynamique (gamme $10 - 20s^{-1}$)	53
1.3. Élaboration par méthode d'impact direct (gamme $2000 - 4500s^{-1}$)	55
2. Caractérisation mécanique pré et post élaboration dynamique	57
2.1. Introduction	57
2.2. Prélèvements des éprouvettes dans les disques produits	57
2.3. Essais de compression quasi statique	59
2.4. Essais de micro-traction quasi statique.....	60
3. Caractérisation microstructurale pré et post élaboration dynamique	60
3.1. Introduction	60
3.2. Protocoles de préparation des échantillons.....	61

3.3.	Analyse EBSD.....	61
3.4.	Mesure des textures cristallographiques par diffraction des rayons X.....	65
4.	Techniques numériques.....	66
4.1.	Introduction.....	66
4.2.	Développement du modèle analytique.....	68
4.3.	Modèles numériques LSDYNA.....	68
5.	Conclusion.....	72
	Bibliographie du chapitre II.....	73
Chapitre III : Matériaux étudiés et caractéristiques initiales.....		75
	Introduction.....	75
1.	Bronze Béryllium CuBe ₂ état trempé revenu (MatA).....	75
1.1.	Introduction.....	75
1.2.	Caractérisation mécanique.....	77
1.3.	Caractérisation microstructurale.....	78
2.	Bronze ToughMet® 3 AT 110 (MatB).....	80
2.1.	Introduction.....	80
2.2.	Caractérisation mécanique.....	82
2.3.	Caractérisation microstructurale.....	83
	Conclusion.....	85
	Bibliographie du chapitre III.....	86
Chapitre IV : Résultats d'élaboration en régime dynamique : Essais et simulations.....		87
	Introduction.....	87
1.	Élaborations dynamiques du MatA - Essais.....	87
1.1.	Résultats macroscopiques.....	87
1.2.	Courbes d'écoulements déduites et régimes de déformations.....	88
1.3.	Synthèse des élaborations du MatA.....	89
2.	Élaborations dynamiques du MatA - Simulations.....	90
2.1.	Résultats macroscopiques.....	90
2.2.	Profils des signaux de vitesses.....	91
2.3.	Régime de vitesse de déformation.....	91
2.4.	Homogénéité de déformation et élévation de température.....	92
3.	Élaborations dynamiques du MatB - Essais.....	93
3.1.	Résultats macroscopiques.....	93
3.2.	Courbes d'écoulements déduites et régimes de déformations.....	93
3.3.	Synthèse des élaborations du MatB.....	94
4.	Élaborations dynamiques du MatB - Simulations.....	95
4.1.	Résultats macroscopiques.....	95
4.1.	Profils des signaux de vitesses.....	96
4.2.	Régime de vitesse de déformation.....	96

4.3. Homogénéité de déformation et élévation de température	97
5. Synthèse des élaborations dynamiques et des simulations	98
Bibliographie du chapitre IV	99
Chapitre V : Caractérisations mécaniques et microstructurales post élaboration en régime dynamique	101
1. Caractérisation post élaboration en régime dynamique du MatA	101
1.1. Caractérisation mécanique.....	101
1.2. Caractérisation microstructurale.....	106
2. Caractérisation post élaboration en régime dynamique du MatB.....	114
2.1. Caractérisation mécanique.....	114
2.2. Caractérisation microstructurale.....	119
3. Synthèse et bilan.....	125
Bibliographie du chapitre V	126
Chapitre VI : Discussion générale.....	127
Bibliographie du chapitre VI.....	137
Conclusion générale	139
Perspectives	141
Index des figures	145
Index des tableaux	157
Annexes	159
1. Annexe A : Méthodes d'élaboration par déformation plastique en régime sévère quasi statique mono et multi étapes.....	159
Bibliographie de l'annexe A.....	166
2. Annexe B : Les matériaux métalliques – structures et défauts.....	167
2.1. Structures cristallines, plans de glissement et de maillage	167
2.2. Défauts dans les structures cristallines et influences des éléments d'alliages.....	170
2.3. Dislocations : interactions et conséquences sur le comportement mécanique	181
2.4. Élasticité et plasticité.....	186
Bibliographie de l'annexe B.....	192
3. Annexe C : Descriptions des équipements d'élaborations	195
3.1. Presse dynamique JUPITER.....	195
3.2. Lanceur pneumatique simple étage THOR	195
3.3. Système de mesure de vitesse de projectile VMS600	196
3.4. Système de mesure de mesure de vélocimétrie Hétérodyne.....	196
4. Annexe D : Modèle analytique de décélération et méthode de détermination des paramètres des lois de comportement des essais DPD.....	199

INTRODUCTION - CONTEXTE

Les travaux de recherche du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM) contribuent au niveau national et international, entre autres développements thématiques, à la compréhension, au développement et à l'optimisation de concepts innovants dans l'élaboration de matériaux et/ou de microstructures hétérogènes, à la modélisation, au sens large, des comportements mécaniques macroscopiques associés. Dans ce thème on retrouve entre autres les matériaux à grains fins et ultrafins (UFG), la nanostructuration, les microstructures bi- ou multimodales, les structures hétérogènes 3D à gradient de taille de grain, dites « structures harmoniques » ou encore les alliages complexes multiconstituants à fortes entropies de mélange (HEA, pour High Entropy Alloys).

Pour les UFG, les deux approches dites « Bottom-Up » et « Top-Down » ont fait l'objet de nombreux projets de recherche [1]-[4] et sont toujours d'actualité notamment sur le thème des structures harmoniques, pour l'approche « Bottom-Up » par exemple [5].

Pour l'approche « Bottom-Up » basée sur la métallurgie de poudres (MP), la microstructure finale est obtenue par agglomération de poudres nanométriques ou de grains micrométriques (suivit ou non d'un broyage mécanique) grâce à des procédés de types compactage et/ou frittage à froid ou à chaud pour obtenir la microstructure recherchée. Les techniques les plus courantes sont les frittages flash ou Spark Plasma Sintering (SPS), le compactage isostatique à chaud ou Hot Isostatic Pressing (HIP) ou encore le Compactage isostatique à Froid ou Cold Isostatic Pressing (CIP). Les travaux de S. Billard [4], de Q. H. Bui [6] et de G.D. Dutel [7] sur le Nickel dans le cadre du projet MIMIC [1], sont quelques exemples des études réalisées.

Pour la seconde approche « Top-Down », l'affinement de la microstructure est obtenu par fragmentation des grains ou création de sous-structures en leurs seins à l'aide de procédés de grandes déformations ou de techniques SPD (Severe Plastic Deformation) quasi-statiques ou dynamiques, mono-étape ou multi-étapes. Au sein du laboratoire, les travaux réalisés conjointement avec le professeur A. Abdul-Latif et son équipe au L3M de l'IUT de Tremblay [9] [10], ont initié en 2008 le volet dynamique de cette approche « Top-Down » avec un aluminium pur obtenu par HIP puis déformé en régime de vitesse de déformation intermédiaire ($\pm 3.10^2 \text{s}^{-1}$) à l'aide d'un poids tombant. Cette méthode dynamique a continué à être investiguée au-delà de 10^3s^{-1} jusqu'à des vitesses de déformations de l'ordre de 2.10^4s^{-1} en utilisant des essais en impacts directs sur des systèmes de barres d'Hopkinson. Les effets générés et les résultats obtenus en termes de transformations microstructurales ainsi que les comportements mécaniques observés post-impacts ont montré l'intérêt de poursuivre cette voie des grandes déformations avec effets de vitesse.

D'un point de vue matériaux, des nuances d'aluminium non allié, de nickel et de zinc électrolytiques ou obtenues par la métallurgie des poudres, des alliages nickel-tungstène ont servi de support à ces travaux de recherche en vue d'une utilisation comme matériaux de structure, dans des domaines variés, du transport et de l'énergie ou bien encore sur des thématiques de défense.

Dans cette synergie, le programme ASTRID¹-MAUDE [3] piloté par le LSPM (2014-2017) a démontré la capacité d'utilisation du procédé d'impact direct à élaborer des disques de dimensions décimétriques par voie « Top-Down » pour deux alliages d'aluminium à durcissement structural (série 2000 et 6000) ainsi que pour un nickel électrolytique pour produire des produits semi-finis d'un point de vue microstructural. L'utilisation de la dynamique rapide pour l'affinement de la microstructure en une seule étape se différencie des méthodes SPD plus conventionnelles qui obtiennent ce type de microstructure avec de grandes déformations cumulées en régime quasi statique. L'attrait de cette approche dynamique d'un point de vue économique est double puisqu'elle permet d'obtenir des caractéristiques

¹ ASTRID : dispositif d'Accompagnement Spécifique des Travaux de Recherche et d'Innovation Défense mené et subventionné par la DGA avec pilotage par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR)

mécaniques comparables à la voie traditionnelle d'utilisation des éléments d'addition (ce qui pourrait en faciliter le recyclage) et de plus qu'elle s'effectue en une seule étape.

Les présents travaux de thèse poursuivent les investigations de cette méthode « Top-Down » en impact direct. Les principales applications visées par les travaux de recherche détaillés dans ce mémoire concernent les machines Hautes Pressions (HP) statiques ou dynamiques, où les solutions d'étanchéité et de paliers de glissements entre pièces nécessitent l'usage du cuivre (pour les moins contraignantes ou à usage unitaire) et de bronzes à propriétés mécaniques élevées (pour les plus sollicitées). Pour ces derniers, ce sont leurs capacités à endurer des contraintes mécaniques répétées jusqu'à 1 GPa (voire supérieure) qui sont recherchées. La limite élastique à elle seule est un critère important, mais le matériau dont seront constituées ces pièces devra également être doté d'un peu de ductilité (4-10%) pour permettre en cas de dépassement de capacité d'anticiper une éventuelle rupture spontanée en condition de service. Dans certains cas, un début de dégradation de ces pièces peut tolérer un mode de fonctionnement dit « dégradé » pour couvrir le temps d'approvisionnement des pièces de rechange.

Les bronzes qui présentent jusqu'à présent les plus hautes caractéristiques mécaniques et qui sont les plus utilisés dans ce domaine HP sont les cuprobérylliums. Cette famille de bronzes s'est faite une large place dans l'ensemble des équipements développés dans le monde à l'instar de celles que THIOT INGÉNIERIE conçoit et met en place pour des laboratoires ou des entreprises dans ce secteur de hautes pressions. Dans cette famille c'est l'alliage à 2% de Béryllium (en masse), appelé communément CuBe2 qui est privilégié dans ces régimes de fonctionnement proche du GPa. Les types d'installations utilisant cette matière sont les presses HP simples ou triaxiales, les stations d'autofrettage ou les canons double étages. Ces moyens fonctionnent aussi bien en régime quasi statique que dynamique (quelques millisecondes). Les pièces visées par ces matières sont de purs consommables à usage unique ou bien cyclique et dans ce second cas, la plage d'utilisation va de quelques dizaines de cycles avant changement préventif jusqu'à plusieurs centaines de milliers de cycles dans le cas des pompes HP par exemple.

Cependant, la recherche ou la mise en place d'une technique permettant à un autre type de bronze d'atteindre des caractéristiques mécaniques équivalentes en remplacement de bronze au béryllium présente deux avantages :

- Sanitaire : les cuprobérylliums sous forme solide ne présentent pas de danger spécifique, mais leur inhalation sous forme de fumées ou de poussières peut provoquer entre autres des problèmes pulmonaires (béryllose) ou des cancers. Son usinage et sa manipulation autre qu'à l'état solide nécessitent depuis toujours des mesures de protection à cause de cette relative toxicité.
- Géostratégique. Les études de dépendances des matières premières dans le monde et de la capacité des états à en contrôler la chaîne d'approvisionnement nécessitent de se poser la question de durabilité de fabrication de certaines nuances vis-à-vis de la garantie d'accès à ces éléments d'addition. Un indice par élément nommé HHI (Herfindahl-Hirschman Index), basé sur des données de 2005, établit une hiérarchisation des éléments en termes de facilité d'échange entre pays et de disponibilité sur le marché mondial ([12]). Plus l'indice HHI est élevé et plus le marché est tendu, restreint d'accès et donc critique. Le graphique de la Figure 1 indique notamment que le Béryllium (Be) est placé très haut sur cet indice ce qui signifie que la production de certains types d'alliages comportant du Béryllium peut être assujettie à de potentielles restrictions.

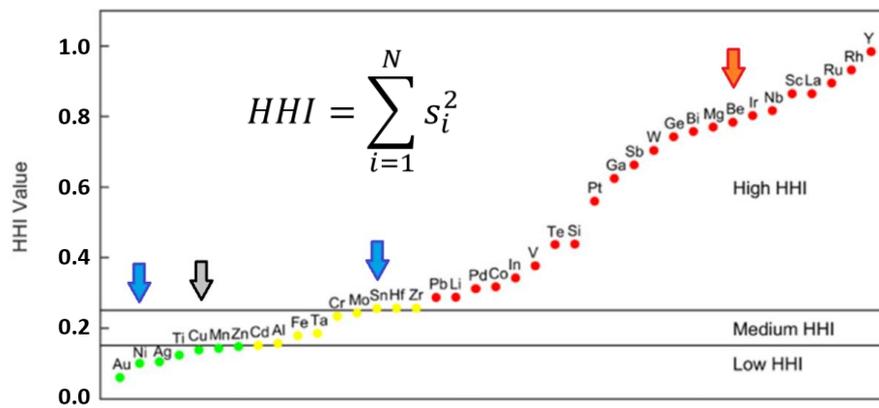


Figure 1 : Criticité d'approvisionnement en Béryllium (flèche rouge) basé sur le critère HHI [12]

Parmi les candidats au remplacement du CuBe_2 , les cupro-nickels-étains sont ceux qui s'avèrent pour l'instant être les mieux placés même si en l'état leurs caractéristiques mécaniques sont inférieures à celles des cuprobérylliums. Par rapport à l'indice HHI, le nickel et l'étain sont très bas (flèches bleues sur la Figure 1) ce qui signifie que cela permettrait de lever une partie des craintes d'approvisionnement de matière sur des pièces consommables à semi-consommables.

L'objectif de cette thèse est dans un premier temps d'investiguer les capacités de la méthode d'impact direct à repousser les limites élastiques et les niveaux d'écoulements aux faibles taux de déformations (<5%) des CuBe_2 conventionnels. L'intérêt de continuer à améliorer cette nuance serait soit d'augmenter le niveau des conditions d'opération soit de diminuer fortement le nombre, les temps cumulés et les coûts globaux de maintenance. Dans un second temps, l'évaluation du potentiel de cette méthode d'élaboration dynamique pour permettre au cupro-nickel-étain d'atteindre des niveaux de performances similaires aux cuprobérylliums pour les applications citées serait une voie alternative intéressante pour pallier les inconvénients sanitaires et géostratégiques cités précédemment.

La structure de ce manuscrit de thèse est la suivante :

Le premier chapitre est dédié à une étude bibliographique qui couvre les champs de connaissances nécessaires à la compréhension des phénomènes mis en jeu, de leurs effets sur les microstructures et des évolutions qu'elles entraînent sur le comportement mécanique. Une synthèse des matériaux à base de cuivre et des principales méthodes de durcissements qui permettent d'en augmenter leurs caractéristiques mécaniques est proposée dans un premier temps suivi d'un rappel des notions d'affinement de la microstructure, des effets de vitesses et de physique des chocs qui interviennent lors de l'élaboration des matériaux dans le cadre des déformations dynamiques. Quelques lois de comportements utilisées pour reproduire le comportement mécanique des matériaux aussi bien en régime quasi statique que dynamique sont ensuite proposées avant d'aborder les différentes techniques (statiques et dynamiques) qui permettent d'affiner cette microstructure et de créer des défauts dans les structures cristallines. Une investigation plus focalisée sur la méthode d'impact direct, sujet principal de ces travaux de thèse, est ensuite développée avant de clore cet état de l'art par la partie simulation numérique de cette configuration en impact direct. Ces simulations permettent d'une part d'apporter des éléments complémentaires d'analyses "in situ" non-accessibles dans l'application réelle et d'autre part de déterminer voire d'optimiser les paramètres d'élaboration des matériaux par Déformation Plastique Dynamique (DPD) pour obtenir les caractéristiques mécaniques post-élaborations désirées.

Le deuxième chapitre développera les techniques expérimentales et numériques qui ont permis d'élaborer les disques au laboratoire de physique des chocs de THIOT INGÉNIEURIE dans des dimensions suffisantes pour effectuer les caractérisations mécaniques et microstructurales au sein du LSPM dont les moyens et techniques seront détaillés dans un deuxième temps. Les travaux numériques qui ont permis de reproduire la phase d'élaboration

et d'évaluer l'évolution in situ de certaines grandeurs non accessibles expérimentalement font l'objet d'un paragraphe dédié qui clôturera ce chapitre.

Le troisième chapitre rappellera tout d'abord les principaux enseignements acquis lors du programme MAUDE sur la réponse des matériaux sollicités en DPD. La suite de ce chapitre détaillera les deux matériaux qui ont été retenus pour ces travaux de recherche.

Le quatrième chapitre présentera, pour chaque matériau, les résultats expérimentaux obtenus en termes d'élaboration dynamique ainsi que les travaux numériques effectués pour reproduire ces élaborations dynamiques qui permettent de compléter ces résultats.

Le cinquième chapitre proposera les caractérisations mécaniques et microstructurales effectuées sur les matériaux élaborés.

Le sixième et dernier chapitre proposera une discussion générale de l'ensemble de ces résultats.

Bibliographie de l'introduction

- [1] Projet ANR-09-BLAN-0010 MIMIC
- [2] Projet ANR-14-CE07-0003 HighSTi (Ti harmoniques)
- [3] Projet ANR-14-ASTR-0029 MAUDE / MAtériaux massifs à grains Ultrafins élaborés par déformation plastique en Dynamique rapide.
- [4] S. Billard, “Élaboration et caractérisation de matériaux nanocristallins obtenus par compaction isostatique à chaud”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue en 2004
- [5] B. Fer, “Élaboration et optimisation des caractéristiques mécaniques d’un alliage base titane de structure harmonique à faible module d’Young”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse en préparation,
- [6] Q.H. Bui, “Polycristaux à grains ultrafins élaborés par métallurgie des poudres : Microstructure, propriétés mécaniques et modélisation micromécanique”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 2 Décembre 2008
- [7] G.D. Dutel, “Comportement mécanique et mécanismes de Déformation et d’Endommagement de polycristaux de Nickel mono- et bi-modaux élaborés par SPS”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 5 Septembre 2013
- [8] A. Ouarem, “Comportement mécanique et évolutions microstructurales sous compression quasi statique et dynamique de polycristaux CFC et HC: effet de taille des grains”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 11 Septembre 2012
- [9] A. Abdul-Latif et coll., “A new concept for producing ultrafine-grained metallic structures via an intermediate strain rate: Experiments and modeling”, International Journal of Mechanical Sciences, vol. 51, N°11-12, pp.797-806, Nov. 2009
- [10] G. F. Dirras et coll., “Microstructure characterization of high-purity aluminum processed by dynamic severe plastic deformation”, Phys. Status Solidi (A) , vol. 207 N°10, pp.2233-2237, June 2010
- [11] L. Farbaniec, “Deformation mechanisms and fracture strength of polycrystalline ultrafine-grained materials: experimental and numerical investigations”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 6 Novembre 2012
- [12] X. Fu et coll., Materials selection considerations for high entropy alloys. Scripta Materialia 138 (2017) 145–150
- [13] A. Azushima et coll., “Severe plastic deformation (SPD) processes for metals”, CIRP Annuals Manufacturing 57, 2008
- [14] F. Djavanroodi et coll., “Tribological and mechanical investigation of multi-directional forged nickel”, Scientific Reports, volume 9, Article number: 241, 2019

Chapitre I : Étude bibliographique

Introduction

L'utilisation de la dynamique rapide dans la transformation des matériaux pour l'élaboration de produits semi-finis d'un point de vue microstructural nécessite en premier lieu la compréhension des physiques et phénomènes qui interviennent à toutes les échelles :

- échelle de longueur : de l'Angström pour le paramètre de maille au mètre pour les dimensions du procédé d'élaboration),
- échelle de temps : de la microseconde pour la phase de choc/impact aux minutes voire heures pour des temps de recuit post-élaboration par exemple.

La première partie de ce chapitre est dédiée à une synthèse des matériaux à base de cuivre ainsi qu'aux principales méthodes de durcissements dont ils font l'objet pour en augmenter les caractéristiques mécaniques entre autres.

La deuxième partie de cette étude bibliographique rappelle les notions d'affinement de la microstructure, d'effets de vitesses et de physique des chocs qui interviennent lors de l'élaboration des matériaux dans le cadre des déformations dynamiques. Quelques lois de comportements qui sont utilisées pour reproduire le comportement mécanique des matériaux aussi bien en régime quasi statique que dynamique sont ensuite proposées en accord avec l'élaboration en impact direct qui est l'objet de cette thèse.

Un rappel succinct sur les élaborations par déformation plastique sévère est proposé dans la troisième partie, des compléments sur ces techniques sont détaillés en Annexe A.

La quatrième partie détaille quelques méthodes d'élaboration en régime dynamique dans des gammes de sollicitations proches de la méthode dynamique de grandes déformations par effets de vitesses que constitue l'impact direct. Ce dernier sera spécifiquement développé dans la cinquième partie en incluant une présentation des résultats obtenus sur différents matériaux métalliques, dont du cuivre.

La sixième et dernière partie introduit les simulations numériques qui sont utilisées pour reproduire aussi bien les élaborations par déformations plastiques sévères que les élaborations en régime dynamiques.

1. Matériaux étudiés : le cuivre et ses alliages:

1.1. Introduction

Le cuivre, 29^e élément de la table de Mendeleïev, situé entre le nickel (28^e) et le Zinc (30^e) se cristallise suivant une structure de type CFC telle que décrite en annexe A. Il est présent et extrait principalement à l'état natif sur la croûte terrestre. Sa criticité d'approvisionnement est faible (cf. [12]). Il est utilisé aussi bien à l'état pur, en constituant majoritaire sous forme d'alliage ou bien en élément d'addition pour les alliages d'aluminiums notamment (Al-Cu série 2000 et Al-Si-Cu série 3000). Il entre dans la composition des alliages à mémoires de forme telle que Cu-Al-Ni, Cu-Al-Zn [15].

Les applications principales du cuivre sont liées à ses propriétés physiques principales de malléabilité / ductilité, de bonnes conductivités thermique et électrique ainsi que son aptitude à résister à la corrosion. Ainsi, les applications principales se trouvent dans le secteur de l'électricité, de l'électronique, de la communication, de la thermique ou de la mécanique pour des pièces de guidage et d'usure.

Dans les applications dynamiques et de défense, on le retrouve dans la constitution de beaucoup de projectiles de petits calibres, de lames de découpes pyrotechniques pour la démolition, et en principal acteur en tant que liners ou impacteurs sur les charges creuses et les projectiles formés par explosif (Explosively Formed Projectile). Ces dernières applications quasi-purement défense ont contribué à ce qu'il fasse l'objet de nombreux travaux de recherche

sur plusieurs décades de vitesse de déformation à partir des vitesses dites « intermédiaires » (10^0 à 10^2s^{-1}), aux grandes vitesses ($10^3 - 10^4\text{s}^{-1}$) et jusqu'aux chocs ($10^5 - 10^8\text{s}^{-1}$).

1.2. Les différentes classes du cuivre et ses alliages

Le cuivre et ses alliages sont tout d'abord séparés en 3 classes distinctes que sont les cuivres non-alliés ($\text{Cu} \geq 99.85\%$), les cuivres faiblement alliés ($\text{Cu} \geq 99.0\%$) et alliés ($\text{Cu} \geq 97.5\%$), et les alliages de cuivre qui contiennent donc plus de 2.5% d'éléments d'addition [16][17].

Dans la première classe, les cuivres non alliés, on distingue trois sous-catégories en fonction de la pureté, les noms sont donnés suivant la norme ISO, le Tableau 1 donne les correspondances dans les normes européennes et UNS :

- Cu-ETP ($\text{Cu} \geq 99.90\%$), Cu-FRHC ($\text{Cu} \geq 99.90\%$) et Cu-FRTP ($\text{Cu} \geq 99.90\%$) qui sont obtenus suivants trois modes d'affinage différents, mais contiennent un reliquat d'oxygène,
- Cu-DHP ($\text{Cu} \geq 99.90\%$) et Cu-DLP ($\text{Cu} \geq 99.90\%$) qui sont exempts d'oxygène, mais contenant à l'état résiduel du désoxydant (P),
- Cu-OF ($\text{Cu} \geq 99.95\%$) et Cu-OFE ($\text{Cu} \geq 99.99\%$) qui sont exempts d'oxygène.

Les cuivres alliés ($\text{Cu} \geq 97.5\%$) peuvent contenir un à plusieurs éléments d'alliages dont la teneur individuelle ne dépasse pas les valeurs spécifiées dans le Tableau 2.

Tableau 1 : Tableau de correspondances des normes ISO, européenne et UNS pour le cuivre [16]

Ancienne norme ISO NF A 02-009	Norme européenne EN 1412	Norme US UNS
Cu-ETP: Electrolytic Tough Pitch	CW004A	C11000
Cu-FRHC: Fire-Refined High Conductivity	CW005A	C11020
Cu-FRTP: Fire-Refined Tough Pitch	CW006A	C12500
Cu-DHP: Phosphorus Deoxidized low residual P	CW024A	C12200
Cu-DLP: Phosphorus Deoxidized low residual P	CW023A	C12000
Cu-OF : Oxygen Free	CW008A	C10200
Cu-OFE (OFHC) : Oxygen Free Electronic (Oxygen Free High Conductivity)	CW009A	C10100

Tableau 2 : Seuil maximal individuel des éléments d'addition (en %) pour les cuivres alliés [17]

Argent	Arsenic	Cadmium	Chrome	Magnésium	Plomb
0.25	0.5	1.3	1.4	0.8	1.5
Soufre	Etain	Tellure	Zinc	Zirconium	Autre(s) élément(s)
0.7	0.8	0.8	1.0	0.3	0.3

Les alliages de cuivre sont regroupés par famille en fonction de(s) l'élément(s) d'addition majoritaire(s) :

- Les laitons : Cu + Zn,
- Les bronzes : Cu + Sn,
- Les cupro-alumiums : Cu + Al,
- Les cupro-nickels : Cu + Ni,
- Les maillechorts : Cu + Ni + Zn,
- Les cupro-nickel-étain : Cu + Ni + Sn
- Les cupro-siliciums : Cu + Si
- Les bronzes-béryllium : Cu + Be

Les méthodes de durcissement du cuivre et de ses alliages sont données ci-dessous, les trois premières étant les plus couramment utilisées :

- Durcissement par solution solide,
- Durcissement par écrouissage,
- Durcissement par précipitation,
- Durcissement par décomposition spinodale,
- Durcissement par dispersion d'oxydes.

Chaque méthode a ses avantages et ses limites, ces dernières étant souvent imposées par la nature même de ce qu'elles font subir ou de ce qu'est capable d'endurer le matériau. La limite de solubilité, le nombre d'opérations nécessaires pour réaliser l'écrouissage ou même le coût d'élaboration pour le durcissement par dispersion d'oxydes font partie des limitations individuelles de ces méthodes. Néanmoins, ces méthodes de durcissement peuvent être combinées pour optimiser le comportement de certaines nuances tel que l'illustre la Figure 2-b.

Les paragraphes suivants vont décrire succinctement chacune de ces méthodes, des compléments d'information seront proposés pour les matériaux supports de ces travaux lorsqu'ils sont concernés dans le chapitre III qui leur est consacré.

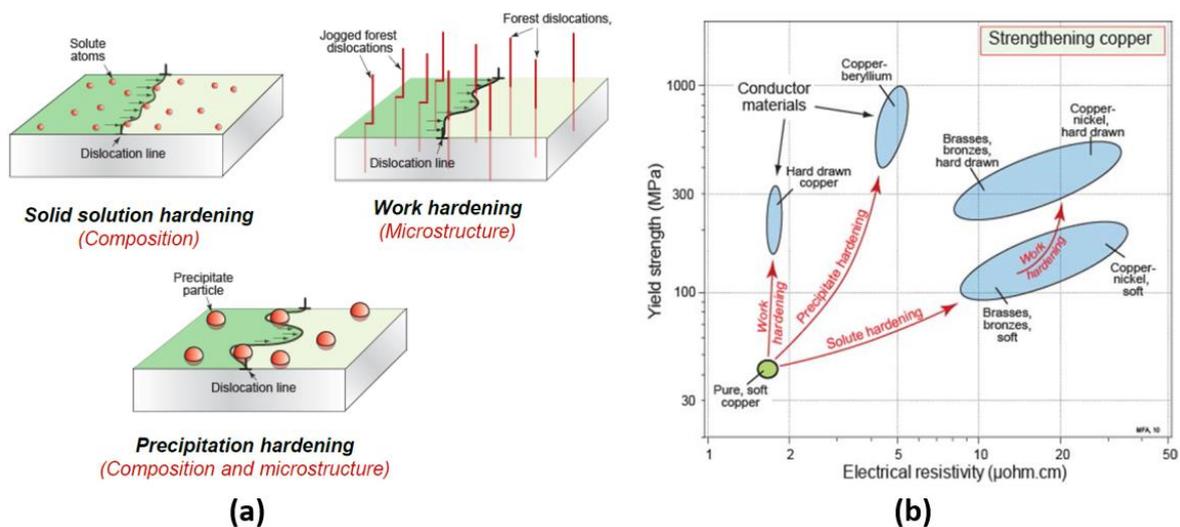


Figure 2 : Rappel des 3 principaux mécanismes de durcissement (a) et exemples de résistance électrique / limite élastique pour quelques nuances cuivre et alliages utilisant ces mécanismes (b) [18]

1.3. Durcissement par solution solide

Pour le durcissement en solution solide, le cuivre admet, et sans changer de système cristallin, de fortes teneurs en divers éléments : le nickel est 100% miscible, le manganèse ou le zinc jusqu'à $\pm 30\%$, l'aluminium et le silicium respectivement jusqu'à 8% et 4%. Au-delà de ces valeurs, les éléments d'addition en quantité surnuméraire vont développer un mode de durcissement par précipitation (cf. §1.4). La Figure 3 [19] montre, à titre d'exemple, l'évolution de la courbe d'écoulement (a) ainsi que des limites élastiques, à la rupture et l'allongement uniforme dans un alliage cupro-nickel en fonction de la teneur en nickel (b) [19].

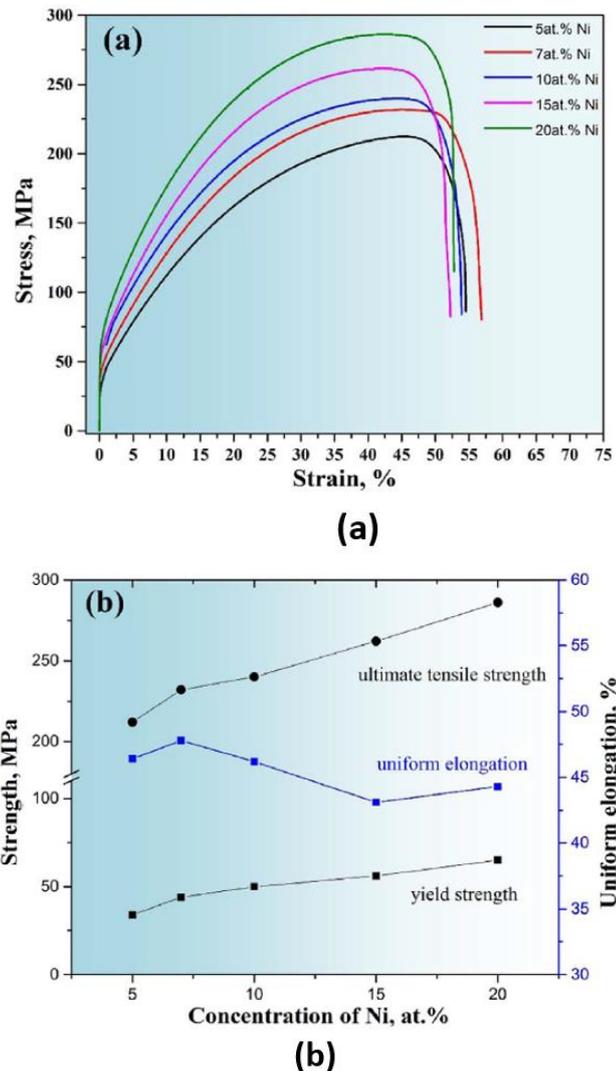


Figure 3 : Influence du pourcentage de Ni dans un alliage Cu-Ni sur la courbe d'écoulement et les évolutions en termes de limite élastique, de contrainte à rupture et d'allongement uniforme [19]

1.4. Durcissement par précipitation

La quasi-totalité des alliages de cuivre est apte à subir cette méthode de durcissement par précipitation à condition que les proportions des éléments d'addition soient dans la plage de formation de ces précipités. Cette plage est définie dans les diagrammes de phases de chaque alliage comme illustré sur la Figure 4-a pour l'alliage cuivre – zinc, le principe de fonctionnement du durcissement par précipitation étant proposé sur la Figure 4-b.

Dans un premier temps le matériau est mis en solution (liquide ou solide selon les nuances) puis, après un temps de maintien, est refroidi plus ou moins rapidement pour sélectionner les phases souhaitées (cas des aciers notamment). Un refroidissement rapide va figer ou déclencher

la création de précipités au sein des grains de la matrice dans un état hors équilibre tandis qu'un refroidissement lent aura tendance à voir migrer et croître ces précipités aux joints de grains. Le matériau subit un revenu durcissant (ou vieillissement) à une température contrôlée qui permet de croître, ordonner, ou convertir certaines phases intermédiaires pour obtenir la microstructure finale avec les précipités désirés.

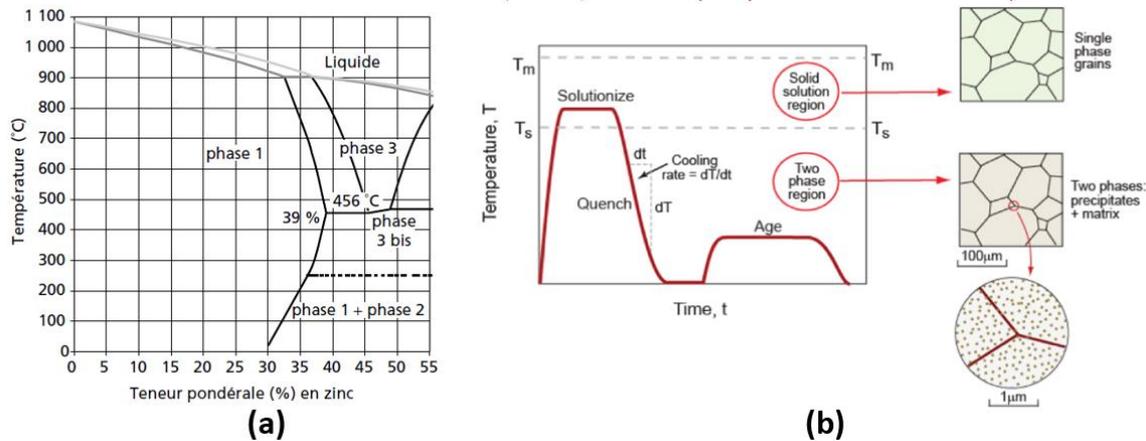


Figure 4 : Diagramme de phases de l'alliage Cu - Zn pour les fortes teneurs en Cu qui montre la présence de Zn en solution solide dans Cu (Phase1) et des précipités Cu_5Zn_8 (phase2) pour des proportions de Zn supérieures à 30% (a) [17] et principe de fonctionnement du durcissement par précipitation (b) [18]

Le diagramme de phase de l'alliage Cu - Zn pour les fortes teneurs en cuivre de la Figure 5-a indique qu'en deçà de 30% de Zn seule la solution solide Zn dans Cu est présente (phase 1 sur la figure). Au-delà de 30% de Zn, le matériau devient biphasique et comporte une phase majoritaire de solution solide (phase 1) et des précipités Cu_5Zn_8 (phase 2). Les Cu_3Sn pour les bronzes, AlCu_3 et Al_4Cu_9 pour les cuproaluminiums, Cu_3Ti pour les Cu-Ti et les Ni_2Si pour les Cu-Ni-Si (Figure 5) sont des exemples de précipités générés dans ces alliages de cuivre.

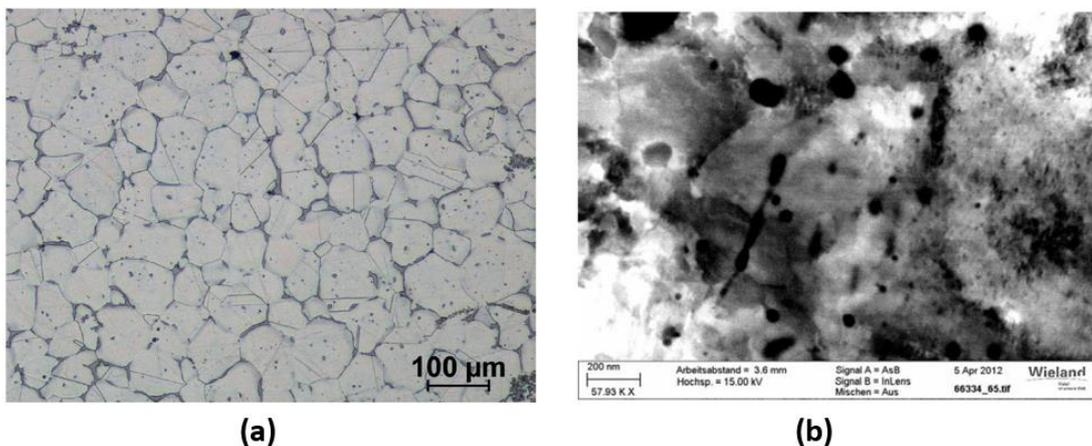


Figure 5 : Images MEB des précipités fins intra granulaire et gros aux joints de grains d'un alliage Cu_3Ti après laminage à chaud [20](a) et de siliciure de nickel Ni_2Si dans un alliage de cuivre $\text{CuNi}_3\text{Si}_1\text{Mg}$ [21](b)

1.5. Durcissement par écrouissage

Les cuivres faiblement alliés et alliés font partie des matériaux qui sont durcis exclusivement par écrouissage du fait de la faible teneur en élément d'addition. Cette méthode de durcissement permet d'augmenter la densité de dislocations dans le matériau et d'affiner la microstructure.

Les opérations de laminage de plaques, de forgeage (libre, par estampage, par matriçage, sur mandrin ...) ou d'extrusion en barres à température ambiante ou à chaud sont les opérations d'écrouissage les plus couramment utilisées (Figure 6 [18]).

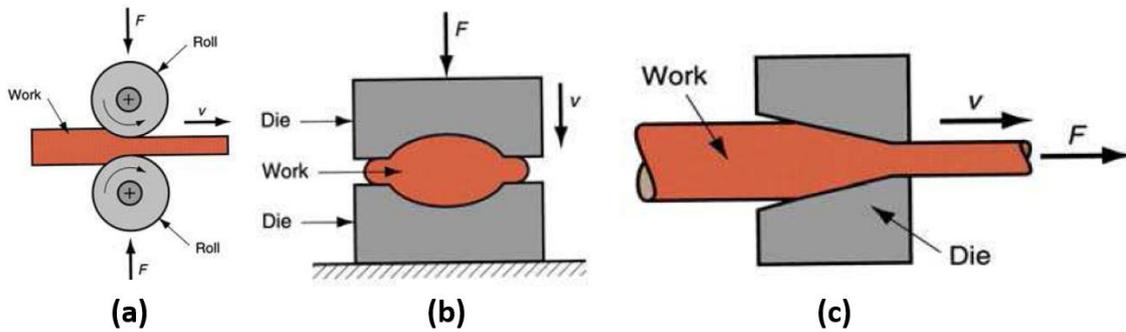


Figure 6 : Méthodes de durcissement par écrouissage : laminage (a), forgeage (b) et extrusion cylindrique (c) [18]

La Figure 7-a présente l'évolution des propriétés mécaniques d'un laiton en fonction du taux de réduction en laminage. Le taux de réduction correspond au changement de section de la pièce après laminage (section initiale - section laminée / section initiale). Le diagramme montre que dans le cas du Cu - 30Zn une réduction de 20% par laminage double la limite d'écoulement à 0.2% (200 à 400MPa) au détriment de l'allongement qui passe de 55 à 21%.

La phase d'écrouissage est généralement suivie d'un recuit qui va permettre entre autres d'obtenir la microstructure désirée telle que le diamètre de grains moyens par exemple (Figure 7-b) ou de détendre une partie des contraintes générées dans les plaques laminées par exemple. Ce graphique diamètre de grains en fonction du taux de déformation et de la température d'un recuit de 6h indique distinctement que si un diamètre moyen de grains est ciblé alors la température de recuit doit être ajustée en fonction du taux de déformation réalisé lors de l'opération d'écrouissage.

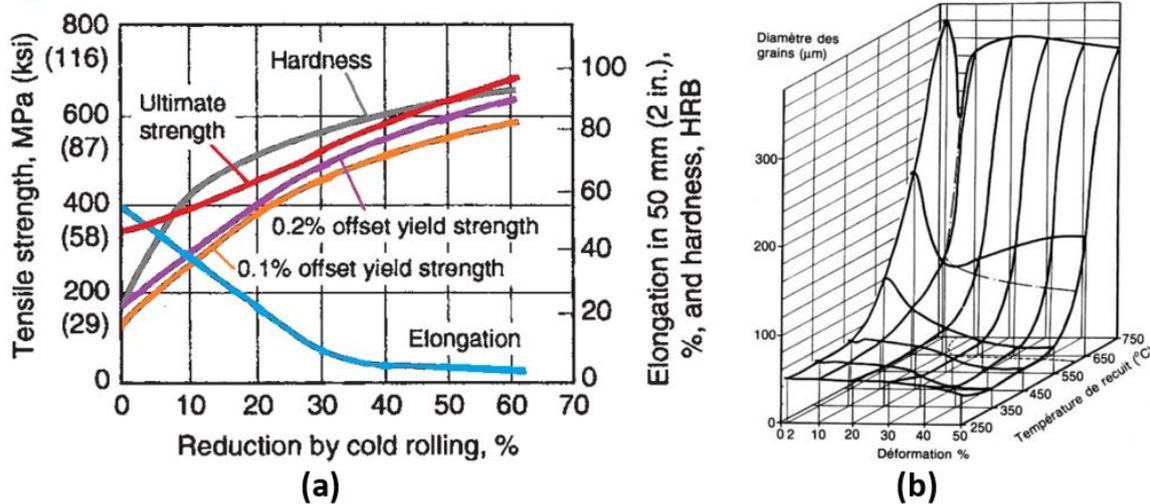


Figure 7 : Évolution de la taille des grains et des propriétés mécaniques en fonction du durcissement par écrouissage d'un alliage Cu-30Zn (retranscrit de [16]) (a) et diamètre moyen des grains (en μm) en fonction de la déformation et de la température de recuit pendant 6h d'un alliage Cu-33Zn [22](b)

Le traitement de recuit permet d'introduire deux phénomènes d'origine thermique importants dans l'évolution des microstructures des métaux ayant subi des déformations plastiques et ayant emmagasiné beaucoup d'énergie par augmentation des défauts cristallins à savoir la restauration et la recristallisation [23]. Le matériau étant dans un état thermodynamique instable, l'apport d'énergie thermique permet au matériau de retourner vers un état plus stable.

Dans le cas de la restauration, les défauts cristallins (atomiques, lacunes, et dislocations) se réarrangent ou s'annihilent généralement de manière partielle au sein des grains. Plus l'énergie stockée est grande et plus la restauration se produit rapidement et à température plus faible. Les paramètres qui influencent cette restauration sont donc la température, le taux de déformation et les caractéristiques du matériau que sont les énergies de défaut d'empilement, les éléments en solution solide ou les précipités.

Les différentes phases de restauration sont illustrées sur la Figure 8 :

- État initialement écroui, enchevêtrement de dislocations (a),
- Réarrangement et regroupement d'une partie des dislocations en cellules (b),
- Annihilation des dislocations au sein des cellules (c),
- Formation des sous-grains (d),
- Croissance des sous-grains (e).

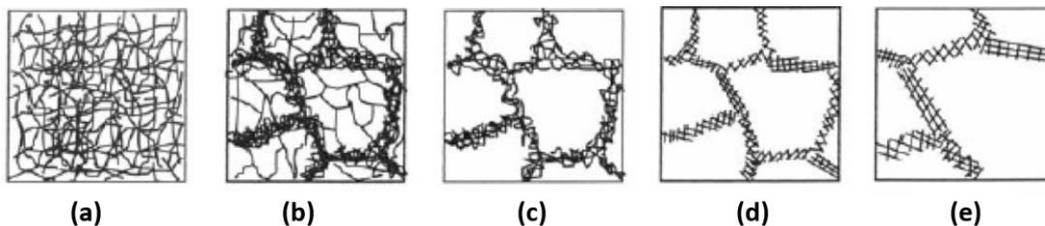


Figure 8 : Illustrations des stades de restauration d'un matériau écroui [23] (tirées de [22])

Dans le cas de la recristallisation, de nouveaux grains sont créés aux dépens des grains initiaux écrouis. Elle se produit en deux étapes avec au départ une phase de germination (ou nucléation) suivie par une phase de croissance. Pour la germination, elle se déclenche dans les zones fortement perturbées lors de la phase d'écrouissage tel que les anciens joints de grains, les bandes de déformations et de cisaillements ou aux abords des précipités (Figure 9).

La recristallisation ne s'opère qu'après une déformation minimale (l'écrouissage critique) et au-delà d'une température de recristallisation qui elle, dépend de la pureté du matériau, du niveau de déformation et du temps de maintien (temps long = température de recristallisation plus basse). La cinétique de croissance est multifactorielle, elle dépend principalement de la température, de la désorientation des grains en croissance et de la pureté du métal.

Les différentes phases de recristallisation sont illustrées sur la Figure 10 :

- État initialement écroui (a),
- État restauré avec formation des sous-joints de grains (b),
- Germination des nouveaux grains puis état partiellement recristallisé (c),
- État complètement recristallisé (d).

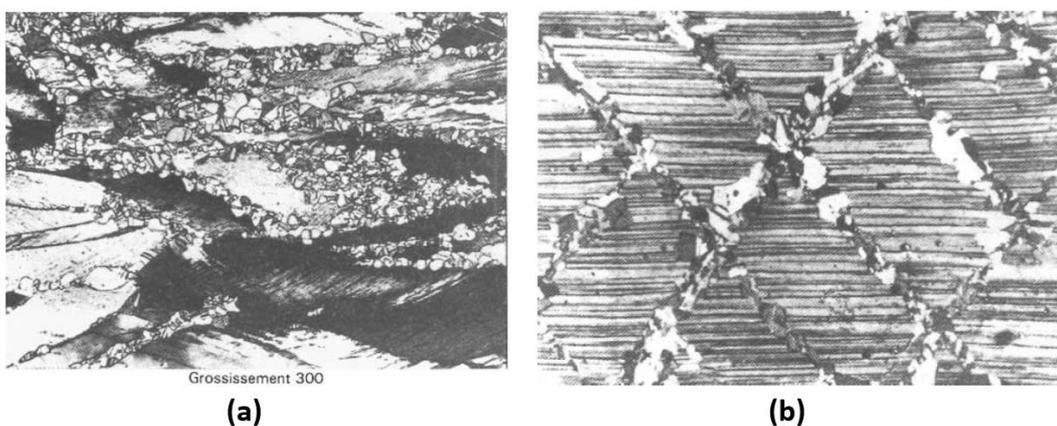


Figure 9 : Micrographies de recristallisation après un recuit post durcissement par écrouissage sur un laiton Cu - 30Zn (a) et dans des bandes de cisaillement dans un bronze CuSn7P (b) [22]

La croissance de grains recristallisés peut ensuite être soit continue et normale (Figure 10-e) soit anormale (recristallisation secondaire) avec la croissance de nouveaux grains qui vont croître après la recristallisation complète au détriment d'un des grains déjà recristallisés (Figure 10-f).

Ces phénomènes de restauration et de recristallisation sont statiques dans le cas du recuit, mais si la déformation du matériau a lieu à une température supérieure à la température de recristallisation alors ces deux processus opèrent simultanément avec la déformation et sont nommés restauration dynamique et recristallisation dynamique, respectivement.

Le revenu peut également permettre un écrouissage supplémentaire lorsqu'il contribue à retrouver une partie de la ductilité. Ce couple d'opération écrouissage – revenu lorsqu'il est répété plusieurs fois permet d'atteindre des niveaux de déformations très élevées ce qui est le cœur même des méthodes de déformation plastique en régime sévère (ou SPD pour Severe Plastic Deformation) tel qu'elles seront introduites dans le paragraphe 3 de ce chapitre.

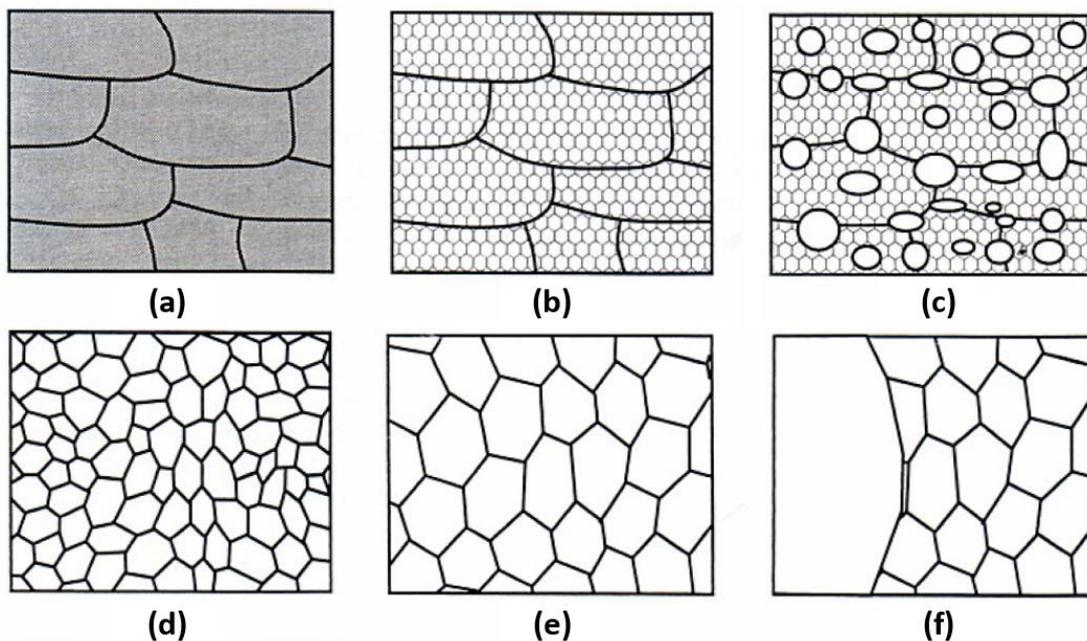


Figure 10 : Illustrations des stades de recristallisation d'un matériau écroui [23] (tirées de [22])

1.6. Durcissement par décomposition spinodale

L'alliage binaire CuTi4 et divers alliages à systèmes ternaires CuNiX (où X= CR, Co, Fe, Mn, Si, Sn ou Ti) peuvent subir un traitement de durcissement de type mise en solution, trempe et revenu dénommé durcissement par décomposition spinodale [24]. Ce durcissement va, par décomposition de la matrice initiale, réarranger le matériau en deux phases (identiques ou non) à paramètres de mailles suffisamment différents pour créer des contraintes élastiques dans le réseau qui perturberont le mouvement des dislocations.

Contrairement au durcissement par précipitation qui, à partir d'un état métastable, nécessite la présence d'un germe pour croître et se développer, la décomposition spinodale se produit à partir d'une mise en solution solide dans un état instable et une faible variation dans la composition déclenche le processus de décomposition en zones riches et pauvres en solutés par décomposition de la matrice [25]. La principale différence des deux phénomènes métallurgiques réside dans la direction dans laquelle les atomes migrent telle que représentée sur la Figure 11-a. La périodicité d'alternance des phases dépend de la composition initiale, mais elle se contrôle par le choix de la température de revenu et de son temps de maintien ce qui permet de couvrir une plage de 20 à plusieurs centaines de nm (Figure 11-b).

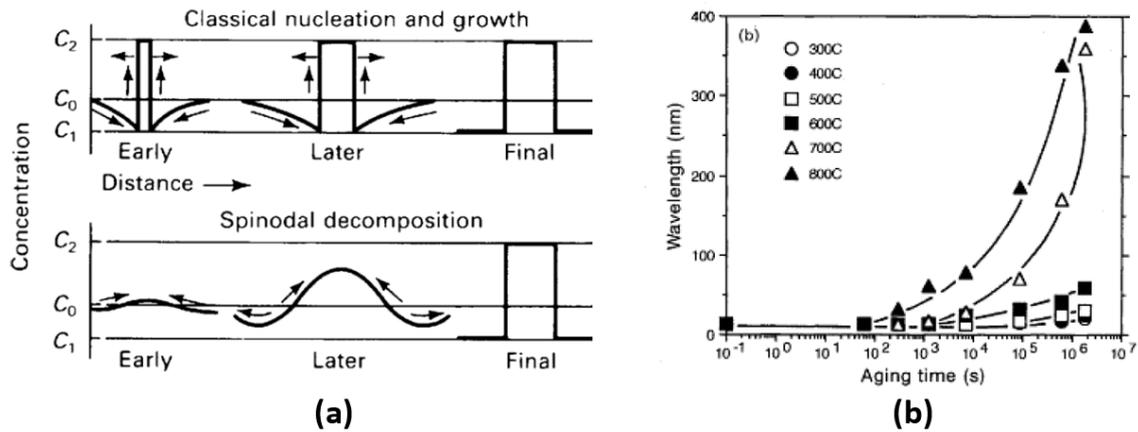


Figure 11 : Différences de formation de structures biphasées entre une croissance par germination-croissance et une décomposition spinodale [26] – influence des conditions de revenu (température – temps) sur la période d’alternance de phases d’un Cu45Ni15Cr [27]

Dans ce mode de durcissement, c’est donc l’alternance de phases différentes à cette échelle submicrométrique qui va ralentir la progression des dislocations et donc conférer au matériau sa capacité d’écroutissage [25]. Les illustrations MET de la Figure 12 montrent les agencements de la phase α de type CFC et γ -DO₃ (Cu_xNi_{1-x})₃Sn de type CC d’un alliage Cu15Ni8Sn recuit 1000s à 775K [28].

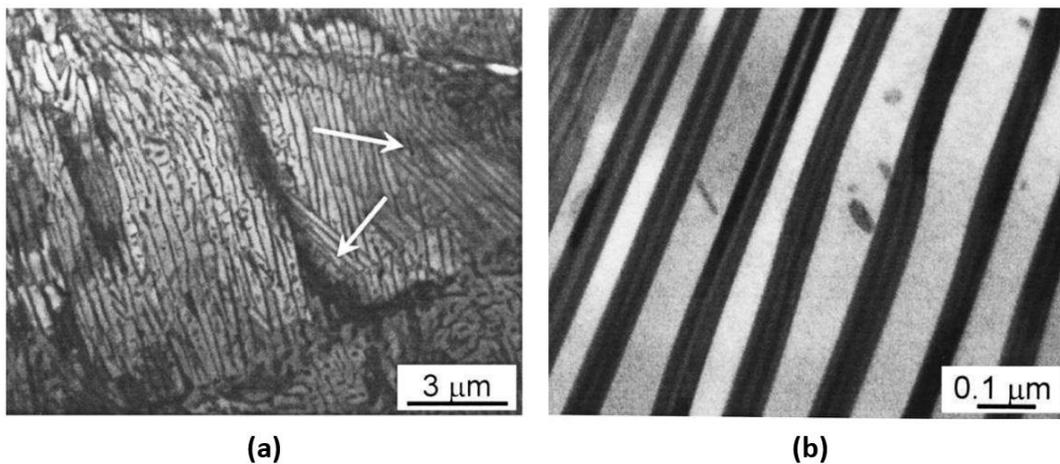


Figure 12 : Illustrations MET d’un Cu15Ni8Sn recuit 1000s à 775K (les flèches indiquent la direction de progression de la décomposition) (a) et détail de la structure périodique [28] (b). La matrice de base α est en blanc, les lamelles de la phase γ -DO₃ (Cu_xNi_{1-x})₃Sn sont en noir [28]

Une cartographie EDX des 3 éléments (Cu, Ni et Sn) et l’analyse ligne EDX entre les points A et A’ montrant la périodicité des deux phases sont proposées sur la Figure 13. La périodicité est évaluée à ~ 200 nm avec une largeur de 70-90nm pour la phase γ d’après l’échelle présente sur la cartographie.

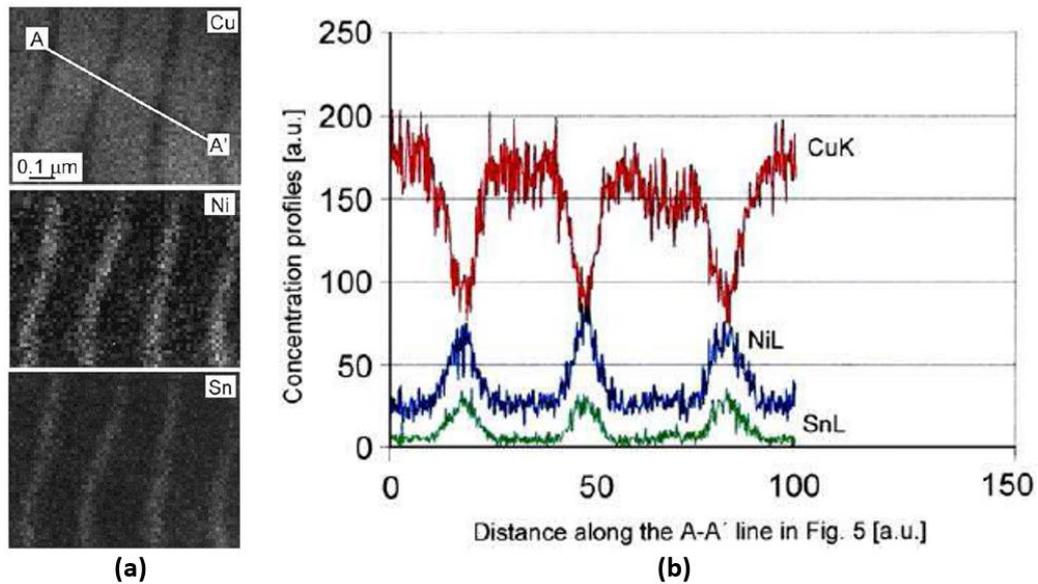


Figure 13 : Cartographie EDX d'un $\text{Cu}_{15}\text{Ni}_{8}\text{Sn}$ recuit 1000s à 775K (a) et analyse de concentration de chaque élément le long du segment A-A' (b) [28]

1.7. Durcissement par dispersion d'oxydes

Une autre voie de durcissement appliquée au cuivre, plus anecdotique celle-ci, consiste à multiplier le nombre de points d'ancrage des dislocations dans une matrice cuivre en utilisant des oxydes nanométriques, chaque nanoparticule contribuant à ralentir la progression des dislocations comme décrit en Annexe B. L'utilisation de ces oxydes contribue également à augmenter la dureté de ces matériaux.

Ces oxydes dans l'alliage sont produits par exemple soit par un procédé tiers, et incorporés dans le cuivre (métallurgie des poudres), soit par oxydation interne à haute température après mise en solution (cas des alumines Al_2O_3).

Le $\text{Cu-2.8Al-1.8Si-0.4Co}$ avec des particules de CoSi ou encore le GlicopTM où ce sont des particules d'alumine qui sont dispersées dans le cuivre pur pendant le procédé d'élaboration [16] [46]. Ce dernier matériau présente notamment des propriétés mécaniques très intéressantes pour les applications à hautes températures, les précipités étant dotés d'un point de fusion bien supérieur aux domaines d'application contrairement aux nuances plus génériques où les températures excessives peuvent dissoudre ces précipités (Figure 14).

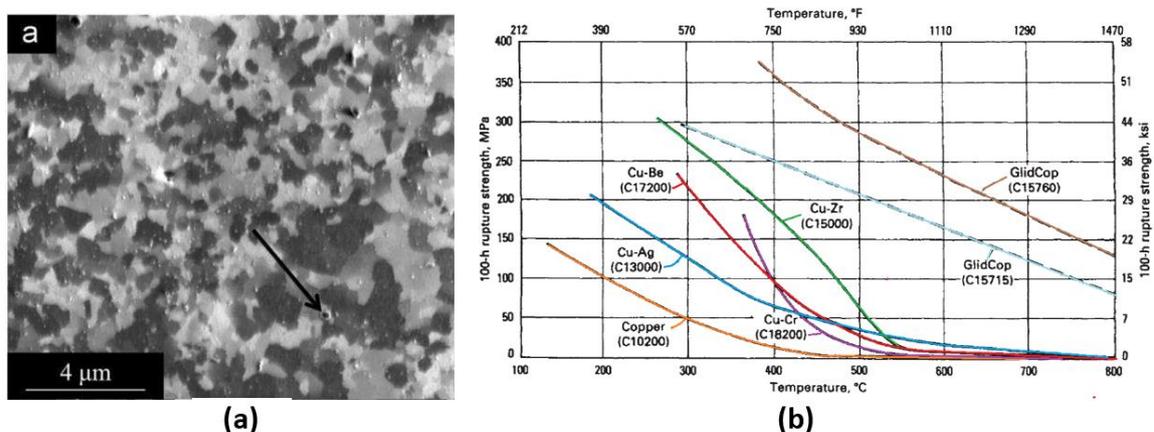


Figure 14 : Microstructure d'un GlicopTM Al25 par microscopie ionique à balayage (la flèche noire pointe un précipité) [28] et comparaison avec des nuances à haute conductivité électrique de la tenue au fluage de cette nuance aux hautes températures (retranscrit de [16])

1.8. Synthèse et propriétés mécaniques du cuivre et de ses alliages

Les paragraphes précédents ont présenté les différentes méthodes de durcissement appliquées au cuivre et à ses alliages. Ces méthodes s'appliquent aussi bien individuellement que conjointement et c'est souvent en les associant que l'on peut obtenir les caractéristiques mécaniques les plus élevées pour bénéficier des gains de chacune. Le graphique de la Figure 15 montre des exemples de couples "allongement - limite d'écoulement" obtenus avec ces méthodes de durcissement conventionnelles.

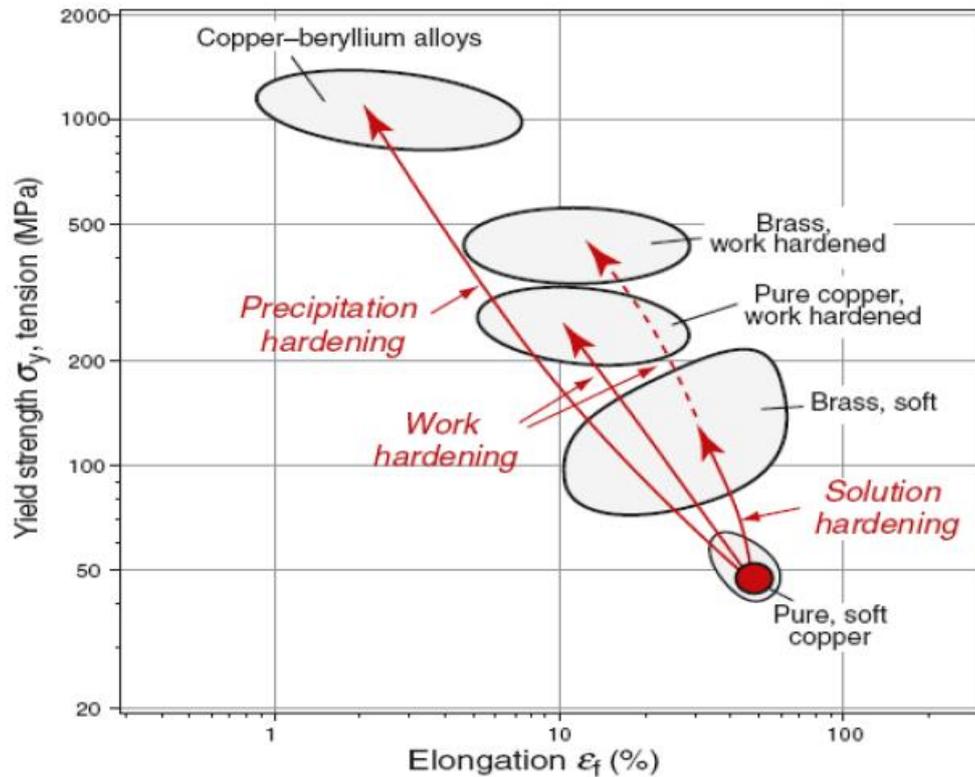


Figure 15 : Exemples de couple "allongement - limite d'écoulement" obtenus avec les méthodes de durcissement conventionnelles pour le cuivre pur et deux types d'alliages [18]

L'utilisation des techniques SPD définies précédemment permet de repousser plus loin ces propriétés en s'appuyant sur les effets de l'affinement des microstructures de façon plus importante. Cet affinement de la microstructure par effet Hall-Petch ainsi que l'influence de la vitesse de déformation du régime quasi statique jusqu'aux chocs intenses vont être développés dans le paragraphe suivant dont la dernière partie est consacrée aux lois d'écoulements qui permettent de reproduire macroscopiquement le comportement post-élaboration de ces matériaux.

2. Affinement de la microstructure et effets de vitesses

2.1. Loi de Hall Petch / influence de la taille des grains

L'une des voies d'augmentation de la résistance mécanique d'un matériau sans utilisation d'éléments d'addition consiste à augmenter le nombre de défauts surfaciques à l'intérieur de la structure initiale en diminuant la taille des grains (cf. Annexe B). Cette augmentation de la contrainte d'écoulement proportionnelle à la racine carrée inverse de la taille moyenne des grains $d^{-0.5}$ suit la Loi de Hall-Petch [30] [31] (LHP, Équation 1).

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

Équation 1

σ_0 représente la contrainte initiale du réseau cristallin (friction) d'un grain unique et de taille infinie, k la pente symbolisant, dans le cas des polycristaux, le durcissement par raffinement de la taille des grains propre à chaque nuance matériau, d le diamètre moyen des grains [7].

Une illustration de cette évolution pour le cuivre est proposée sur la Figure 16-a. Cependant, en deçà d'un certain diamètre moyen, une rupture dans l'évolution monotone de la loi de Hall-Petch intervient telle que proposée sur la Figure 16-b [32]. Le graphique montre la subdivision en plusieurs domaines et les mécanismes de déformations associés. Les deux premiers reprennent l'évolution de la loi de Hall-Petch, mais se distinguent par la perte des sources de dislocations intra granulaires au profit des sources localisées uniquement aux joints de grains. En effet, plus la taille diminue, plus le parcours libre dont disposent les dislocations une fois émises au sein des grains est réduit avant de s'empiler aux joints de grains. Ceci augmente de fait leurs densités dans cette zone inter granulaire. Ce sont les mécanismes de glissements aux joints de grains et de rotations de ces grains qui deviennent prépondérants, mais ne permettent plus d'augmenter la contrainte d'écoulement à l'échelle macroscopique [6] voire de présenter une sorte d'adoucissement pour les gains nanométriques. Ce phénomène est présenté par une partie de la communauté scientifique comme loi de Hall-Petch inverse (pointillés rouges sur la Figure 17-a) et est illustré par les résultats sur le cuivre proposé sur la Figure 17-b. La Figure 18 présente des simulations 2D discrètes de dynamique de dislocations (2D DDD) avec prise en compte de sources intra granulaires, de sources aux joints de grains et de rotation des grains permettent de reproduire cette évolution de la limite élastique en 3 domaines distincts avec la LHP, un plateau puis une décroissance (LHP inverse).

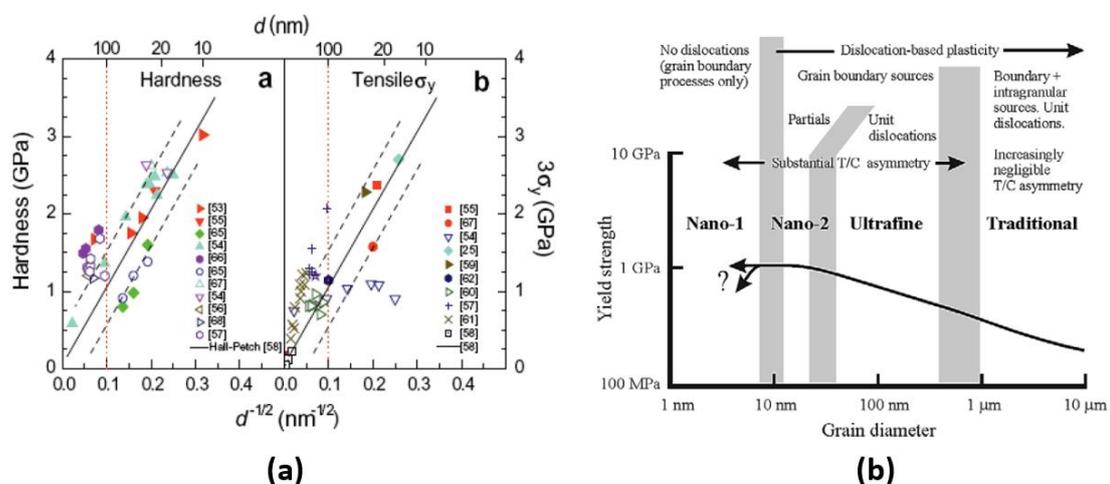


Figure 16 : Loi de Hall-Petch pour le cuivre pour des grains inférieurs à 10nm [6] (d'après [33])(a) et classification des domaines du mécanisme de déformation des matériaux CFC appliqué au cuivre (b) [32]

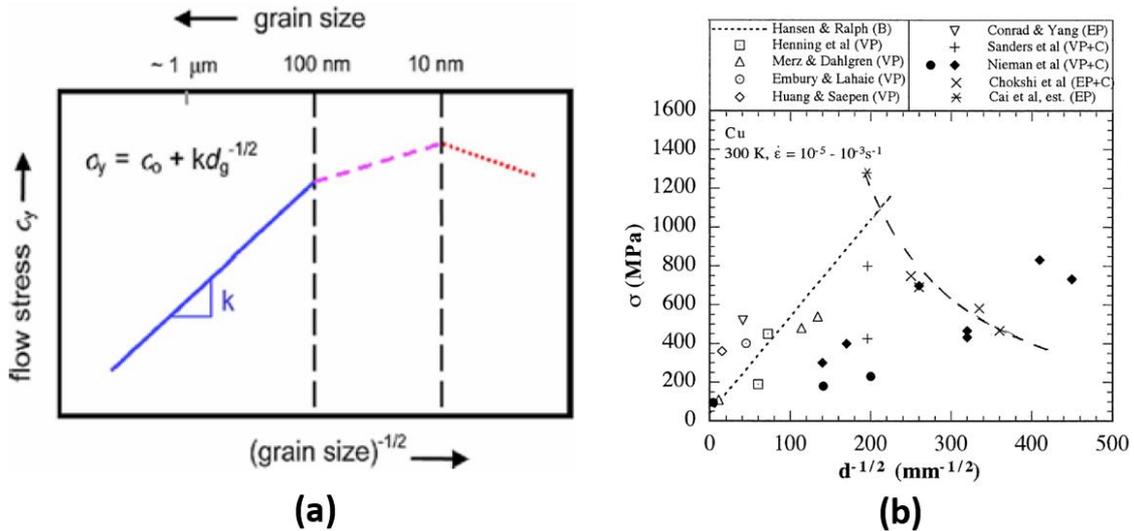


Figure 17 : Rupture puis inversion de la loi de Hall-Petch dans l'évolution de la contrainte en fonction de la taille moyenne des grains [6] (d'après [36]) (a) et synthèse de résultats obtenus sur du cuivre [37] (b)

Notons que l'adoucissement observé aux tailles de grains nanométriques et traduit par la loi de Hall-Petch « inverse » reste un sujet à controverse. G. Saada et coll. [34] ont été les premiers à montrer que cette observation qui est basée sur les valeurs de la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique ne peut être valable, tout le temps, pour tous les matériaux. En effet, dans le cas du Ni avec une taille de grains de 25 nm, Saada et coll. montrent qu'à 0.2% de déformation plastique, seulement 4% des grains ont vu passer une dislocation. Ainsi, une plasticité généralisée se situerait au minimum autour de 1% de déformation plastique. Cette conclusion a été ensuite confirmée par Brandsteter et coll. [35].

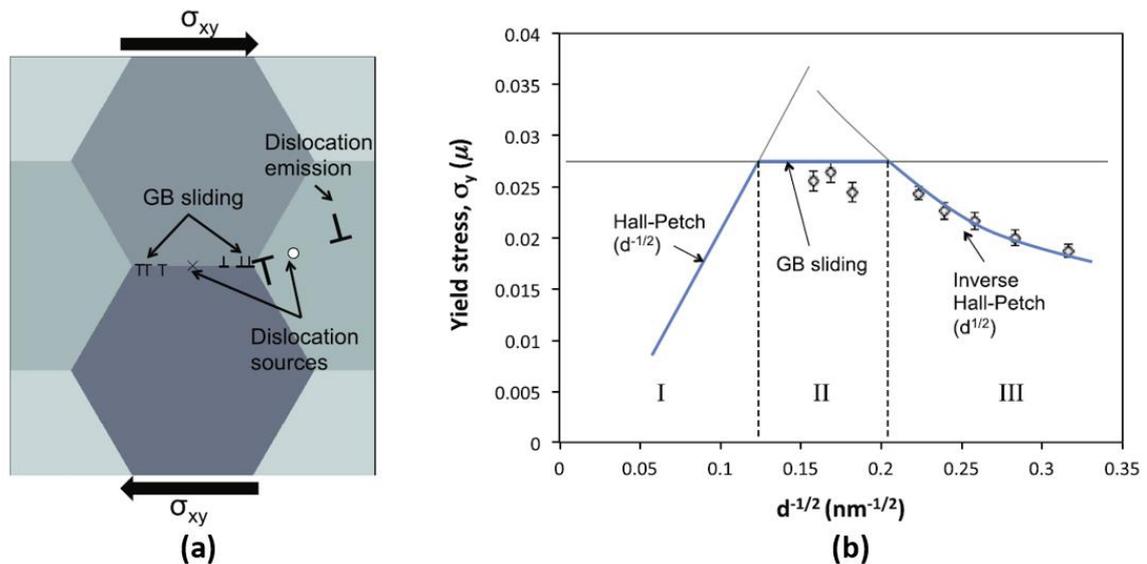


Figure 18 : Reproduction par simulation avec un modèle discret de dynamique de dislocations à deux dimensions (2D DDD, Discrete Dislocation Dynamics model) des trois domaines d'évolution de la limite élastique versus taille des grains incluant glissement et émission de dislocations aux joints de grains [38]

2.2. Vitesse de déformation et physique des chocs : caractérisations et effets

Les paragraphes précédents se sont focalisés à la description des matériaux, de leurs évolutions microstructurales et des phénomènes liés à ces évolutions dans des conditions de déformations majoritairement à vitesse de déformation quasi statique.

Le graphique de la Figure 19 synthétise, pour des configurations en compression, les différents domaines de vitesses de déformations rencontrés par les matériaux, des plus faibles (10^{-4} s^{-1} pour le régime quasi statique) aux plus élevées ($>10^6 \text{ s}^{-1}$ pour les impacts de plaques). Ce graphique rappelle que les effets inertiels négligeables en régime quasi statique deviennent importants à plus haute vitesse et que les essais au départ considérés comme isothermes se produisent en conditions adiabatiques passé quelques s^{-1} .

Temps caractéristique (s)	10^{+2}	1	10^{-2}	10^{-4}	10^{-6}	10^{-8}
Vitesse de déformation (s^{-1})	10^{-4}	10^{-2}	1	10^{+2}	10^{+4}	10^{+6}
Régime dynamique	Quasi statique		Dynamique intermédiaire	Impact de barres	Impact de plaques	
Effet inertiels	Négligeables		Importants			
Thermique	Isotherme		Adiabatique			
Etat de contrainte	Compression simple				Déformation uniaxiale	
Moyen expérimental	Machines hydrauliques	Machines pneumatiques	Barres d'Hopkinson	Édifices pyrotechniques Lanceurs		

Figure 19 : Synthèse des différents paramètres, effets, conditions d'essais et moyens utilisés en régime dynamique par ordre croissant de vitesse de déformation [39]

L'un des pionniers dans le domaine de la dynamique est B. Hopkinson qui proposa un dispositif de mesure d'impulsions sur la base d'un pendule pour caractériser l'impulsion délivrée par le souffle d'un explosif ou l'impact de balles [40]. Son dispositif, proposé en Figure 20-a, a permis d'ouvrir ce nouveau champ de caractérisation dynamique des matériaux et donna à la communauté scientifique l'opportunité de développer, argumenter, prouver les théories d'augmentation des caractéristiques mécaniques liées à l'augmentation des vitesses de sollicitations. B. Hopkinson n'a pas eu l'opportunité de développer le dispositif complet des barres tel qu'il est connu de nos jours ce qu'a fait Kolsky [41], 45 ans plus tard : les termes barres d'Hopkinson ou barres de Kolsky sont donc utilisés sans distinction dans cette thématique.

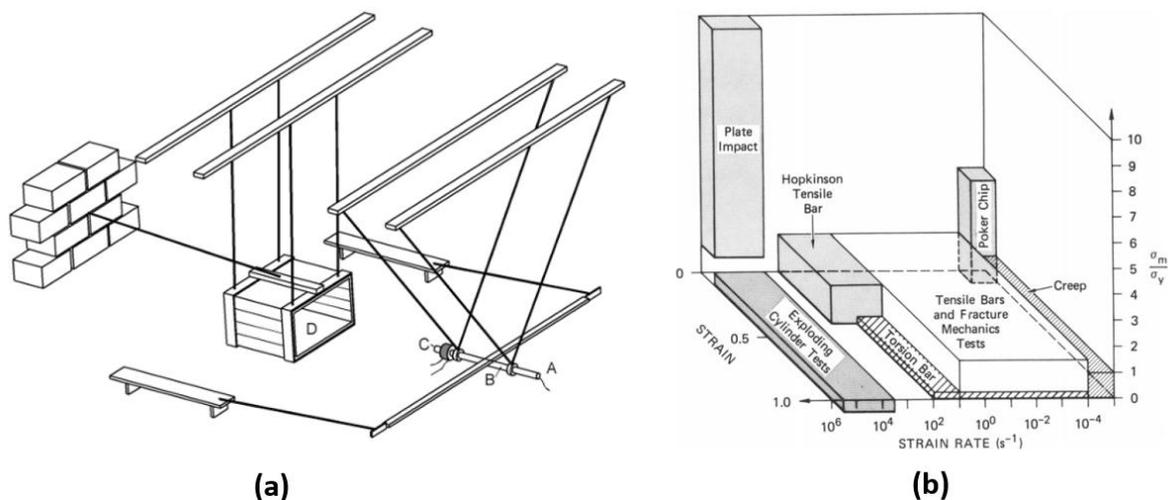


Figure 20 : Dispositif de mesures d'impulsion développée par B. Hopkinson [40] (a) et Moyens expérimentaux recensés par Curran pour la détermination du comportement en traction et à la rupture dans un trièdre de déformation – vitesse de déformation – triaxialité (σ_m/σ_y) [43] (b)

La multitude d'applications concernées par ces phénomènes dynamiques (autant civil que militaire) a induit le développement de modèles de lois de comportement plus ou moins complexes prenant en compte la vitesse de déformation, mais aussi l'état de contraintes avec la triaxialité (contrainte moyenne / limite d'écoulement) et l'angle de Lode ou encore l'écroutissage cinématique avec effet Bauschinger dans des gammes de sollicitations dynamiques (Figure 21, [42]).

Les moyens expérimentaux permettant d'effectuer des caractérisations dans toutes ces gammes de sollicitations ont et continuent d'évoluer en compression, mais aussi en traction et en torsion (Figure 20-b) pour quantifier l'effet dynamique sur la rupture et la fragmentation.

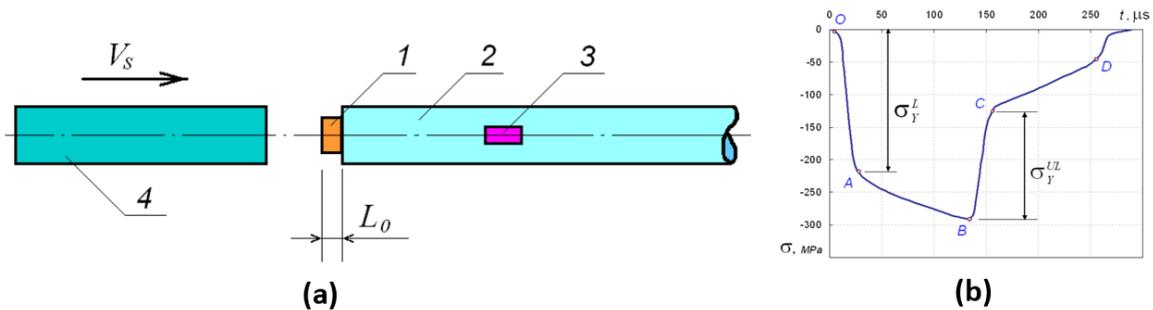


Figure 21 : Détermination dynamique de l'effet Bauschinger $\sigma_Y^{UL} / \sigma_Y^L$ [42] : a : Configuration d'impact direct avec le matériau à caractériser (1), la barre instrumentée (2), la jauge de mesure (3) et l'impacteur (4), b : signaux enregistrés sur la jauge (3)

Dans le régime en compression, l'extension des capacités des barres d'Hopkinson à plus hautes vitesses de déformation notamment pour l'étude des nanomatériaux a vu le développement de configurations spécifiques de miniaturisation de ces barres pour pouvoir atteindre des vitesses de déformation d'environ 5.10^4 s^{-1} mais le nombre d'installations reste limité du fait de la complexité de mise en œuvre (Figure 22).

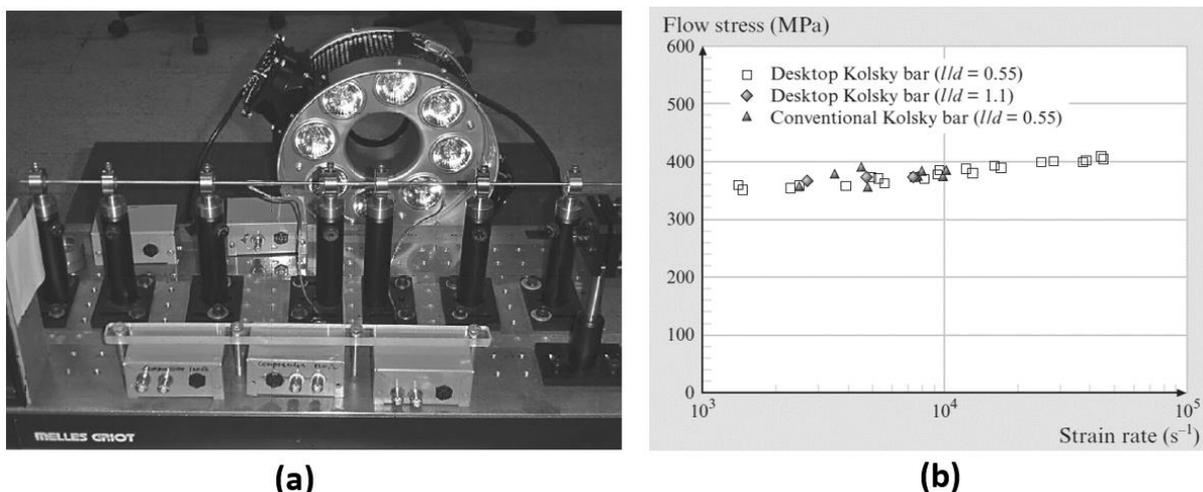


Figure 22 : Barres d'Hopkinson en compression miniaturisées (Desktop Kolsky bar) Ø3mm-76cm (a) et limites d'écoulements obtenues pour un alliage d'aluminium de type 6061-T6 entre 10^4 et 5.10^4 s^{-1} (b) [44]

À l'échelle atomique, la vitesse de déformation macroscopique est reliée à la densité de dislocations mobiles ρ_m , la vitesse de déplacement des dislocations mobiles v , le vecteur de Burgers b et le coefficient de Taylor M par la formule d'Orowan [45] :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\rho_m * v * b}{M}$$

Équation 2

Le vecteur de Burgers étant fixé par la structure cristalline, l'augmentation de la vitesse de déformation n'est ensuite donc liée qu'à la densité de dislocations mobiles et à la vitesse moyenne de ces dislocations.

Macroscopiquement, l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation peut être scindée en trois régimes [46] qui sont, par ordre de vitesse de déformation croissante les suivants (Figure 23) :

- Régime thermiquement activé,
- Régime visqueux,
- Régime relativiste.

Le régime thermiquement activé est associé aux franchissements des obstacles à courtes et à longues distances : l'augmentation de la contrainte d'écoulement reste faible et est liée à l'augmentation de la température. Cette dernière amplifie l'amplitude d'oscillations des atomes ce qui demande moins d'énergie et donc de résistance à une dislocation pour franchir ces obstacles.

Le régime visqueux se caractérise par la propagation continue des dislocations qui avec leurs inerties interagissent avec les électrons et les phonons. Ces interactions augmentent fortement la contrainte à l'échelle macroscopique comme le montre la Figure 23-b.

Le dernier régime, le régime relativiste ($>10^6 \text{s}^{-1}$) considère que la vitesse des dislocations peut continuer à augmenter jusqu'à atteindre asymptotiquement la vitesse élastique de cisaillement sans pouvoir la dépasser [46]. Les simulations récentes avec des logiciels de dynamiques moléculaires indiqueraient que les dislocations pourraient dépasser la vitesse élastique de cisaillement et passeraient donc en régime supersonique [46] [47], mais il n'y aurait pas de dispositif expérimental à ce jour pour corroborer ces résultats numériques.

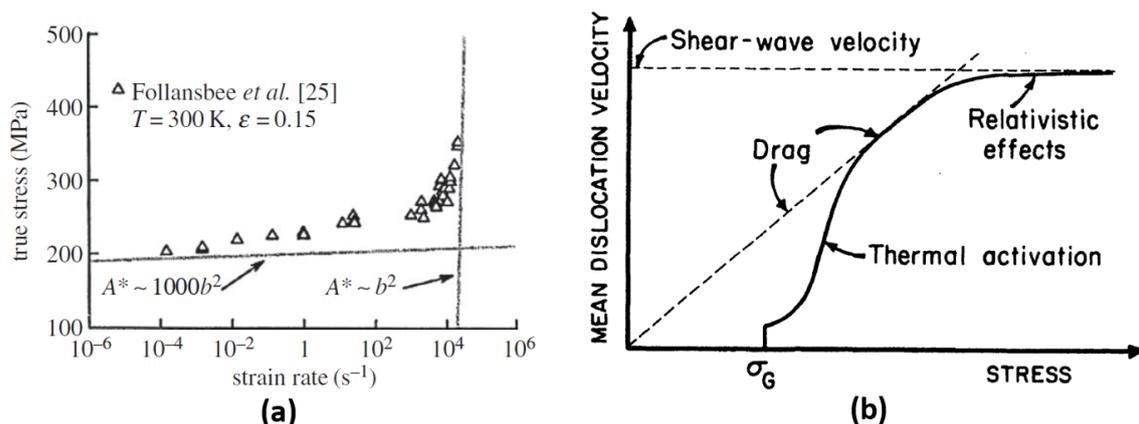


Figure 23 : Illustration des résultats de Follansbee [49] sur l'évolution de la contrainte vraie d'un cuivre non allié [49] (a) et position des 3 régimes de vitesse de déformation sur un graphique vitesse moyenne des dislocations en fonction de la contrainte appliquée [46] (b)

Farbaniec [11] rappelle que la température et la vitesse de déformation jouent un rôle sur la mobilité des dislocations et de leurs combinaisons ou annihilations. Leurs effets combinés peuvent être retranscrits par le paramètre de Zener-Hollomon [50] dont l'équation est donnée ci-dessous. Un matériau sollicité à haute vitesse de déformation ou à basse température et qui présentera donc de grandes valeurs de Z ne laissera pas de latitude à l'annihilation des

dislocations, mais en générera au contraire de nouvelles qui vont raffiner la microstructure en la subdivisant. A contrario, une sollicitation à basse vitesse de déformation ou à haute température formera moins de dislocations (et donc moins de densité de dislocations) et produira de plus gros grains. Des images TEM qui montrent l'évolution des structures de dislocations dans un cuivre déformé à 200% sont proposées sur la Figure 24.

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \left[\frac{Q}{RT} \right]$$

Équation 3

Avec $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation macroscopique, Q l'énergie d'activation du mécanisme qui pilote la déformation, R la constante universelle des gaz et T la température absolue en K

Zener–Hollomon parameter

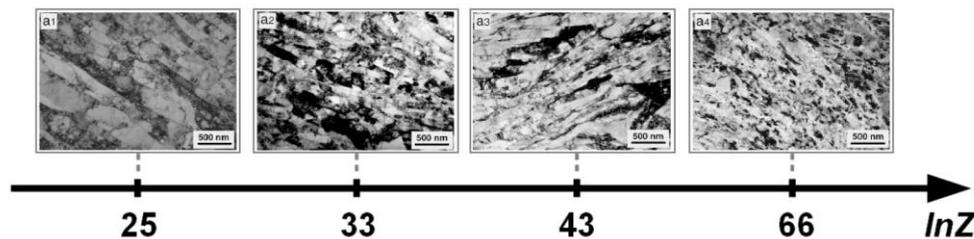


Figure 24 : Images TEM de microstructures d'un cuivre déformé comprimé à $\epsilon=2.0$ [11] (illustrations d'après [51]) : (a₁) $10^{-1} s^{-1}$ à température ambiante; (a₂) à (a₄) essai dynamique respectivement à température ambiante, à $-78^{\circ}C$ et sous azote liquide

La Figure 25 présente un graphique fait par Zhang [52] qui synthétise l'occurrence des modes de déformations du cuivre et quelques-uns de ses alliages à partir du couple logarithme népérien de Z en fonction de l'énergie de défauts d'empilements. Les différents résultats font ressortir trois domaines.

- Domaine I : déformation par glissement à partir des cellules de dislocations de 100-300nm et formation de grains ultrafins (UFG),
- Domaine II : compétition entre la déformation par glissement du domaine I (et formation d'UFG) et nanomaclages (NT) avec formation de lamelles matrice – nanomacles (nanotwins NT) dans lesquelles se génèrent des nanograins (NG),
- Domaine III : déformation par glissement et maclage avec prépondérance des NT et NG.

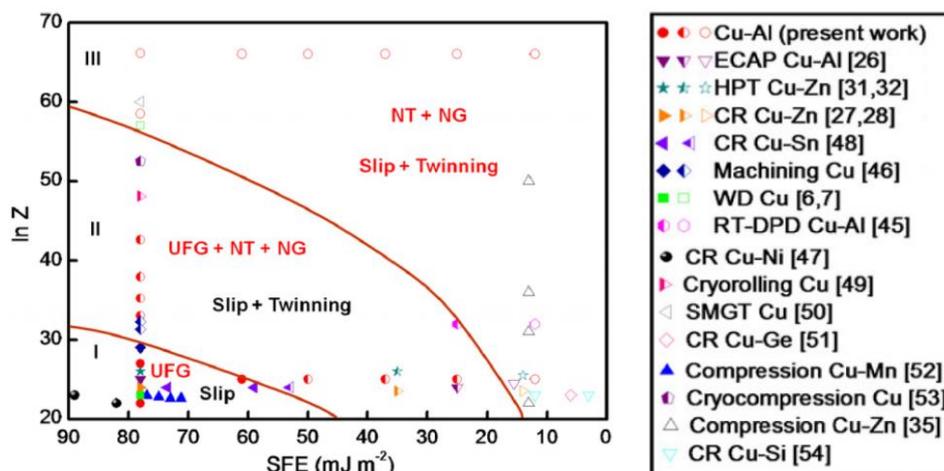


Figure 25 : Synthèse des modes de déformations et des microstructures générées (grains ultrafins UFG, nanomacles NT et nanograins NG) dans un espace énergie de faute d'empilement / $\ln Z$ pour du cuivre pur et quelques alliages (Cu-Al, Cu-Ge, Cu-Mn, Cu-Ni, Cu-Si, Cu-Sn, Cu-Zn) [52]

La mécanique classique, qui est l'une des branches de la physique (comme l'optique, le magnétisme ou la thermodynamique), a vu au milieu du 20^e siècle l'émergence aux États-Unis et en Russie d'une nouvelle spécialité dédiée au comportement sous impact des matériaux et du comportement des explosifs et que l'on a nommé la physique des chocs (Shock Physics).

La physique des chocs, comme les autres spécialités de la mécanique, décrit le mouvement de la matière sous l'action des forces (ou contraintes) avec des lois mathématiques qui décrivent la conservation de certaines grandeurs comme la masse l'énergie et la quantité de mouvement. La physique des chocs se différencie par rapport à la mécanique classique par le temps pendant lequel la contrainte est appliquée. Dans le cadre des chocs, les ondes qui transportent de proche en proche l'information de contrainte imposée à une portion de la matière en la déformant se déplacent à une vitesse proportionnelle aux paramètres élastiques du matériau (3000m/s dans un polymère, 5000m/s dans un acier, 10000m/s dans une céramique). Les échelles de temps sont donc des microsecondes voire des nanosecondes et les phénomènes qui se produisent pendant ces temps seront différents de ce qui peut se produire dans la matière lorsque la contrainte est appliquée en quelques secondes par exemple. La physique de chocs c'est donc caractériser le comportement de la matière (déformation, endommagement, fragmentation) en fonction non seulement du niveau de contrainte appliquée, mais aussi du temps d'application de cette contrainte.

La simulation de ces phénomènes dynamiques s'effectue avec des logiciels spécifiques qui nécessitent de sélectionner en leur sein les algorithmes/schéma numériques en adéquation avec les phénomènes à étudier. Ces outils numériques décomposent plus ou moins simplement le comportement mécanique en trois lois qui vont permettre de reproduire le comportement mécanique :

- La loi ou équation d'état : elle relie la contrainte moyenne, la masse volumique et la température,
- La loi de comportement : elle est consacrée à la gestion de la plasticité et à l'évolution de la limite d'écoulement. Cette loi peut dépendre des grandeurs associées à l'équation d'état (cas de la prise en compte de la triaxialité par exemple),
- La loi de rupture : elle est consacrée à la gestion de l'endommagement.

Le Tableau 3 présente succinctement les différences entre la dynamique rapide et la physique des chocs, la frontière entre ces deux spécialités n'est pas stricte et certaines applications peuvent commencer dans la physique des chocs puis basculer dans la dynamique rapide.

Tableau 3 : Tableau comparatif entre la dynamique rapide et la physique des chocs

Caractéristiques	Dynamique rapide	Physique des chocs
Vitesse (m/s)	10 – 200	100-10000
Durée (s)	$10^{-5} - 10^{-1}$	$10^{-8} - 10^{-4}$
Variation des grandeurs physiques	Continue	Saut de pression de 1 à 100GPa
Comportement	Local et global liés aux conditions aux limites	Local indépendant des conditions aux limites
Loi prépondérante	Loi d'écoulement	Équation d'état
Gamme de déformation	Grande	Petite à moyenne

Les domaines d'intérêt et les applications concernés par la physique des chocs sont nombreux, on peut citer notamment les secteurs suivants :

- Défense & sécurité (impact de balle, explosion),
- Aérospatiale (impact d'oiseaux, de grêlons...),
- Espace (impact de débris spatiaux, vulnérabilité des aéronefs, des satellites),
- Énergie (recherche pétrolière, recherche minière),
- Géophysique (comportement de la terre, impact d'astéroïdes),
- Astrophysique (comportement des planètes, des étoiles)
- Génie des matériaux (création ou décomposition de phases).

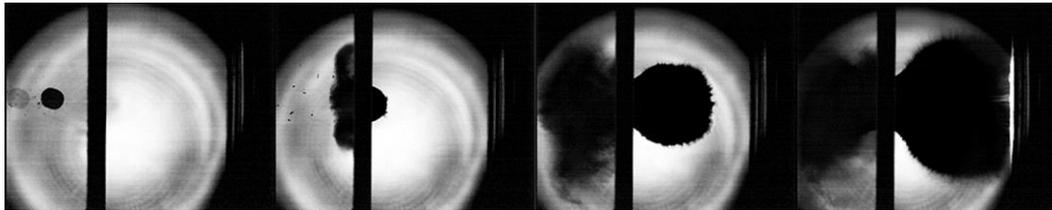


Figure 26 : Images prises en ombroscopie avec une caméra rapide de l'impact d'une bille en polymère en régime hypervélocité (au-delà de sa vitesse du son) dans une plaque métallique avec génération de débris [39]

La physique des chocs, du fait des niveaux atteints de contraintes moyennes (la pression), amène donc à s'intéresser autant (voir plus) aux équations d'états qu'aux lois de comportement. Elle nécessite en conséquence l'utilisation dans ces temps caractéristiques spécifiques de moyens expérimentaux bien particuliers pour générer les chocs et effectuer les mesures.

Côté génération des chocs, on peut lister les canons à gaz simple et doubles étages, les générateurs de courants ou magnétiques, les chocs laser ou bien les explosifs. Chaque moyen possède une gamme de fonctionnement spécifique avec ses avantages et ses inconvénients. Les canons ont l'avantage de pouvoir maîtriser parfaitement le terme source (la matière envoyée et la vitesse d'impact donnent un niveau de contrainte appliquée), mais par contre sont limités en termes de niveau de contraintes générées du fait de la vitesse maximale à contrario des chocs laser qui peuvent déposer énormément d'énergie en des temps très courts, mais la façon dont est déposé le dépôt et la contrainte générée est assujetti à débat. Les moyens ne sont pas constamment concurrentiels, mais peuvent s'avérer complémentaires dans beaucoup de cas.

Côté mesures, les temps caractéristiques de la physique de chocs ont également contribué aux développements d'outils de diagnostics spécifiques aptes à capter et enregistrer les informations nécessaires à sa compréhension et son analyse. Parmi ces moyens de mesures on peut retenir les sondes chronométriques (déclenchement et temps de passages), les jauges de contraintes lagrangiennes pour la mesure de la pression dynamique, l'interférométrie doppler laser pour le déplacement et la vitesse puis les caméras ultrarapides pour la visualisation macroscopique des événements. Nombre de ces outils ont fait l'objet de développements spécifiques au sein des grands centres de recherches étatiques civils ou militaires.

Les chocs et la façon dont ils sollicitent la matière dans des temps très courts, mais avec des rapports contrainte moyenne sur contrainte d'écoulement pouvant atteindre plusieurs décades en des temps relativement courts ont fait et font toujours l'objet d'investigations permanentes sur l'état et le comportement des microstructures post-choc.

Meyers [53] par exemple, en lien avec les applications militaires (charge creuse), a notamment évalué l'effet du diamètre moyen initial et l'évolution de la microstructure et du comportement de cuivres non-alliés après un choc intense. Ses travaux font suite aux constatations de gain en perforation lorsque les tailles initiales de grains étaient réduites (Figure 27-a). Des échantillons en cuivres électrolytiques de diamètres moyens différents allant de 9.5 à 315.0 μm ont été choqués à 2.2 km/s par propulsion de plaque par explosif générant en leurs seins une contrainte transitoire de 50GPa (Figure 27-b) avec une déformation vraie de l'ordre de 27% (Figure 28).

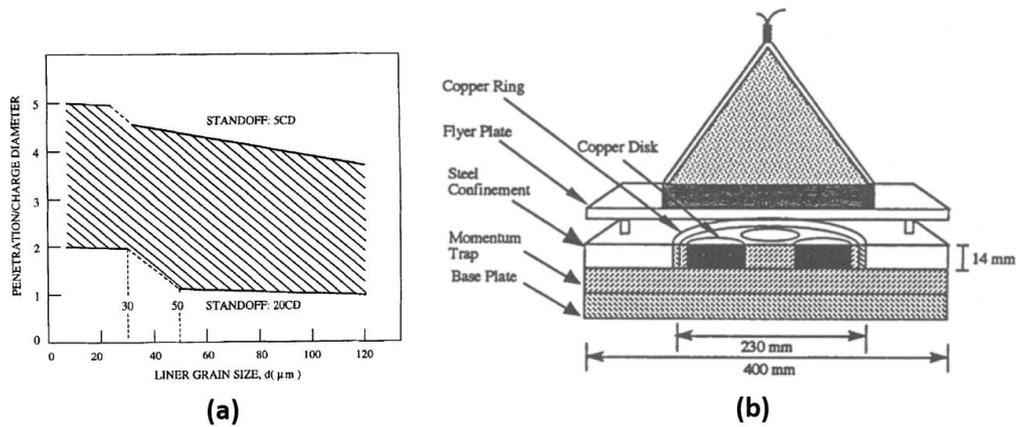


Figure 27 : Évolution de la perforation d'une charge creuse en fonction de la taille moyenne de grains (a) – Configuration du dispositif de choc par propulsion de plaque par explosif utilisée par Meyers (b) [53]

Les courbes de la Figure 28 montrent distinctement la différence de comportement en compression quasi statique entre le cuivre à grains fins ($9.5\mu\text{m}$) et le cuivre à grains gros ($315\mu\text{m}$). Le cuivre à grains gros présente un saut de contrainte d'écoulement important a contrario du cuivre à grains fins. Les essais de compression en dynamique (Figure 29) indiquent également que l'évolution du comportement pour les grains fins est plus continue que celle avec les grains initialement gros. L'étude révèle que ces derniers ont développé des réseaux de macles importants à contrario du matériau choqué à grains fins : l'affinement des grains retarde l'instabilité en traction du cuivre ce qui permet de conserver plus longtemps l'intégrité du jet formé et donc en augmente son efficacité.

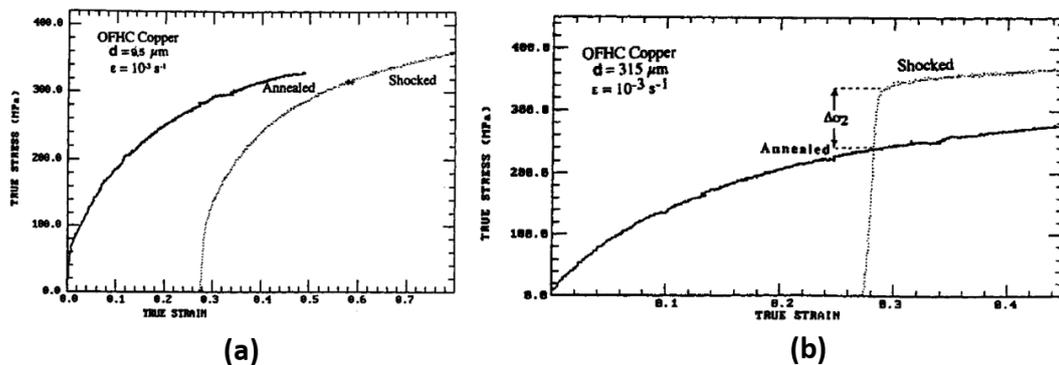


Figure 28 : Comparaisons du comportement en compression quasi statique (10^3s^{-1}) de cuivres non alliés à grains fins ($9.5\mu\text{m}$) et gros ($315\mu\text{m}$) après un choc de 50GPa sur leur évolution de comportement entre [53]

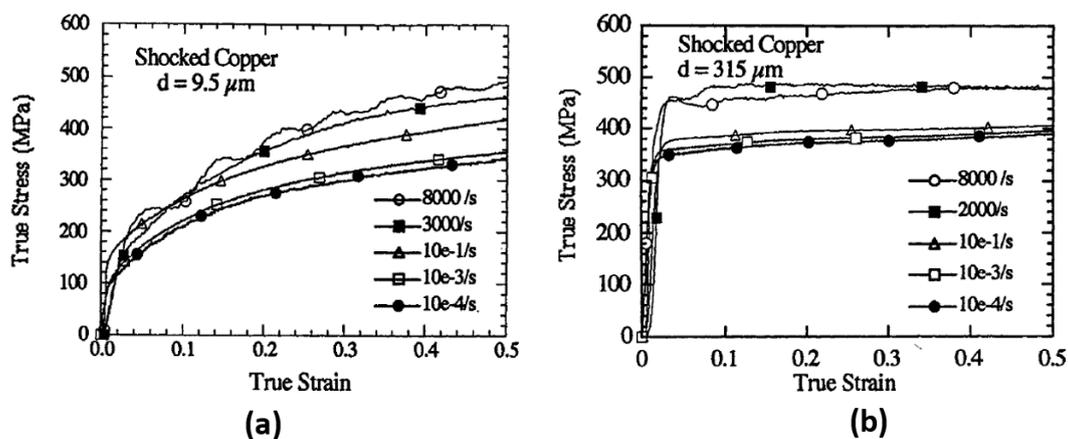


Figure 29 : Comparaisons de l'influence d'un choc de 50GPa sur des cuivres non alliés à grains fins ($9.5\mu\text{m}$) et gros ($315\mu\text{m}$) sur leur évolution de comportement entre 10^4 et 8000s^{-1} [53]

Ces chocs à très hauts niveaux sont également étudiés et utilisés pour la fabrication de nanodiamants pour les outils de coupe [16], le soudage par explosif (explosive welding ou cladding) ou encore la compaction dynamique de poudre ou le déclenchement de réaction de synthèse ($xA + yB \rightarrow AxBy$) ou de décomposition ($AxBy \rightarrow xA + yB$) comme le montre la Figure 30 avec un mélange de poudre Niobium + Silicium pour obtenir du Siliciure de Niobium [16].

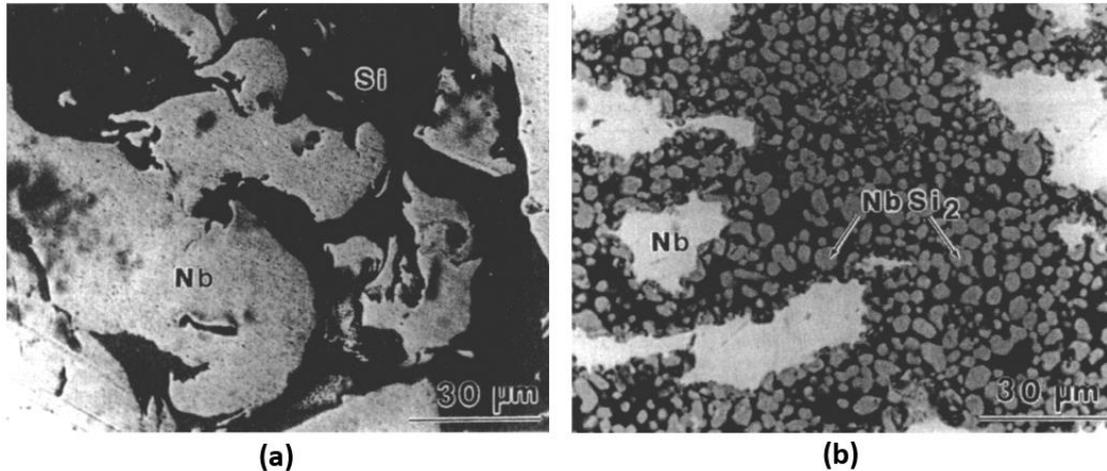


Figure 30 : Synthèse partielle de siliciure de Niobium ($NbSi_2$) sous choc à partir de poudres de Niobium et de Silicium : état initial (a) et final (b) [46]

2.3. Lois de comportements : de la loi de Ludwick au modèle physique de Gottstein

Le comportement mécanique des matériaux et plus précisément des métaux peut se décomposer en trois termes que sont l'élasticité, la viscosité et la plasticité (ou écrouissage) [54]. Ces termes élémentaires ont des équivalents rhéologiques simples qui permettent d'étudier séparément chacune de ces parties :

- le ressort pour l'élasticité : l'effort est proportionnel à l'allongement ($F=k \times \Delta l$),
- le piston pour la viscosité : l'effort est proportionnel à la vitesse ($F=k \times d\Delta l / dt$),
- le patin pour la plasticité : l'allongement ne peut croître que si un niveau seul d'effort est atteint.

Les expressions mathématiques qui décrivent ces trois termes peuvent être plus ou moins complexes selon la réponse du matériau à retranscrire et du nombre de grandeurs physiques prises en compte.

À ces trois termes élémentaires s'ajoute également un terme thermique qui modifie également la réponse mécanique du matériau.

Les lois de comportements peuvent se classer ensuite en fonction de leurs natures et plus précisément en fonction des grandeurs utilisées pour déterminer l'évolution de la contrainte d'écoulement. Globalement ils existent des lois dites empiriques, semi-physiques et physiques. Les lois empiriques n'utilisent que des grandeurs physiques à l'échelle macroscopique et sont obtenues par multiplication des termes élémentaires cités précédemment (Équation 4). Les lois semi-physiques utilisent quelques variables internes microscopiques pour traduire l'évolution de la contrainte (taille moyenne des grains par exemple) tandis que les lois physiques reposent essentiellement sur ces grandeurs à l'échelle microscopique.

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \sigma_{\varepsilon}(\varepsilon) \times \sigma_{\dot{\varepsilon}}(\dot{\varepsilon}) \times \sigma_T(T)$$

Équation 4

Après une introduction des grandeurs physiques utilisées dans les modèles de loi de comportement aussi bien à l'échelle macroscopique que microscopique, une revue des lois traitant individuellement de l'érouissage (contrainte en fonction de la déformation), de l'adoucissement thermique et des effets de la vitesse de déformation sera effectuée.

Les lois d'écoulements qui combinent ces lois élémentaires et qui traitent de manière simultanée plusieurs effets seront ensuite abordées en commençant par les lois empiriques, puis les lois semi-physiques avec prises en compte de quelques variables internes physiques. Le dernier paragraphe introduira les lois complètement physiques.

2.3.1. Grandeurs physiques

À l'échelle macroscopique, les grandeurs physiques utilisées dans la plupart des modèles de comportement pour retranscrire l'évolution de la contrainte d'écoulement sont la déformation (élastique et plastique), la température, la vitesse de déformation et la contrainte moyenne (pression).

À l'échelle microscopique, la taille moyenne des grains, les densités de dislocations mobiles et immobiles, les énergies d'activation des mécanismes de déplacement des dislocations, les distances entre deux obstacles aux mouvements des dislocations sont quelques grandeurs utilisées dans les modèles physiques.

2.3.2. Lois d'érouissage

Les modèles recensés dans le Tableau 4 ne considèrent ni les effets de vitesse de déformations ni les effets thermiques. La simplicité de ces modèles facilite leur utilisation analytique et ils sont souvent donc sélectionnés pour retranscrire la partie érouissage du comportement des matériaux en reliant directement la contrainte d'écoulement à la déformation plastique dans les logiciels aux éléments finis.

Tableau 4 : Lois élémentaires d'érouissage

Nom	Relation	Constante
Ludwick [55]	$\sigma = \sigma_0 + \sigma_1 \epsilon_p^n$	σ_0, σ_1 et n
Hollomon [56]	$\sigma = \sigma_0 \epsilon_p^n$	σ_0 et n
Voce [57]	$\sigma = \sigma_s + (\sigma_0 - \sigma_s) \times \exp(\epsilon_p/\epsilon_0)$	σ_0, σ_s et ϵ_0
Swift [58]	$\sigma = \sigma_0 (\epsilon_p + \epsilon_0)^n$	σ_0, ϵ_0 et n

2.3.3. Lois viscoélastiques et prise en compte des effets de vitesses de déformations

La prise en compte de la vitesse de déformation fait également l'objet de beaucoup d'expressions dont quelques-unes sont proposées dans le Tableau 5 (repris de Lurdos [54]). Cette liste est non-exhaustive puisque de nouvelles formulations sont proposées continuellement au sein de la communauté scientifique pour reproduire aux mieux certains comportements dans des plages de vitesses de déformations spécifiques.

Tableau 5 : Lois élémentaires de prise en compte de la vitesse de déformation

Nom	Relation	Constante
Loi puissance	$\dot{\epsilon}_p^m$	m
Cowper - Symonds [59]	$1 + (\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)^m$	$\dot{\epsilon}_0$ et m
Ludwick [55]	$\log(\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)$	$\dot{\epsilon}_0$
Malvern [60]	$\log(1 + \dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)$	$\dot{\epsilon}_0$
Johnson – Cook [61]	$1 + C \ln(\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)$	$C, \dot{\epsilon}_0$

2.3.4. Lois d'adoucissement thermique

Le Tableau 6 recense quelques lois thermiques qui permettent d'intégrer un adoucissement thermique dans les lois de comportements découplées multiplicatives dont quelques exemples sont donnés dans le paragraphe suivant.

Tableau 6 : Lois élémentaires de prise en compte de l'adoucissement thermique (issues de [54])

Nom	Relation	Constante
Loi puissance	T^{-v}	v
Johnson – Cook [61]	$1 - \left(\frac{T - T_0}{T - T_m}\right)^m$	T_0, m
Litonsky [62]	$1 - T/T_0$	T_0
Vinh [63]	$\exp(W/T)$	T_0
Zhao et Gary [64]	$1 - \beta(T/T_0)$	β, T_0
Arrhenius	$\exp(-Q/RT)$	Q

2.3.5. Lois empiriques

Les lois empiriques ou lois multiplicatives, puisqu'elles utilisent les lois élémentaires d'érouissage (§2.3.2), de vitesse de déformation (§2.3.3) et d'adoucissement thermique (§2.3.4) vues précédemment, sont sélectionnées en fonction du régime de sollicitations. Parmi ces lois empiriques multiplicatives, l'une des plus simples est la loi de Cowper – Symonds (Équation 5) qui ne rajoute qu'un terme d'effet de vitesse à une loi de Ludwick, mais la plus utilisée (notamment dans les logiciels aux éléments finis) est la loi de Johnson – Cook [61] (Équation 6).

$$\sigma = (A + B \epsilon_p^n) \left[1 + \left(\frac{\dot{\epsilon}}{D} \right)^{\frac{1}{P}} \right]$$

Équation 5

$$\sigma = (A + B\varepsilon_p^n) \left(1 + C \log \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right) \right)^m$$

Équation 6

Des variantes de cette loi ont été établies par différents auteurs en rajoutant notamment un terme puissance à trois paramètres (D, $\dot{\varepsilon}_1$ et k) dans la partie effet de vitesse pour reproduire l'augmentation significative de la contrainte d'écoulement dans le domaine dit visqueux ([65]).

$$\sigma = (A + B\varepsilon_p^n) \left(1 + C \log \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) + D \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_1} \right)^k \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right) \right)^m$$

Équation 7

Pour conclure, on peut citer les lois de Molinari - Clifton [66] ou de Liang - Khan [67] qui montrent l'étendue des possibilités de combinaisons dans ce principe de lois empiriques ou multiplicatives.

$$\sigma = \sigma_0 \varepsilon_p^n \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \left(\frac{T}{T_0} \right)^v$$

Équation 8

$$\sigma = \left[A + B \left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln \dot{\varepsilon}_0} \right) \varepsilon^n \right] [\dot{\varepsilon}]^C \left[1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0} \right)^m \right]$$

Équation 9

2.3.6. Lois semi-physiques

Parmi les lois semi-physiques, l'une des particularités réside dans le fait que les effets sont couplés et non découplés : la température et la vitesse de déformation ne sont pas séparées dans des blocs bien distincts. La première loi la plus utilisée parmi les lois semi-physiques est celle développée par Zerilli et Armstrong [68] qui inclue une formulation de type LHP pour la partie écrouissage telle que définie par l'Équation 10 pour les matériaux de types CFC. Les auteurs proposent des modifications dans leurs modèles pour reproduire le comportement des matériaux CC et HC.

$$\sigma = C_1 + \frac{C_2}{\sqrt{D}} + C_3 \sqrt{\varepsilon} e^{(-C_6 T + C_7 T \ln \dot{\varepsilon})}$$

Équation 10

À l'instar du modèle de Johnson - Cook, des auteurs ont également proposé des modèles modifiés dans des gammes de sollicitations plus ciblées. C'est le cas de Le [69] pour le travail à chaud d'un acier 20CrMo. D'autres modèles, classés comme semi-physiques et dont la formulation a été orientée pour scinder les contributions thermiques et athermiques existent, mais ils ne seront pas développés dans ce mémoire. C'est le cas de celui de Voyiadjis et Abed [70], de Klepaczko et coll. [71] - [73], de Steinberg-Cochran-Guinan-Lund (SCGL) [74], *Mechanical Threshold Stress* (MTS) développé par Follansbee et Kocks [75]. Le modèle de Preston-Tonks-Wallace (PTW) [76] [77] est lui privilégié pour les très hautes vitesses de déformations ($>10^{11} \text{s}^{-1}$) ou dans le cas où les sollicitations sont très proches de la température de fusion du matériau dans les applications défense.

2.3.7. Lois physiques

Comme il a été dit précédemment, les lois physiques reposent essentiellement sur des grandeurs à l'échelle microscopique et plus précisément sur une détermination de la contrainte d'écoulement en fonction de leurs évolutions (densités de dislocations mobiles et immobiles, libre parcours moyen, ...). Cette méthode permet de tenir compte de toute l'histoire de la déformation et de l'évolution de la microstructure.

Parmi ces modèles, on notera le modèle de Kocks et Mecking (KM) [78] [79], de Bergström-Yoshie, Laasraoui Jonas (YLJ) [80] - [85] et de Gottstein et coll. (cf. [54]). Les illustrations de la Figure 31 montrent la manière dont les modèles Kocks et Mecking (a) et de Gottstein (b) (c) partitionnent ces densités de dislocations et les différents modes d'évolutions et les mécanismes de transfert d'un type de dislocation à un autre sont intégrés dans les modèles.

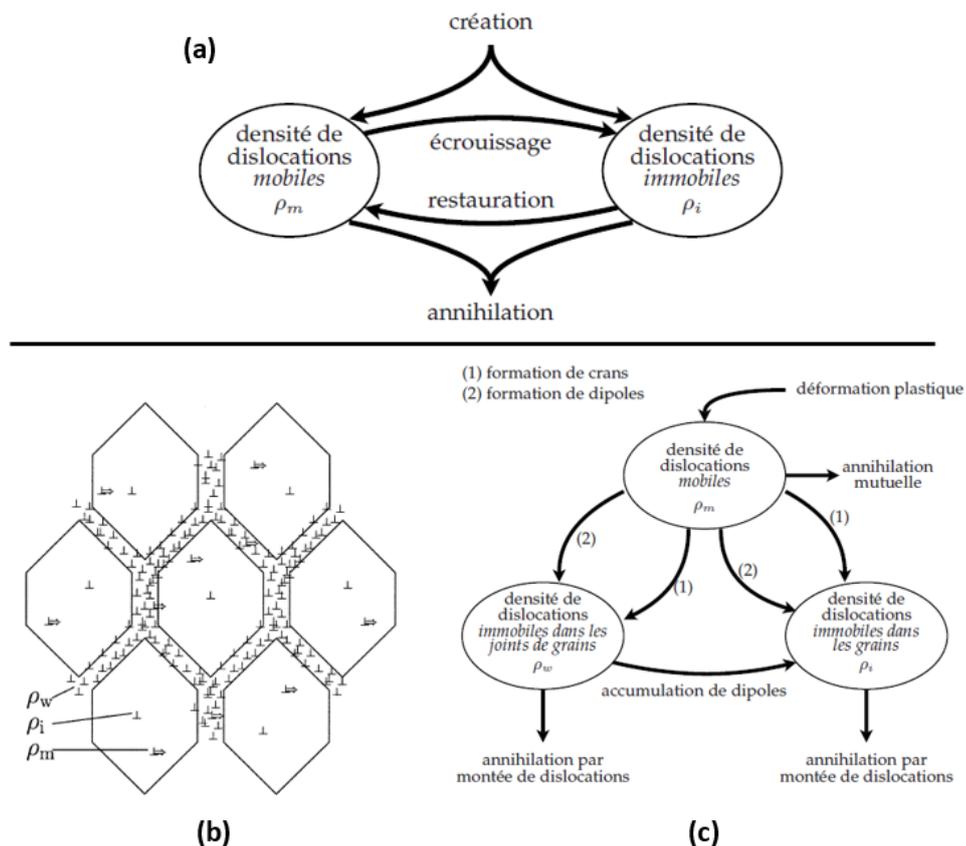


Figure 31 : Types de dislocations et transferts dans le modèle KM (a) ; schéma des trois types de dislocations ρ_w , ρ_i et ρ_m (b) et transferts d'un type à un autre dans le modèle de Gottstein (c) (illustrations issues de [54])

2.3.8. Synthèse des lois d'écoulements

Ces lois de comportement et plus particulièrement leurs sélections dépendent du régime de sollicitations qu'elles doivent reproduire. Certains modèles, même très simples tels que Ludwick ou Cowper Symonds peuvent s'avérer suffisants dans certaines configurations. Par contre, dans le régime des grandes vitesses de déformations et des chocs notamment, les modèles évolués doivent être utilisés sachant que plus la vitesse de déformation sera élevée et plus ces lois de comportements devront être associées à des équations d'état qui pourront même être prépondérantes dans certaines applications.

Le modèle généraliste de type Johnson Cook a été sélectionné pour simuler les élaborations dynamiques dans le cadre des travaux de cette thèse dont les résultats sont proposés dans les chapitres IV pour chaque matériau investigué.

3. Méthodes d'élaboration par déformation plastique en régime sévère

Les différentes méthodes SPD et/ou à grandes déformations avec effet de vitesse permettent d'affiner la microstructure en diminuant la taille des grains ou en créant des sous-joints de grains et des cellules de dislocations par exemple pour augmenter le niveau de durcissement des matériaux post-élaboration. Ces méthodes permettent de produire des matériaux à l'état semi-fini sous forme de plaques, disques, barres ou tubes. L'un des paramètres qui dictent le choix d'une technique par rapport à une autre est donc son adéquation avec l'usage final de la pièce qui sera extraite de ce produit semi-fini : l'Extrusion Coudée à Aire Egale (ECAE) qui sera détaillée ci-dessous est plus adaptée à la production de barres rondes ou de barreaux à sections carrées plutôt que la torsion à haute pression (HPT pour High Pressure Torsion) qui permet d'élaborer des disques de faibles épaisseurs ou bien l'extrusion-compression cyclique de tube ou TCEC (Tube Cyclic Extrusion-compression) qui, comme son nom l'indique, va permettre de produire des tubes à grains affinés. Le principe et un exemple d'évolution de la contrainte d'écoulement d'un cuivre non allié sont proposés sur la Figure 32.

Une synthèse des méthodes quasi statiques mono ou multi étapes ainsi que des exemples de résultats obtenus sont renvoyées en Annexe A, le paragraphe suivant va décrire différentes méthodes dynamiques de déformation plastique en régime sévère et/ou à grandes déformations avec effet de vitesses. Le cas particulier de la méthode par impact direct qui fait partie des méthodes dynamiques sera néanmoins traité séparément dans le paragraphe 5 en page 36 étant donné qu'il est l'objet de ces travaux de recherche.

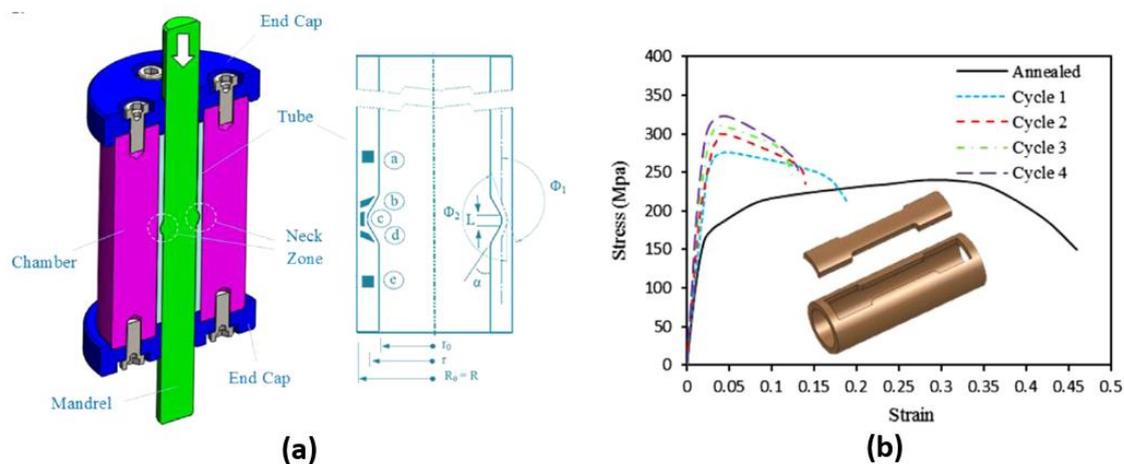


Figure 32 : Principe de l'extrusion-compression cyclique de tube ou TCEC (Tube Cyclic Extrusion-compression) – Comportement en traction d'un cuivre non allié en fonction du nombre de cycles de TCEC [86]

4. Méthodes d'élaboration en régime dynamique

En dehors des marteaux-pilons et des presses à sommier mobiles dont le régime de fonctionnement peut atteindre des vitesses de déformations de quelques centaines de s^{-1} , les procédés SPD dans le régime dynamique ont peu d'applications concrètes dans le monde industriel. Néanmoins, différentes configurations déclinées des techniques SPD présentées dans le paragraphe précédent et détaillées en Annexe A en régime quasi statique ont fait l'objet d'études exploratoires dans le domaine dynamique pour en évaluer le potentiel.

En premier lieu, sans respecter un ordre établi, les deux premières configurations montrent une déclinaison dynamique de l'ECAE.

La première, illustrée sur la Figure 33, montre une configuration dynamique de l'ECAE dénommé DCAP (Dynamic Channel-Angular Pressing) où le piston (2) est propulsé par de la poudre pyrotechnique (7). La filière coudée est composée de la partie amont (5) située dans l'axe du piston dans lequel se trouve l'échantillon (3). Le piston, sous l'action des gaz des produits de combustion propulse le piston jusqu'à 150m/s et fait passer un échantillon $\varnothing 14-15\text{mm}$ de longueur 65mm dans la filière à angle droit (4) ce qui génère des vitesses de déformations évaluées entre 10^4 et $10^5 s^{-1}$ par l'auteur avec des déformations vraies par passage de l'ordre 60% [87].

La seconde (Figure 34) présente une autre version DCAP qui utilise une filière en T (8) et c'est l'impact d'une plaque en acier (4) montée sur un sabot (3) propulsée par un canon à gaz (1) à 100 m/s qui pousse l'échantillon (7) via le piston (6). La vitesse d'impact est mesurée à la bouche du lanceur (5) à l'intérieur de la chambre d'impact (9). Une pseudo-carte 3D de figures de pôle inverse d'un alliage d'aluminium de type AA6061 montre la morphologie des grains obtenue avec cette technique.

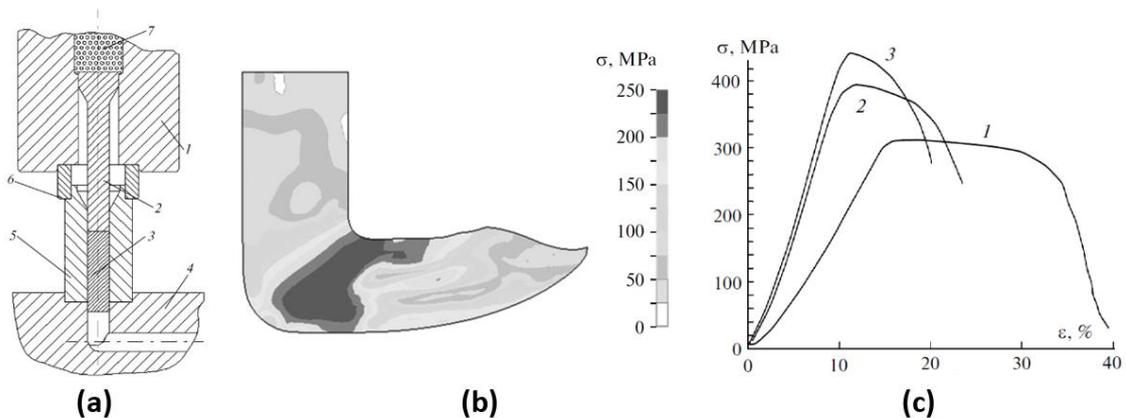


Figure 33 : Illustration du DCAP (a) [87]; Contrainte de cisaillement lors du passage dans la filière d'un cuivre non allié (b) et contrainte d'écoulement à l'état initial (1) et après 2 (2) et 4 passes (3) (c) [88]

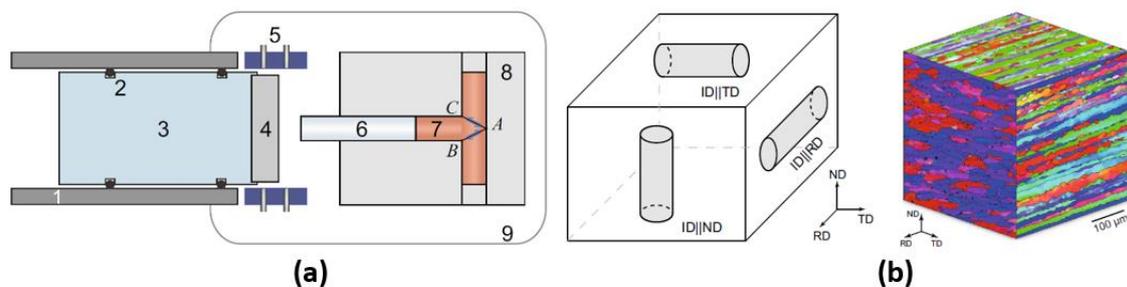


Figure 34 : Procédé DCAP (a) avec une plaque métallique (4) propulsée par lanceur à gaz (1) pour mettre en mouvement un piston (6) qui comprime l'échantillon (7) dans une double filière à 90° (8) et morphologies de grains obtenues sur un AA6061 avec une pseudo-carte 3D d'orientation de pôle inverse (b) [89]

La troisième configuration dynamique est un test de traction dynamique qui ne se repose pas directement sur l'imposition d'un cisaillement comme les deux précédentes. Cette configuration est avant tout un essai dynamique de traction, plus qu'un procédé d'élaboration SPD en tant que tel, mais les phénomènes mis en jeu, leurs effets sur la microstructure du fait des niveaux de déformations atteints en suscitent l'intérêt.

Cette configuration repose sur la projection à grandes vitesses (plusieurs centaines de m/s) d'un projectile de forme cylindrique avec un embout hémisphérique en face avant à travers une filière conique et l'extrusion dans cette filière génère des fragments dont les vitesses d'éjection, les dimensions ainsi que les analyses métallurgiques post-extrusion permettent d'étudier le comportement du matériau (écrouissage et rupture) à très hautes vitesses [90] [91].

La Figure 35-a présente la géométrie initiale de l'échantillon et les fragments obtenus après DTE d'un cuivre non allié recuit de type OFHC propulsé entre 350 et 420m/s (Figure 35-b). Les simulations numériques de ces essais (Figure 36) permettent de déterminer les paramètres de lois d'écoulements dont des exemples d'évolutions en 5 points caractéristiques sont proposés sur la Figure 37. Les vitesses de déformations atteintes en cours d'essai sont comprises entre $3.0 \times 10^4 \text{s}^{-1}$ et $3.0 \times 10^5 \text{s}^{-1}$ avec des températures finales comprises entre de 520 à 1050K pour une température initiale de 300K (cf. [91]). Les analyses EBSD en ces points de mesures montrent l'évolution des sous-joints de grains (traits gris, $2 < \Theta < 10^\circ$), des grains (traits noirs, $\Theta > 10^\circ$), et de la population des joints spéciaux de types $\Sigma 3$ (traits rouges, $\Theta \pm 60^\circ$) dont font partie les joints de macles. La microstructure initiale composée majoritairement de joints de type $\Sigma 3$, montre des joints de plus en plus allongés avec la multiplication des sous-joints de grains jusqu'à la région 3 incluse. À partir de la région 4, des signes de recristallisation dynamique commencent à apparaître et sont de plus en plus présents dans la région 5, là où les déformations et températures déterminées par simulation numérique sont les plus importantes. Hörnqvist [91] précise dans ses travaux que les macles au sein des grains recristallisés sont vraisemblablement des macles de recuit générées lors de la croissance des grains recristallisés du fait de leurs morphologies proches de l'état initial ainsi que de l'absence de déformation plastique aux cœurs de ces nouveaux grains.

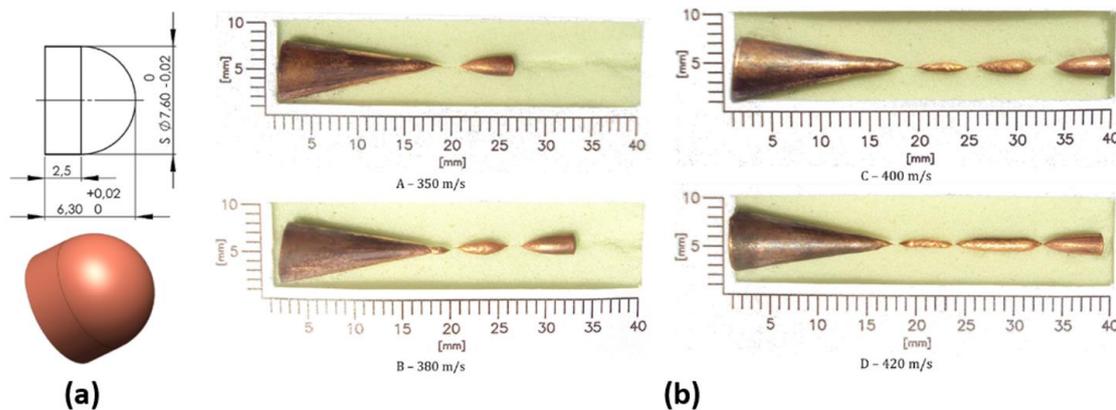


Figure 35 : Dimensions et vue isométrique du projectile DTE en cuivre OFHC (a) et photographies des fragments recueillis post DTE (b) [90]

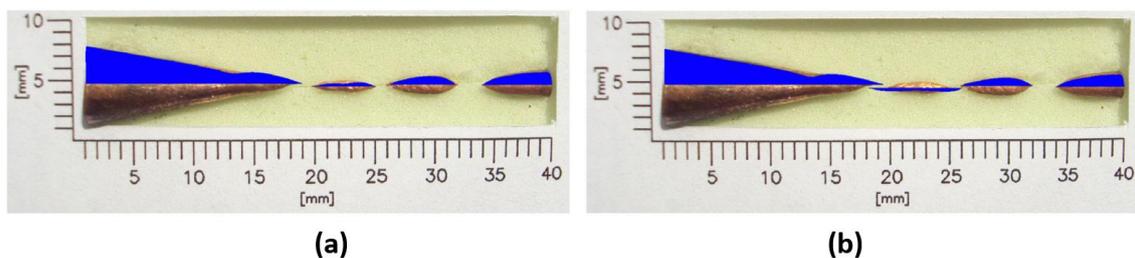


Figure 36 : Illustrations des simulations numériques des tests et des fragments générés avec un modèle de type Johnson - Cook modifié (a) et Zerilli - Armstrong modifié (b) [91]

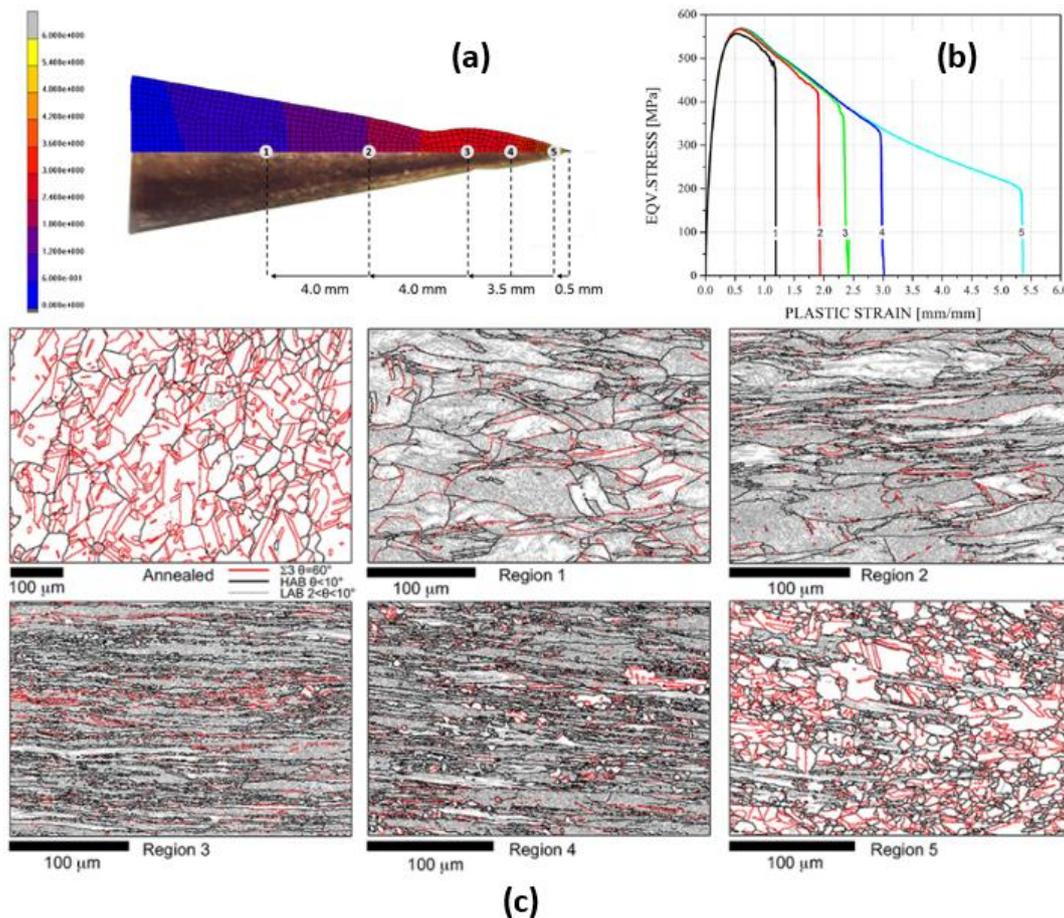


Figure 37 : Positions des points de mesures sélectionnés dans un cuivre OFHC après test DTE (a), courbes de contraintes d'écoulement déterminées en ces points par simulation numérique (b) et analyses EBSD de l'évolution des grains et des sous-joints de grains(c) [91]

Le dernier procédé dynamique présenté dans ce paragraphe utilise comme terme source de l'explosif tel qu'illustré sur la Figure 38-a. L'Explosive Dynamic Plastic Deformation, (EDPD) se compose d'un explosif (2) de type Ammonium Nitrate Fioul Oil (ANFO), en contact avec une plaque acier $\text{Ø}100 \times 20 \text{ mm}$ (3). Les produits de détonation, une fois l'explosif amorcé par le détonateur (1), propulse la plaque à grande vitesse (entre 379 et 683 m/s) sur un échantillon $\text{Ø}20 \times 25 \text{ mm}$ en cuivre non allié (5) dont la base est maintenue par une plaque elle-même en acier (6). L'impact de la plaque génère une contrainte moyenne de choc initiale comprise entre 10.2 et 16.5 GPa dans l'échantillon [92] [93]. Les images MET prises suivant les deux directions (Figure 38-c et d) montrent une structure de grains équiaxes dans la direction radiale et des structures plutôt allongées dans le sens de la direction de l'impact [92]. Wang, sur ces deux publications, indique que plus la masse d'explosif est importante (et la vitesse d'impact) et plus la taille moyenne de grains mesurée par DRX diminue. Les deux documents donnent des valeurs différentes d'une décade avec par exemple pour une même configuration une taille moyenne de 28.2 nm sur le papier le plus ancien et 282 nm sur le plus récent, les données de ce dernier sont conservées à titre d'illustration. Des essais dynamiques aux barres d'Hopkinson en compression entre 1800 et 6300 s^{-1} ont été réalisés sur des échantillons post-EDPD tel que présenté sur Figure 39. Les courbes montrent que la diminution de la taille des grains contribue à l'augmentation de la limite d'écoulement et que cette dernière est également croissante avec la vitesse de déformation des essais.

Cette dernière configuration dynamique est un exemple extrême de procédé qui produit de grandes déformations avec effets de vitesse en impact direct. Cette méthode par impact direct, objet de ces travaux de recherche, est développée spécifiquement dans le paragraphe suivant.

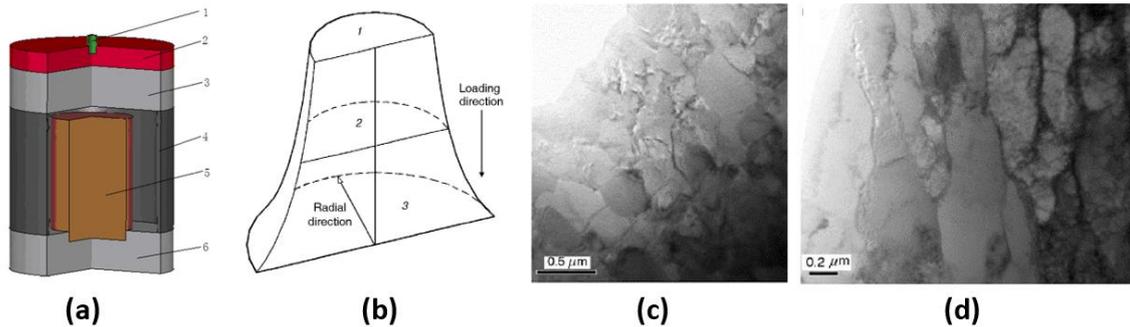


Figure 38 : Procédé EDPD: Configuration initiale (a) [93], schéma de l'échantillon post-EDPD avec formalisme d'orientation des vues MET (b), clichés MET dans la direction radiale (c) et longitudinale (d) [92]

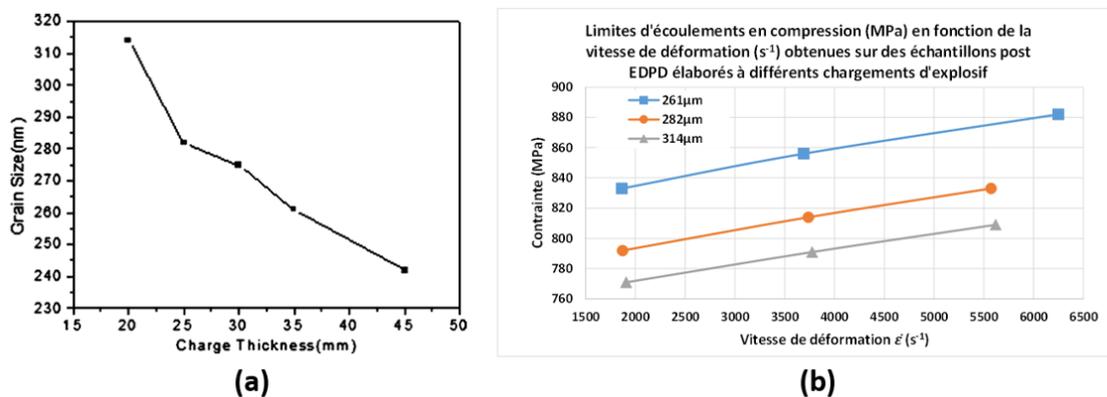


Figure 39 : Procédé EDPD: Évolution de la taille moyenne des grains en fonction de l'épaisseur d'explosif (a) [93] et influence de cette taille moyenne sur les courbes d'écoulement post-EDPD en compression entre 1800 et 6300 s⁻¹ réalisés sur barres d'Hopkinson (b) (retranscrit de [92])

5. Méthodes d'élaboration par impact direct

La méthode d'impact direct n'était pas au départ dédiée à la production de matériaux, mais a été mise au point sur des barres d'Hopkinson par Dharan [94] puis revue par Gorham [95] et Klepaczko [96] - [97] pour étudier la réponse des matériaux métalliques en compression à des vitesses de déformations supérieures à 10⁴s⁻¹. Cette méthode est toujours d'actualité dans le registre des aluminiums de blindage notamment. Elle a contribué, dans le registre des aluminiums de blindage, à évaluer les effets des traitements thermiques de type T8 et T9 sur une nuance AA2519 vis-à-vis de l'évolution des précipités Θ' (Al₂Cu) lorsque le matériau est assujéti à une sollicitation dynamique entre 1.1 et 7.1×10³s⁻¹ [98].

La configuration développée par Dharan et les résultats obtenus sur un aluminium recuit non allié à très haute pureté (99.999%) sont proposés sur la Figure 40. Dans sa configuration, Dharan utilise un projectile Ø50.8mm et 152.4mm de longueur en acier à haute limite élastique (1) qui va impacter un échantillon (2) Ø6.35mm avec des épaisseurs comprises entre 6.35 (pour les vitesses de déformations les plus faibles) et 1.6mm pour les vitesses de déformations les plus grandes. L'échantillon est initialement placé sur une barre d'Hopkinson en alliage de titane de type TA6V4 Ø8.12×285mm traité à une limite élastique en quasi statique de 1170MPa. La détermination du comportement du matériau dans son étude est déduite des mesures effectuées sur la barre d'Hopkinson en postulant que la vitesse de l'impacteur reste constante pendant tout l'essai.

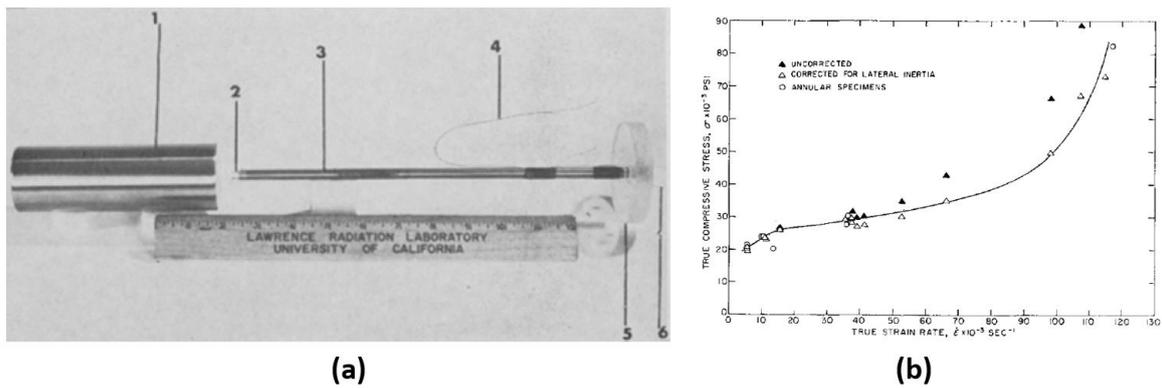


Figure 40 : Configuration utilisée par Dharan [94]; Synthèse des limites d'écoulement en compression (0-620MPa) à $\epsilon=20\%$ obtenues entre 5.0×10^3 et $1.2 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ pour un aluminium recuit à haute pureté (99.999%)

Vis-à-vis de l'affinement des microstructures au sein du LSPM, l'utilisation d'un poids tombant avec les travaux d'Abdul-Latif et Dirras [9][10] a initié ce volet dynamique de production de matériau en augmentant l'affinement de poudres d'aluminium nanométriques préagglomérées par méthode HIP avec une tour de chute et un poids tombant (Figure 41). Le matériau initialement à grains micrométriques ($\sim 2000 \text{ nm}$ mesure TEM) a montré une diminution de la taille moyenne à $\sim 500 \text{ nm}$ (mesure TEM).

Ce dispositif dynamique a ensuite été utilisé pour une méthode Top-Down à partir d'un aluminium massif non allié de très grande pureté (99.9993%) sur des échantillons $\text{Ø}10 \times 20 \text{ mm}$ impactés à 10 m/s par un poids de 20 kg à température ambiante. Le matériau initialement à grains micrométriques ($\sim 3000 \text{ nm}$) a montré une diminution de la taille moyenne à l'échelle nanométrique ($\sim 225 \text{ nm}$ en DRX). Des clichés MET réalisés sur un même échantillon ont montré 3 types de microstructures distinctes générées lors du procédé dynamique en méthode Top-Down (Figure 42) : structures en cellules de dislocations, structures de grains et sous-grains équiaxes avec désorientations croissantes au niveau des joints et grains partiellement recristallisés. Une comparaison visuelle directe des clichés MET avec les deux méthodes montre tout l'intérêt d'utiliser la méthode dynamique à partir de matériaux massifs pour produire cet affinement de microstructure.

Leszczyńska-Madej [98], dans des travaux similaires avec poids tombant, a étudié des échantillons $\text{Ø}10.0 \times 12.5 \text{ mm}$ de cuivre non allié à grande pureté (99.99%) à une déformation vraie de 38% et une vitesse de déformation $175\text{-}270 \text{ s}^{-1}$. Ces travaux ont montré des résultats similaires en termes de morphologies de microstructure à l'exception de l'absence de cellules de recristallisation contrairement à l'aluminium (Figure 43).

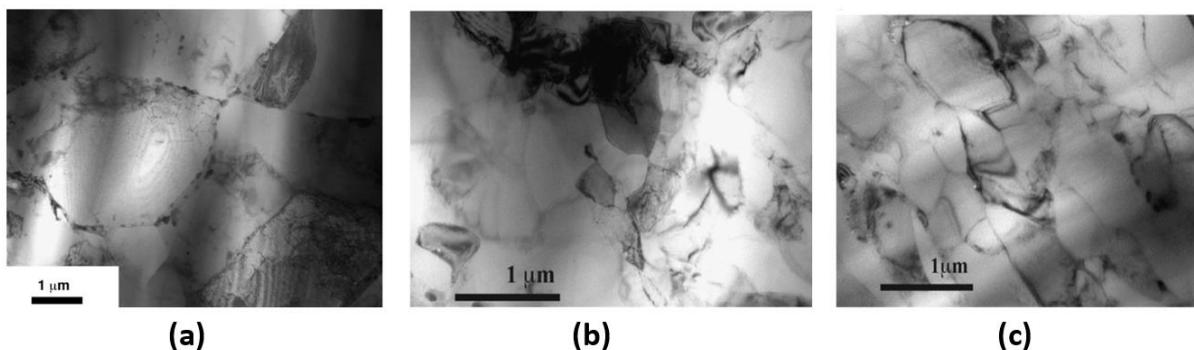


Figure 41 : Illustrations MET des échantillons produits à partir de poudres d'aluminium agglomérées par HIP (a) puis post DSPD à 280 s^{-1} dans le sens de l'impact (b) et dans la direction orthogonale (c) [9]

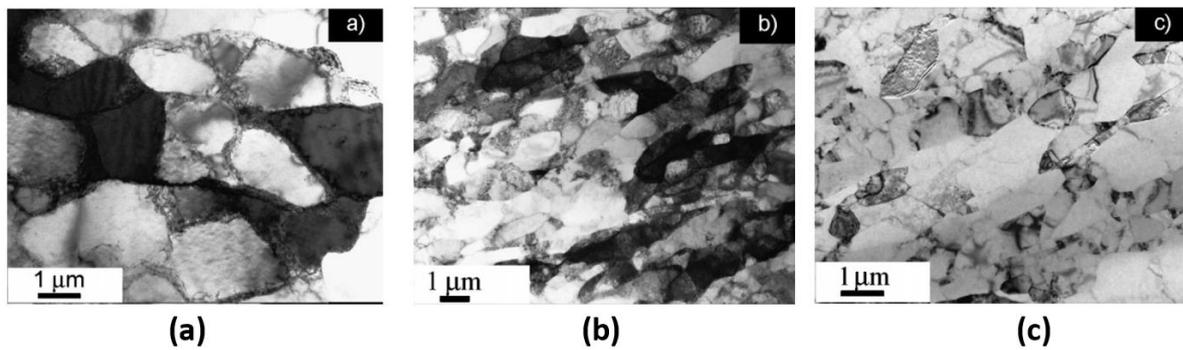


Figure 42 : Illustrations MET des 3 types de microstructures dans un échantillon d'aluminium post impact dynamique : (a) Structures en cellules de dislocations (b), structures de grains et sous-grains équiaxes avec désorientations croissantes au niveau des joints et (c) et structures à grains ultrafins avec recristallisation dynamique partielle [10]

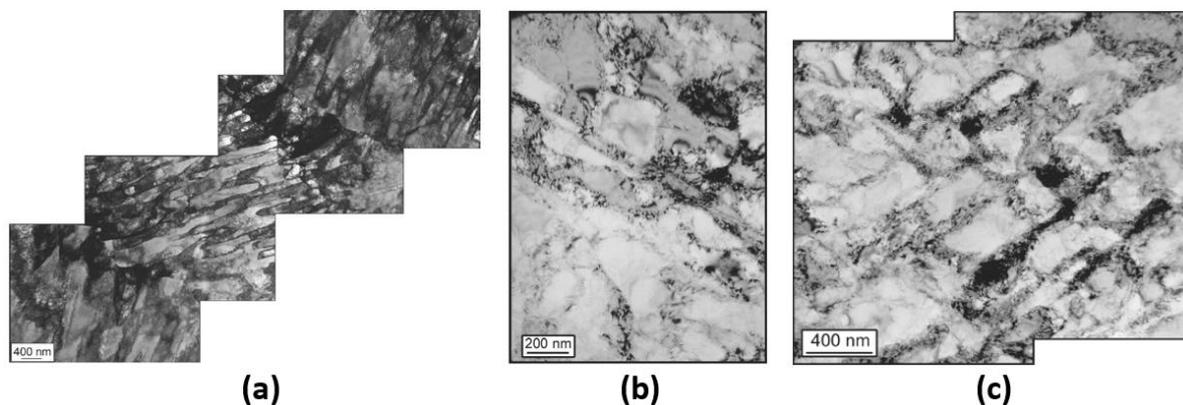


Figure 43 : Illustrations MET des microstructures dans un échantillon de cuivre post impact dynamique : (a) paquets de cellules en microbandes et microbandes de cisaillement, (b) structure en cellules dans des microbandes larges et (c) et structure à grains ultrafins avec recristallisation dynamique partielle [98]

Dans la continuité des travaux effectués avec poids tombant sur du cuivre, Li [100] a investigué l'influence d'un recuit sur la microstructure et le comportement mécanique de cuivre nanostructuré par compression en DPD sous azote liquide à $\epsilon=200\%$. L'image MET de la Figure 44-a montre un exemple après un recuit de 10min à 140°C . Les grains recristallisés dépourvus de dislocations internes par cette méthode quasi statique (SRX pour Static Recrystallisation) sont entourés de nanograins et de reliquat d'amas de nanomacles (entourées en pointillés et indicés avec la lettre T sur l'image). Une comparaison des populations de grains entre l'état post DPD et après SRX à 140 ou 200°C pendant 10 minutes est proposée sur le graphique de la Figure 44-b. Ce dernier indique la coexistence des nanograins et des grains recristallisés de petites dimensions après le traitement à 140°C tandis que la totalité des grains est recristallisée à 200°C . Les courbes d'écoulement obtenues à différentes températures de recuit sont proposées sur la Figure 45-a, le point blanc sur chaque courbe indique la valeur de l'allongement uniforme obtenue pour chaque essai. Ces courbes montrent la latitude du recuit post-DPD pour obtenir la courbe d'écoulement adéquate par rapport à l'application visée. La Figure 45-b compare cette association DPD sous azote liquide avec production de nanograins + recuit par rapport à la méthode quasi statique à température ambiante avec formation de grains ultrafins en affichant les couples limite d'écoulement/déformation uniforme atteignable avec ces deux méthodes. Les deux courbes de tendances indiquent clairement les caractéristiques supérieures de la méthode DPD.

Les essais avec poids tombants sont limités à environ 10m/s et l'utilisation des barres d'Hopkinson permet l'investigation des vitesses de déformation plus élevées comme introduit en début de paragraphe.

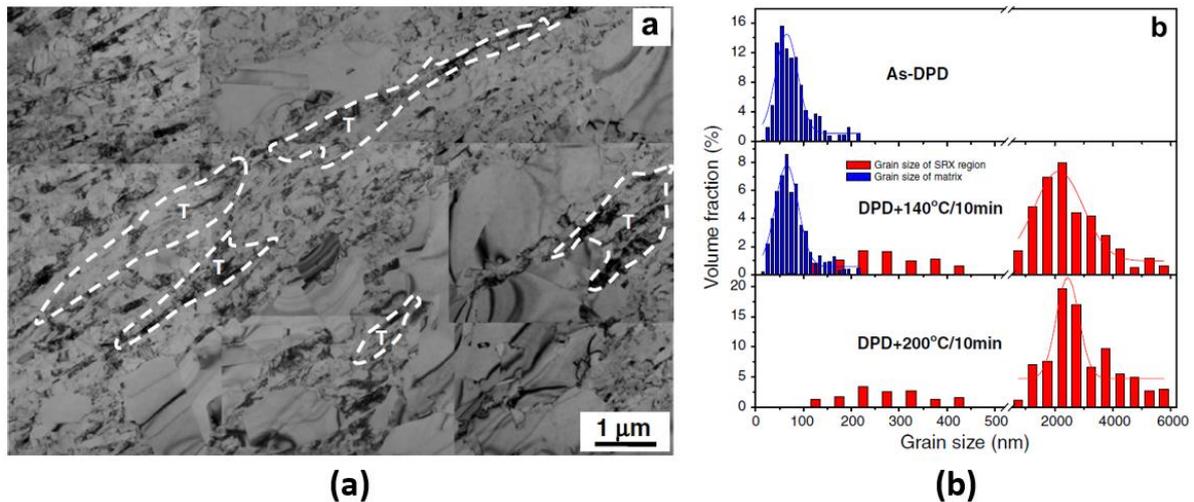


Figure 44 : Images MET d'un cuivre soumis à un DPD sous azote liquide à $\epsilon=2$ après recuit avec présence d'amas de nanoclusters résiduelles (a) et effet d'une SDX après un DPD sur du cuivre (b) [100]

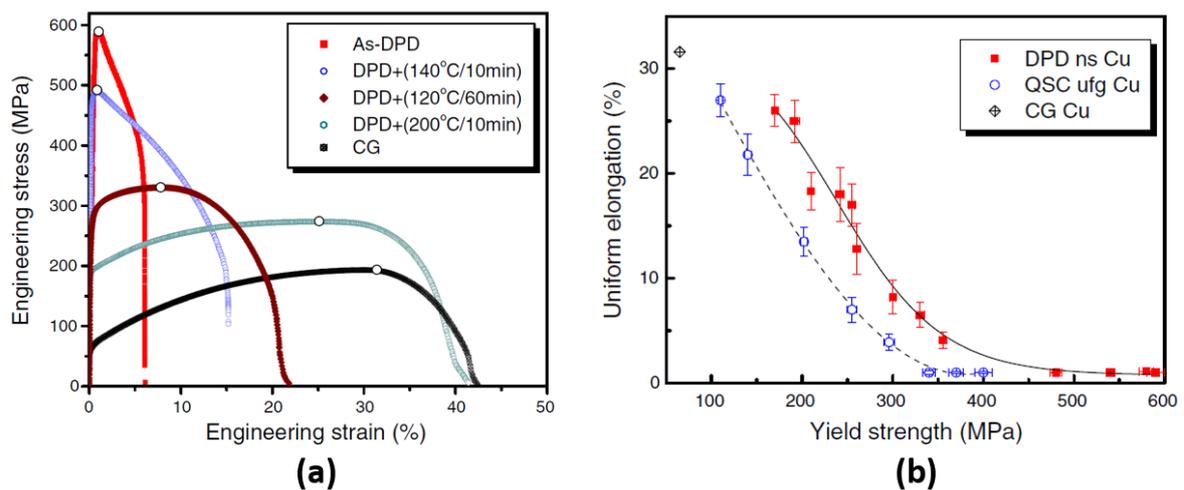


Figure 45 : Influence des paramètres d'un recuit post-DPD sous azote liquide à $\epsilon=2$ sur la courbe d'écoulement d'un cuivre (a) et synthèse des couples limite élastique / déformation uniforme atteints avec DPD sous azote liquide (nanograins)+ recuit et quasi statique (grains ultrafins) (b) [100]

Par rapport à ces essais d'impact direct sur barres d'Hopkinson, deux types de configurations sont réalisables, l'une basée sur les effets inertiels et l'autre sur un régime de propagation des ondes de compression (Figure 46, [42]). Pour la première, l'impacteur (4) a une masse suffisamment importante et son inertie bien plus grande que le travail élastoplastique à fournir pour déformer l'échantillon (1). Dans cette configuration, la vitesse d'écrasement est considérée comme constante pendant tout l'essai. Cette vitesse associée à la mesure effectuée sur la jauge de déformation (3) pendant tout l'essai permet de déterminer la courbe d'écoulement du matériau à partir des dimensions initiales de l'échantillon ainsi que du diamètre et des propriétés élastiques de la barre d'Hopkinson (2). Dernier point différenciant de cette configuration par rapport à l'autre c'est l'accroissement monotone et continu de la vitesse de déformation pendant tout l'essai puisque cette dernière est obtenue en divisant la vitesse du projectile (constante) par l'épaisseur courante de l'échantillon. Des courbes obtenues pour un cuivre avec cette configuration inertielle sont proposées sur la Figure 47. Dans la seconde configuration, l'impacteur a le même diamètre que la barre d'Hopkinson et sa masse est plus réduite. Sa vitesse

décline au fur et à mesure de l'essai de par les aller-retour des ondes générées à l'interface impacteur-échantillon qui, en atteignant la face arrière de l'impacteur, contribuent à son ralentissement. Cette seconde configuration nécessite en plus de la première la mesure de la décélération de l'impacteur en fonction du temps pour extraire la loi de comportement. L'évolution de la vitesse de déformation dans ce cas varie pendant tout l'essai et sa forme est liée à l'ensemble des paramètres de l'essai.

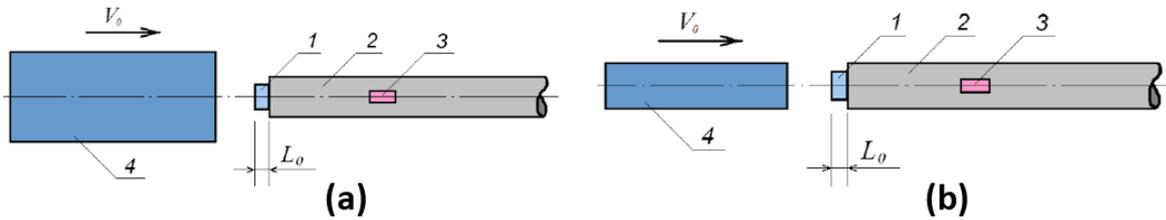


Figure 46 : Illustration des deux configurations d'impact direct sur barres d'Hopkinson avec inertie d'impacteur très importante par rapport à la réponse élastoplastique de l'échantillon (a) et impacteur de masse réduite dont l'inertie est de l'ordre de grandeur du travail plastique (b) [42]

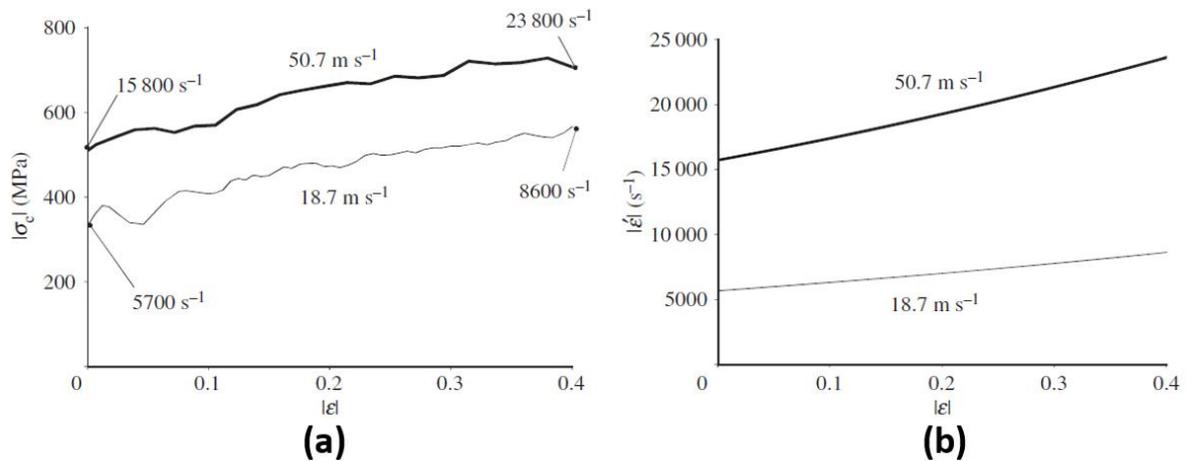


Figure 47 : Courbe d'écoulement et évolution de la vitesse de déformation déduite de deux essais de compression en impact direct sur barre d'Hopkinson sur un cuivre impacté à deux vitesses différentes (18.7 et 50.7m/s) dans une configuration de type inertiel [65]

Au sein du LSPM, des travaux effectués en impact direct sur une barre d'Hopkinson (en collaboration avec H. Couque, Nexter Munitions) sur du nickel de structure CFC [8] [101] et du zinc de structure HCP [8][103] ont permis d'évaluer cette méthode dynamique dont une illustration de la configuration initiale est proposée sur la Figure 48. Pour le nickel, des échantillons $\varnothing 9 \times 5$ mm ont été impactés à 10.9, 28.2 et 70.9 m/s ce qui donnait des vitesses de déformation initiales respectivement de 2.2×10^3 , 5.6×10^3 et $10.4 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ [101].

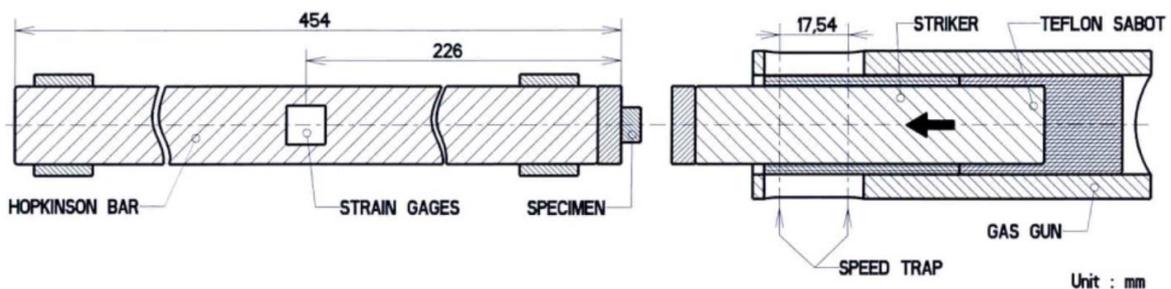


Figure 48 : Illustration de la configuration d'impact direct sur barre d'Hopkinson utilisée [8] [103]

Les figures de pôle inverse des grains issues des analyses EBSD de ces échantillons, comparées à l'état initial, sont proposées sur la Figure 49 (détails de leurs analyses à consulter dans [101]). Globalement les images indiquent une évolution de la microstructure avec l'augmentation de la vitesse. À l'état initial les grains sont équiaxes, de formes régulières sans axes prédominants et avec quelques réseaux de macles. Leurs orientations se décalent de plus en plus vers une direction $\langle 110 \rangle$, les grains présentent des formes de plus en plus allongées au fur et à mesure que la vitesse augmente jusqu'à 28.2 m/s. À 70.9 m/s la microstructure est très proche de l'état initial et les analyses complémentaires ont montré que ces grains présentaient des signes de restauration/recristallisation.

Les diagrammes de répartitions des désorientations et une analyse des nanoduretés mesurées à l'état initial et aux états déformés sont présentés sur la Figure 50. Les résultats de nanoduretés, même s'ils ne remplacent pas de réelles mesures de limite d'écoulement, indiquent cependant qu'il n'est pas en soi absolument nécessaire d'impacter trop vite, car l'apparition des phénomènes de restauration/recristallisation dynamique peut annihiler une partie des effets induits dans la microstructure (densité de dislocations et textures notamment) et ce faisant amoindrir les gains escomptés en termes de capacité d'érouissage (limite d'écoulement, contrainte maximale ...).

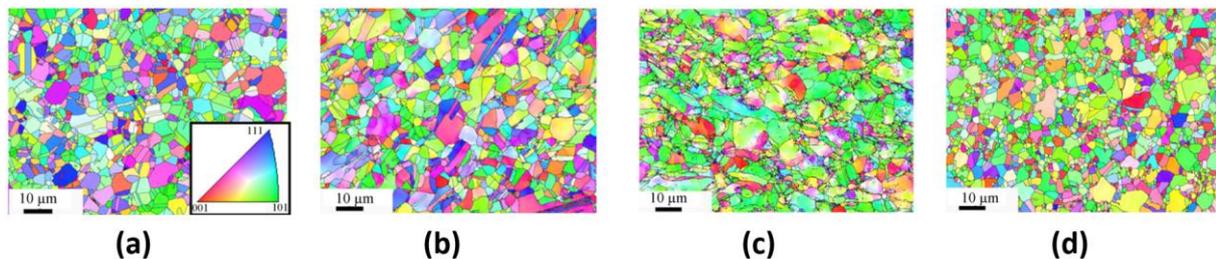


Figure 49 : Carte EBSD de figures de pôle inverse des grains dans les échantillons de nickel à l'état initial (a) et impactés à 10.9 (b), 28.2 (c) et 70.9 m/s (d) [101]

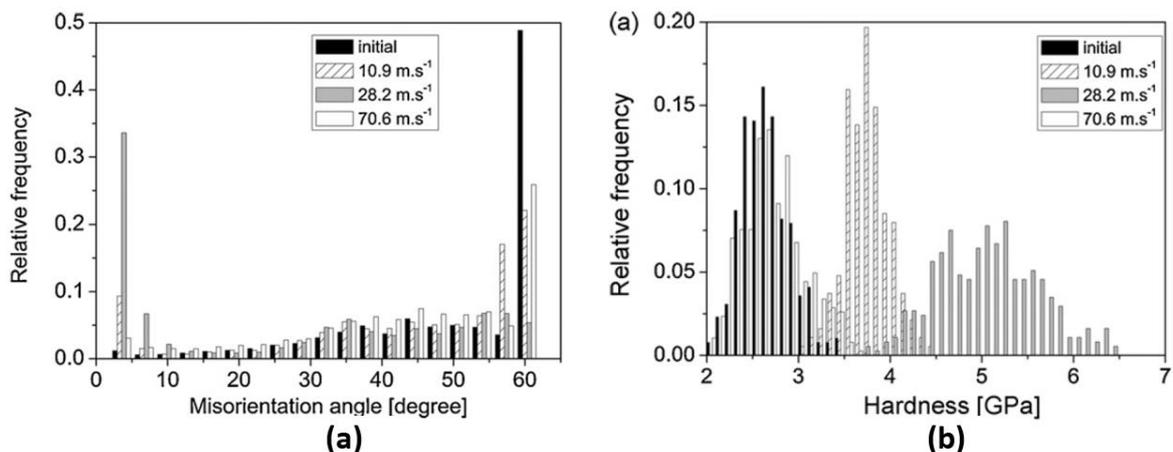


Figure 50 : Évolution des désorientations (a) et de nanoduretés (b) mesurées à l'état initial et aux trois vitesses d'impact réalisées [101]

Ouarem [8] et Dirras [103] ont également constaté un point important lors de leurs investigations sur le Zn dans une configuration similaire vis-à-vis de la non-uniformité des microstructures entre le centre et la périphérie de l'échantillon lors d'un essai réalisé à 28.9 m/s sur un échantillon $\varnothing 6 \times 3.3$ mm déformé à une déformation axiale vraie de 3.9. Les illustrations de la Figure 51 montrent des cartographies des joints de grains (trait noir, $\Theta > 15^\circ$) et des sous-joints de grains entre 5 et 15° (trait vert) et $< 5^\circ$ (trait rouge). Les images montrent distinctement que le procédé diminue bien la taille moyenne des grains, mais les analyses à cœur et en périphérie ont montré deux types de structures avec des grains plus gros dans le centre qu'en

périphérie. L'image (b) montre les deux types de microstructures observées dans la zone de transition sur le Zn impacté.

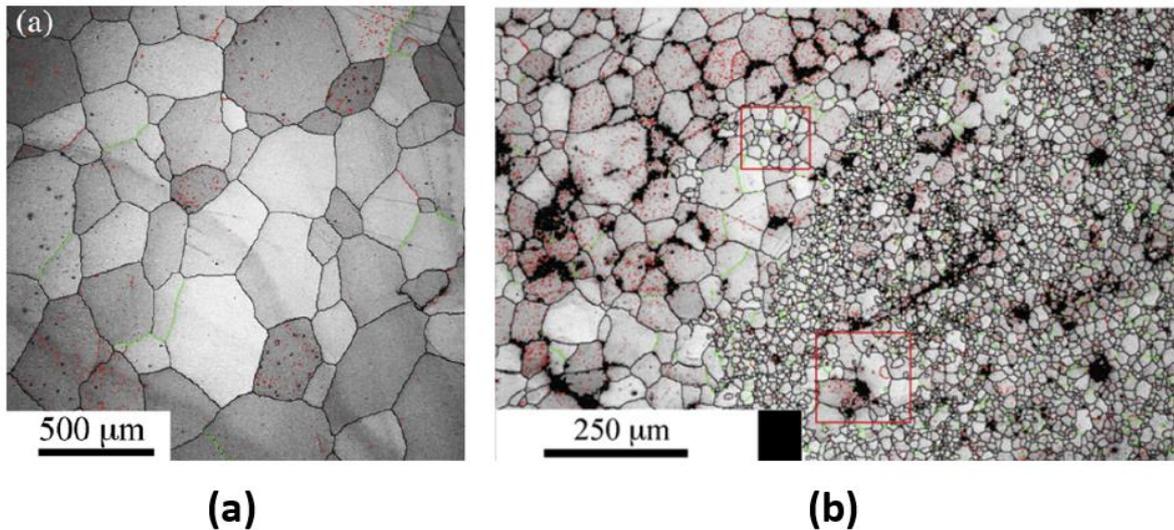


Figure 51 : Cartographie des grains (traits noirs, $\Theta > 15^\circ$) et sous-joints de grains ($5^\circ > \Theta > 15^\circ$ en traits verts et $\Theta < 5^\circ$ en traits rouges) à l'état initial (a) et vue à la frontière entre les deux microstructures du centre et de la périphérie de l'échantillon après l'impact dynamique (b) [103]

La Figure 52 montre des images MET après impact en périphérie (a), dans la zone intermédiaire (b) et au cœur de l'échantillon (c) et (d). La couronne extérieure montre des grains sans dislocations internes (a) contrairement à la zone intermédiaire qui contient des dislocations isolées ainsi que des empilements de dislocations (b). Au centre, les grains de plus grandes dimensions contiennent des segments droits de dislocations (c) ainsi que des boucles de dislocations (d). L'origine de ces différences serait, d'après analyses, liée à l'état de contrainte / déformation ainsi qu'aux champs de températures différentes entre le centre et la périphérie de l'échantillon : le cœur n'aurait subi qu'une restauration tandis que la périphérie serait recristallisée.

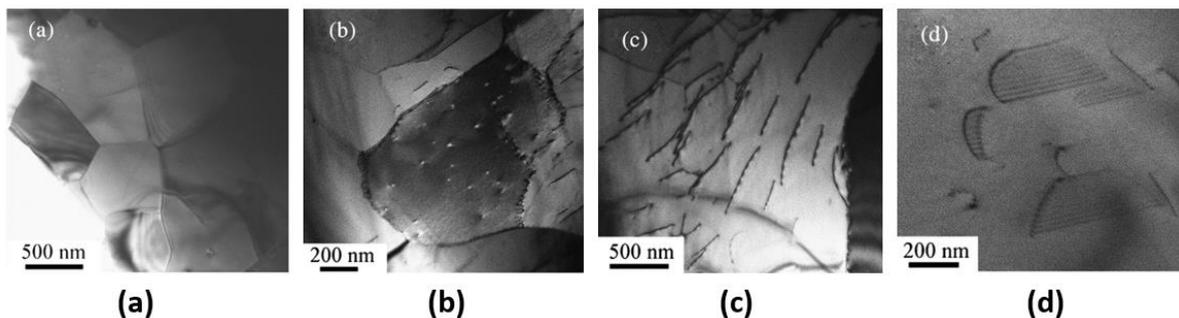


Figure 52: Images MET du Zn après impact direct à 28.9m/s en périphérie (a), à un rayon intermédiaire (b) et au centre (c) et (d) [103]

Pour conclure, on peut comparer à l'échelle macroscopique, les résultats obtenus avec cette méthode d'impact direct (poids tombant à température ambiante multi-impact jusqu'à une déformation cumulée de 1.8) aux méthodes SPD quasi statiques vues précédemment (HPT et ECAP) à l'aide des travaux de Tian [104] sur un alliage de cuivre avec 8% d'argent ayant été préalablement forgé à 450°C puis recuit 10h à 450°C. La Figure 53 présente des vues MET ainsi que les répartitions statistiques de tailles de grains de ces trois configurations (la vue MET du HPT est prise à 3.5 mm du centre du disque Ø10 mm produit). Les images MET montrent des structures relativement similaires avec des bandes de grains allongés, le procédé HPT y

associant en plus des grains équiaxes. Les valeurs $\overline{d_w}$ sur les répartitions de tailles de grains indiquent la distance moyenne entre les bandes de grains allongés pour chaque configuration. Les courbes d'écoulement conventionnelles ainsi que la limite d'écoulement quasi statique en fonction de la microdureté des 3 méthodes sont proposées sur la Figure 54. La méthode DPD donne des résultats proches de l'ECAP même si le taux d'écrouissage post-limite élastique présente une chute d'écrouissage plus importante que l'ECAP.

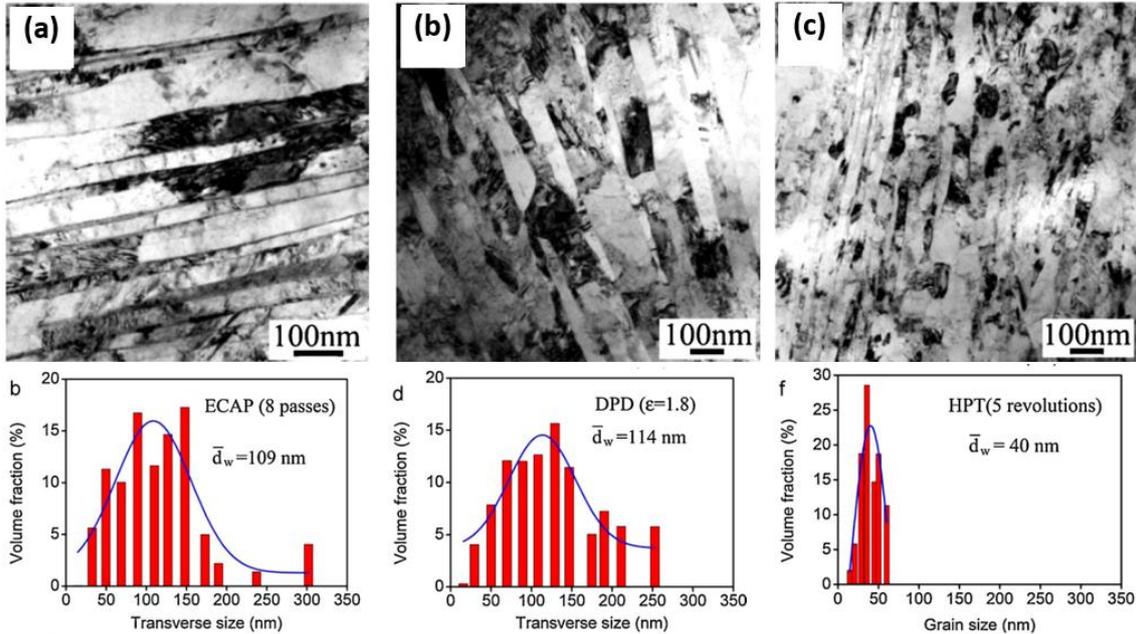


Figure 53 : Images MET et distribution statistique des tailles de grains obtenus un alliage de cuivre à 8% d'aluminium (en masse) par ECAP 8 passes (a), multi impacts DPD à température ambiante pour $\epsilon_{cumul\acute{e}}=1.8$ (b) et 5 tours HPT (c) (retranscrit de [104])

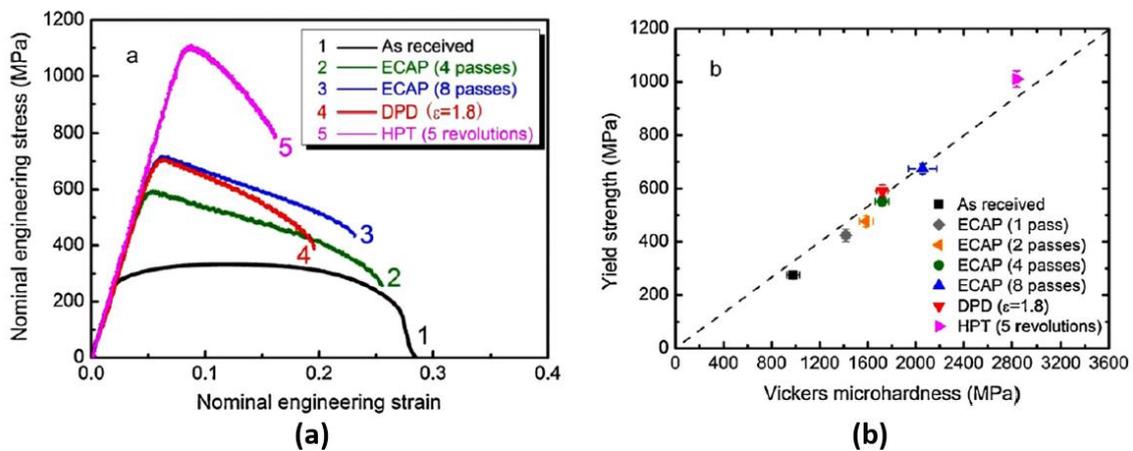


Figure 54 : Comparaison ECAP (4 et 8 passes sur $\varnothing 20 \times 100 \text{mm}$), HPT (5 tours sur $\varnothing 10 \times 0.8 \text{mm}$) et multi impacts DPD à température ambiante ($\varnothing 17.1 \times 21.6 \text{mm}$ initial) sur un alliage biphasique Cuivre-Argent Cu8%Ag après forgeage à 450°C et recuit 10h à 450°C [104]

6. Simulations numériques

La simulation numérique des procédés de mise en forme conventionnelle, par méthodes SPD ou des procédés d'élaborations basées sur les grandes déformations avec effets de vitesse permet entre autres d'en optimiser les conditions d'élaboration ou d'accéder à des grandeurs in situ que l'expérience ne peut pas atteindre telles que la température, le niveau local de plasticité, l'angle de Lode ou la triaxialité. Ces simulations sont effectuées soit avec des logiciels spécifiques tels que FORGE, FormCAM, Ansys-Polyflow, DEFORM 2D/3D (Figure 55) ou

bien avec des logiciels dits « généralistes » comme Abaqus, Ansys, Radioss, LSDYNA ou IMPETUS. Ces derniers, de par le nombre croissant d'utilisateurs et leurs caractères multiphasiques utilisés dans de nombreuses thématiques, leur permettent d'appréhender et de simuler ces méthodes SPD aussi bien en régime quasi statique que dynamique.

Dans le domaine dynamique, les simulations sont basées principalement sur trois types de méthodes qui dépendent de la façon dont la matière est représentée ou plutôt discrétisée en sous-parties :

- Formulation Lagrangienne : la matière est découpée en sous-volumes et le maillage suit le déplacement de la matière. Les contours des pièces sont bien représentés (à la finesse du maillage près), mais le suivi de ce maillage dans le cas de grands cisaillements, de grandes déformations ou de courbures importantes (dans le cadre de passage à travers de filières par exemple) peut être numériquement complexe à réaliser,
- Formulation Eulérienne : le maillage est fixe et c'est la matière qui flue au travers de ce maillage. Cette méthode de calcul permet de retranscrire les grandes déformations, et autres flux à l'intérieur des pièces calculées, mais les contours de ces pièces et la finesse locale de maillages nécessaire pour la bonne détermination de ces gradients est parfois très (voire trop) importants en regard des capacités de calculs compatibles pour un usage industriel.
- Formulation sans maillage : la matière est représentée par des amas de points matériels (ou des nœuds de calculs) et c'est la distance entre ces points qui permet de déterminer l'évolution de l'ensemble des grandeurs physiques via des algorithmes de calculs spécifiques. La méthode SPH (pour Smooth Particles Hydrodynamics) est particulièrement efficace pour les problèmes où l'évolution de la densité pilote le comportement et à contrario les phénomènes à fort cisaillement ainsi que la prise en compte des conditions aux limites sont des points sensibles de cette méthode de résolution même si des solutions hybrides se développent de plus en plus pour coupler les méthodes SPH aux solveurs Lagrangiens par exemple.

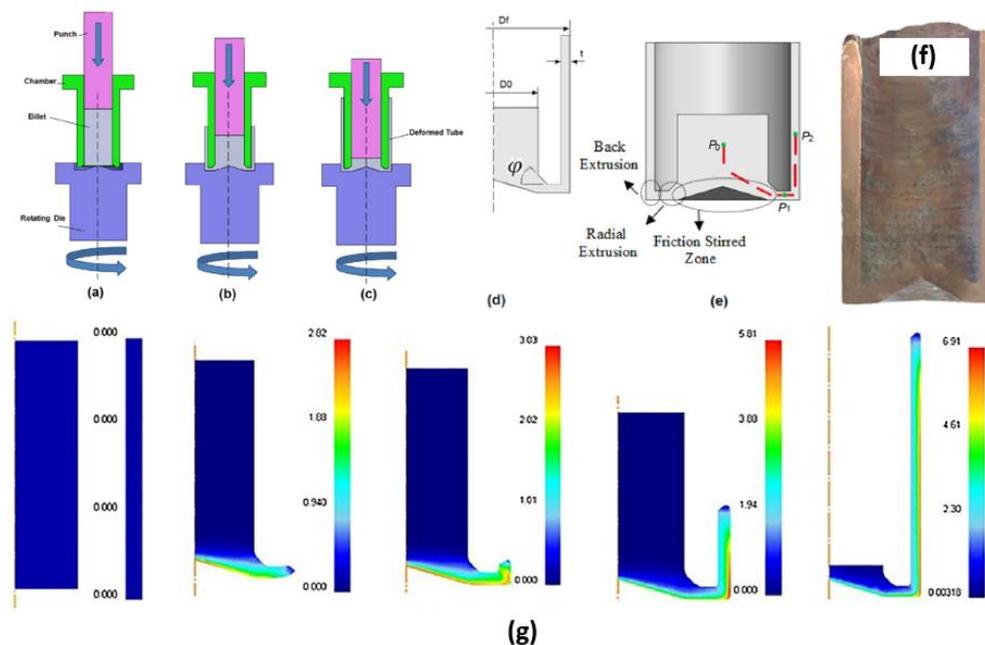


Figure 55 : Fonctionnement (a) à (e), échantillon en cuivre élaboré par procédé FSREB (Friction Stir Radial Back Extrusion) (f) et déformations plastiques pendant le procédé calculées avec DEFORM (g) [105]

Un exemple d'utilisation d'un logiciel aux éléments finis pour l'optimisation des paramètres d'élaboration est proposé sur la Figure 56 avec la reproduction en numérique d'un procédé d'extrusion torsadée sur un alliage d'aluminium A1100 non allié avec une loi de type Hollomon ($\sigma_y=75\epsilon^{0.17}$) [106]. Dans ce cas précis, la simulation permet d'évaluer l'effet de la

contre-pression et du frottement sur le maintien du contact de la pièce dans la filière ainsi que de l'évolution de la triaxialité et de l'angle de Lode dans différentes sections de la filière.

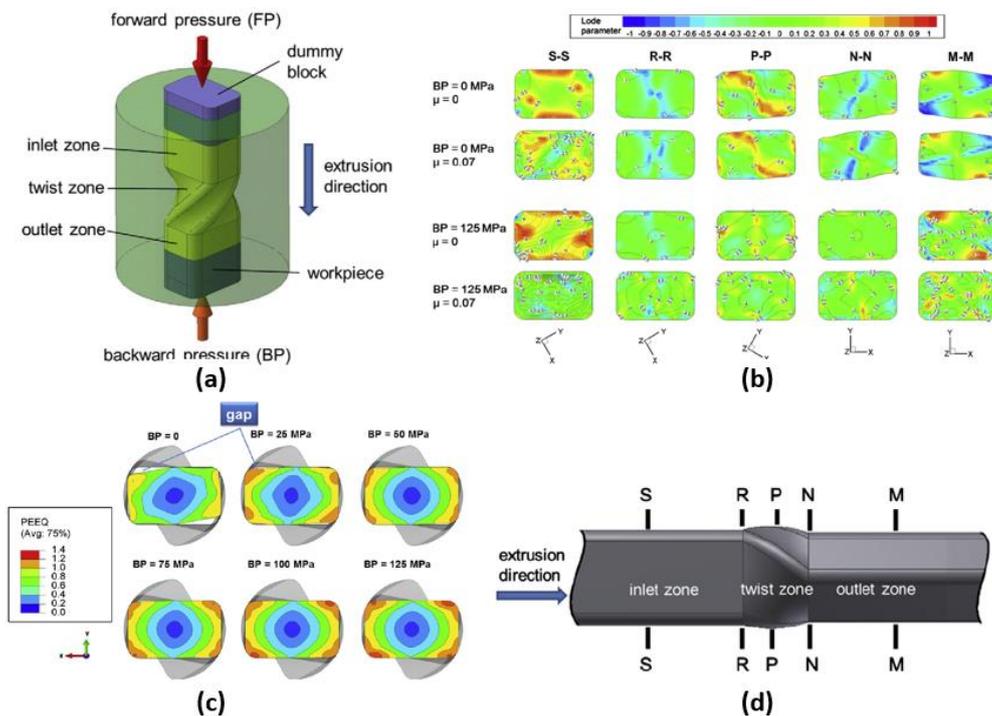


Figure 56 : Simulation d'un procédé d'extrusion torsadée sur un alliage Al1100 pour l'optimisation des conditions d'opérations frottement et contre-pression (BP sur les illustrations) et analyse de l'homogénéité de l'état des contraintes (angle de Lode et triaxialité) dans les différentes sections de la filière (S-S à M-M) [106]

Les simulations EDCAP réalisées avec ANSYS-LSDYNA [93] avec une équation d'état de type Mie-Gruneisen associée à une loi de comportement Johnson Cook ont montré que l'élévation de température était plus importante en périphérie des grains qu'à cœur de ces derniers (Figure 57). La principale raison de cette orientation du flux thermique de l'extérieur vers l'intérieur est illustrée sur la Figure 58 : les champs de contrainte (a) et de déformation (b), une fois l'onde de choc passée, sont plus importants en périphérie des grains qu'au cœur de ces derniers ce qui de facto génère plus de température lors de la conversion travail mécanique – travail thermique. La température moyenne prise au cœur de 100 grains (T) est comparée à la température théorique d'accroissement de la taille des grains (T_G) postulée à $0.28T_M$ d'après l'auteur avec T_M déterminée suivant la loi de Simon (Cf. [93]). T étant inférieure à T_G alors la méthode permet de générer et de conserver les grains nanométriques observés par DRX.

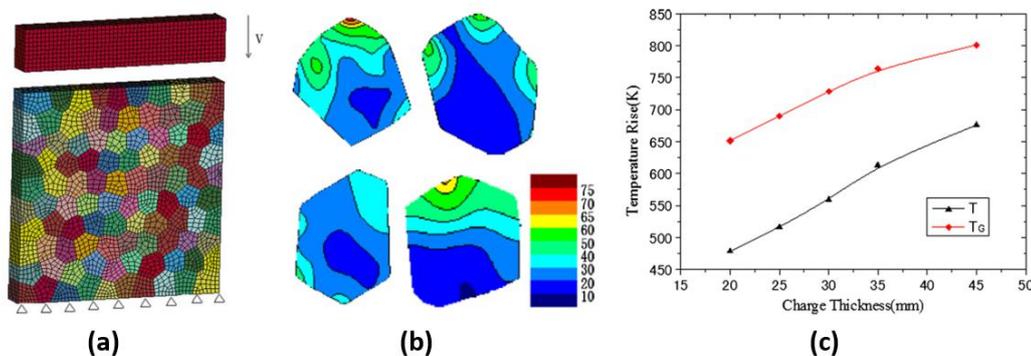


Figure 57 : Simulation d'EDCAP [93] avec le maillage utilisé (a), Champs de température calculés dans les grains (b) et Évolution des Températures moyennes des grains (T_G) et de la température théorique de grossissement des grains déterminée à $0.28T_M$ d'après l'auteur [93] en fonction de l'épaisseur d'explosif (c)

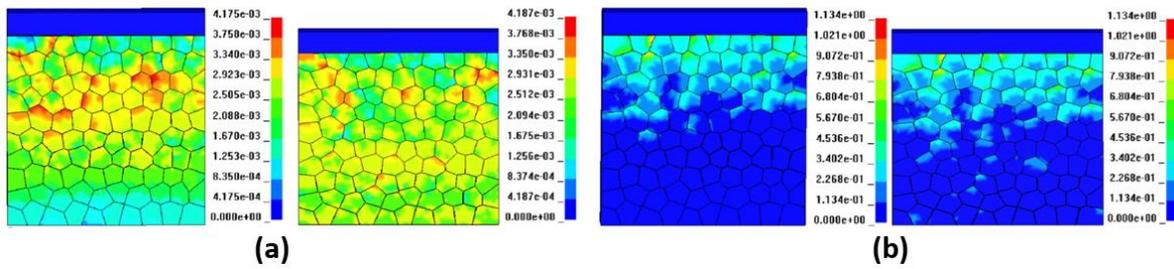


Figure 58 : Simulation EDCAP : Champ de contrainte (a) et de déformation (b) pris à deux instants de la phase de compression dynamique [93]

Le dernier exemple de développement de modèle numérique est proposé sur la Figure 59 avec une simulation multi échelles: macro avec une méthode de résolution sans maillage, méso avec le modèle de Taylor et prise en compte éventuelle de recristallisation et micro avec un modèle de plasticité cristalline. La simulation réalisée pour un seul cycle d'ECAP sur 36 cœurs en parallèle présente un temps de simulation d'environ 3 jours en utilisant une discrétisation locale avec schéma temporel adaptatif dans les zones aux plus forts gradients ce qui permet d'effectuer des calculs à l'échelle méso voire à l'échelle micro si nécessaire. Ce temps est supérieur à 23 jours si les phénomènes de recristallisation sont pris en compte. La taille des grains n'est pas une variable interne gérée par la simulation, mais une résultante déterminée à partir de la variation du volume fini qui est une grandeur intrinsèque du calcul.

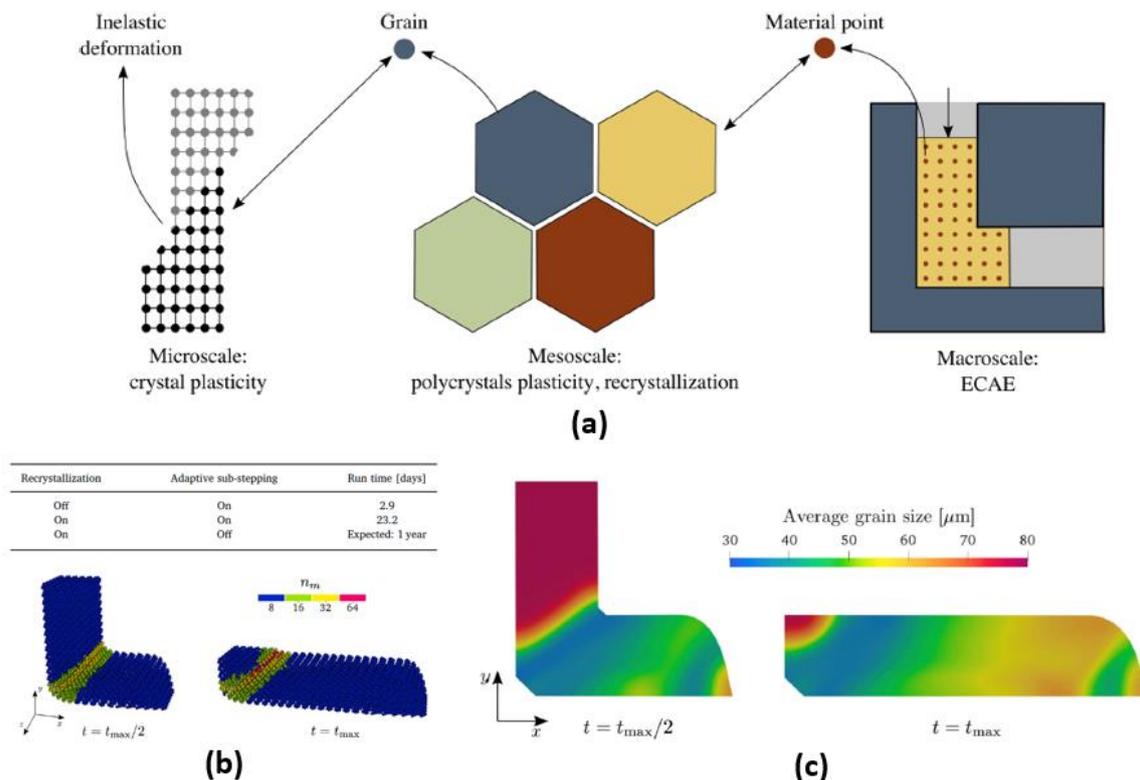


Figure 59 : Simulations d'un procédé ECAP avec une approche multiéchelles (a), et illustrations des sous-cycles de calculs pour les calculs méso-micro (b) et évolution de la taille des grains dans l'échantillon à mi-parcours et en fin de cycle (c) [107]

Dans le cadre de cette thèse, les simulations numériques sont effectuées en dynamique rapide avec le logiciel de dynamique explicite LSDYNA et un solveur à formulation lagrangienne. Les informations issues de ces simulations sont utilisées :

- dans un premier temps pour recalibrer les paramètres des lois de comportement des matériaux élaborés à l'aide des dimensions post-élaborations et des mesures dynamiques macroscopiques effectuées en cours d'essais (cf. paragraphe 2.3),
- dans un second temps, à l'instar des illustrations de la Figure 58 pour accéder aux grandeurs in situ (températures, vitesses de déformations, déformations plastiques ...) avec leurs évolutions temporelles pour compléter les analyses microstructurales des matériaux post-élaboration.
-

7. Synthèse de l'état de l'art

La première partie de cet état de l'art a permis de présenter les matériaux métalliques support de ces travaux de recherche en commençant par une présentation du cuivre et ses alliages qui vont servir de supports à ces travaux de recherche.

La deuxième partie de l'état de l'art a introduit la notion d'affinement de la microstructure ainsi que des effets de vitesses et de physique des chocs qui interviennent lors de l'élaboration des matériaux dans le cadre des « élaborations par impact direct. Une présentation de quelques lois de comportements qui sont utilisées pour reproduire le comportement mécanique des matériaux aussi bien en régime quasi statique que dynamique a été effectuée. Parmi tous ces modèles, le modèle empirique multiplicatif de Johnson – Cook a été choisi pour reproduire les élaborations réalisées en impact direct et apporter un complément d'analyse in situ virtuelle que l'expérience ne peut pas encore faire.

Une introduction succincte des méthodes de déformations plastiques en régime sévère qui permettent l'affinement de la microstructure a été réalisée (troisième partie) avant un recensement dédié spécifiquement aux méthodes dynamiques et à la méthode d'impact direct dans la quatrième partie.

Pour conclure ce chapitre, des exemples de simulations utilisées pour reproduire des applications SPD et de grandes déformations avec effets de vitesses ont été proposés pour illustrer les capacités et les limites de ces outils numériques qui permettent d'améliorer la compréhension voire d'optimiser les conditions d'élaboration de ces configurations.

Le prochain chapitre est dédié à la description des techniques expérimentales et numériques utilisées dans le cadre de cette thèse.

Bibliographie du chapitre I

- [15] C. Fizanne-Michel, “Les alliages à mémoire de forme, une nouvelle famille de matériaux”, Metalblog.ctif.com, 8 juillet 2018
- [16] J.R. Davis et coll., “Copper and Copper Alloy”, ASM Specialty Handbook, Edited by Davis Associates, (2001)
- [17] G. Murry, “Aide-mémoire Métallurgie – Métaux Alliages Propriétés”, 2^e édition, Dunod - L’usine Nouvelle, (2010)
- [18] “Engineering Metals and Alloys”, Engineering Materials Laboratory, Aalto University Finland, (2017)
- [19] Z.Y. Wang et coll., “Competitive effect of stacking fault energy and short-range clustering on the plastic behavior of Cu-Ni alloys”, *Mat. Sci. & Eng. A*, vol. 679, p484-492, (2017)
- [20] A. Szkliniarz et coll., “Microstructure of hot-deformed Cu₃-Ti alloy”, *Arch. Metall. Mater.*, vol. 61, n°1, p347-352, (2016)
- [21] I. Altenberger et coll., “Material properties of high-strength beryllium-free copper alloys”, *Int. J. Materials and Product Technology*, vol. 50, N°2, p124-146, (2015)
- [22] F.J. Humphreys et coll., “Recrystallization and related annealing phenomena”, Pergamon Press, Oxford, (1995)
- [23] G. Benchabane, “Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers”, Université Mohammed Khider, Biskra, thèse de doctorat soutenue le 11 Novembre 2009
- [24] J. Barbery, “Traitements thermiques du cuivre et de ses alliages”, techniques de l’ingénieur M1295 V2, (1991)
- [25] V. Lebreton, “Étude métallurgique et optimisation de la fabrication d’alliages à base de cuivre coulés en continu”, Mines Paris, thèse de doctorat soutenue le 29 Juin 2007
- [26] J.W. Cahn, “Spinodal decomposition”, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 242, p166-190, (1968)
- [27] F. Findick, “Modulated (Spinodal) Alloys”, *Periodicals of Engineering and natural sciences*, Vol.1, N°1, (2013)
- [28] B. Alili et coll., “On the discontinuous precipitation reaction and solute redistribution in a Cu-15%Ni-8%Sn alloy”, *Materials Characterization*, vol. 59, p1526-1530, (2008)
- [29] R.F. Need et coll., “The effects of equal channel angular extrusion on the mechanical and electrical properties of alumina dispersion-strengthened copper alloys”, *Materials Science & Engineering A*, vol.565, p450-458, (2013)
- [30] E.O. Hall, “The Deformation and Ageing of Mild Steel : III Discussion of Results.”, *Proc. Phys. Soc. London B.*, (1951)
- [31] N.J. Petch, “The Cleavage Strength of Polycrystals.”, *J. Iron Steel Res Int* 175, vol 25, (1953)
- [32] S. Cheng et coll., “Strength and tension/compression asymmetry in nanostructured and ultrafine-grain metals”, *Acta Materiala*, Vol.51, p4505-4518, (2003)
- [33] M. Dao et coll., “Toward a quantitative understanding of mechanical behavior of nanocrystalline metals”, *Acta Materiala* vol. 55, p4041-4065, (2007)
- [34] G. Saada et G. Dirras, “Chapter 90 Mechanical Properties of Nanograined Metallic Polycrystals”, *Dislocations in Solids*, pp. 199–248, (2009)
- [35] S. Brandstetter et coll., “From Micro- to Macroplasticity”, *Adv. Mater.* 18, p1545, (2006)
- [36] M. Kumar et coll., “Deformation of electrodeposited nanocrystalline nickel”, *Acta Materiala*, Vol. 51 ; p387-405, (2003)

- [37] H. Conrad, "Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in Cu", *Materials Science & Engineering A*, vol.341, p216-228, (2003)
- [38] S. Queck et coll., "The inverse Hall-Petch relation in nanocrystalline metals: a discrete dislocation dynamics analysis", *Journal of the Mechanics and Physics of solids*, Vol. 88, p252-266, (2016)
- [39] P. Hérel et coll., www.thiot-ingenierie.com/fr/expertise-en-physique-des-chocs/
- [40] B. Hopkinson, "A method for measuring the pressure produced in the detonation of high explosives or by the impact of bullets", *Phil. Trans. R. Soc. Lon.*, A.213, p437-456, (1914)
- [41] H. Kolsky, "An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading", *Proceeding of Physical Society*, Vol.62B (London), p676, (1949)
- [42] A.M. Bragov et coll., "Use of Hopkinson method and its modifications in the USSR and Russia", in: *Hopkinson Centenary Conference Cambridge, UK*, Ed. By Stefan Hiermaier, p69-99, (2014)
- [43] D.R. Curran et coll., "Linking dynamic fracture to microstructural processes", in: *Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Metals* Ed. By M. A. Meyers & L.E. Murr, Plenum Press, p129-167, (1981)
- [44] K.T. Ramesh., "High Rates and Impact Experiments", in: Sharpe W. (eds) *Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics*, p929-960, (2008)
- [45] E. Orowan, "Problems of plastic gliding", (1940)
- [46] P. Gumbsch et coll., "Driving force and nucleation of supersonic dislocations", *Journal of Computer-aided Materials Design*, Vol.6, p137-144, (1999)
- [47] C.J. Ruestes et coll., "Probing the character of ultra-fast dislocations", *Nature Scientific reports* 5:16892 DOI:10.1038/srep16892, (2015)
- [48] M.A. Meyers, "Dynamic Behavior of Materials", *Wiley Online Library*, (1994)
- [49] P.S. Follansbee et coll., "The transition in drag-controlled deformation in copper at high strain rates", in *Mechanical properties at high rates of strain* (ed J. Harding), *Conference series*, n°.70, London, UK: Institute of Physics, p71-80, (1984)
- [50] C. Zener et J.H. Hollomon, "Effect of Strain Rate upon Plastic Flow of Steel", *Journal of applied Physics*, vol. 15, p23-32, (1944)
- [51] Y.S. Li et coll., "Effect of the Zenner-Hollomon parameter on the microstructure and mechanical properties of Cu subjected to plastic deformation", *Acta Materialia*, vol. 57, p761-772, (2009)
- [52] Y. Zhang et coll., "Effect of stacking fault energy, strain rate and temperature on microstructure and strength of nanostructured Cu-Al alloys subjected to plastic deformation", *Acta Materialia*, vol. 59, p6048-6058, (2011)
- [53] M.A. Meyers et coll., "The effect of grain size on the High-Strain, High-Strain-Rate Behavior of Copper", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 26A, p2881-2893, (1995)
- [54] O. Lurdos, "Lois de comportement et recristallisation dynamique : approches empirique et physique", *École Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne*, thèse de doctorat soutenue en 2008
- [55] P. Ludwick, *Element der Technologischen Mechanik*, Springer, (1909)
- [56] J.H. Hollomon, "Tensile deformation", *Trans. AIME*, vol. 162, p268-290 (1945)

- [57] E. Voce, "The relationship between stress and strain for homogeneous deformation", *J. Inst. Metals*, Vol. 74, p537-"Dislocation mechanics based constitutive relations for material dynamics calculations"562, (1948)
- [58] H.W. Swift, "Plastic instability under plane stress", *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 1, p1-18, (1952)
- [59] G.R. Cowper et P.S. Symonds, "Dislocation mechanics based constitutive relations for material dynamics calculations", *Tech. Rep.*, Division of Applied Mathematics, Brown University, Providence, RI, USA, (1952)
- [60] L.E. Malvern, "Plastic wave propagation in a bar of material exhibiting a strain-rate effect", *Quart. Appl. Math.*, Vol. 8, p405-411, (1951)
- [61] G. R. Johnson et W. H. Cook. In: *Proc. 7th International Symposium on Ballistics*, p541-547 (1983)
- [62] J. Litonsky, *Bulletin de l'Académie Polonaise des sciences*, vol25, (7), (1977)
- [63] T. Vinh et coll., "Mechanical Behavior of Materials", K.J. Miller, R.F. Smith, Pergamon Press, Oxford & New York, (1980)
- [64] H. Zhao et G. Gary, "The testing and behavior modelling of sheet metals at strain rates from 10^{-4} to 10^5 s $^{-1}$ ", *Mater. Sci. Engn.*, A207 (1), p46-50, (1996)
- [65] H. Couque et coll., "A modified Johnson-Cook model for strain rates ranging from 10^{-3} to 10^4 s $^{-1}$ ", *J. Phys. IV*, vol. 134, p87-93, (2006)
- [66] A. Molinari et R. Clifton, "Localisation de la déformation viscoplastique en cisaillement simple: résultats exacts en théorie non linéaire", *Comptes Rendus Académie des sciences*, II, 296, p1-4, (1983)
- [67] R. Liang et coll. , "A critical review of experimental results and constitutive models for bcc and fcc metals over a wide range of strain rates and temperatures", *Int. Journal of Plasticity*, 5 (9), p963-980, (1999)
- [68] F. J. Zerilli, R. W. Armstrong, "Dislocation mechanics based constitutive relations for material dynamics calculations", *J. Appl. Phys.* 61 [5], p1816-1825 (1987)
- [69] A. Le et coll., "A modified Zerilli-Armstrong constitutive model to predict hot deformation of 20CrMo alloy steel", *Materials and design*, Vol 56, p122-127, (2014)
- [70] G.Z. Voyiadjis et F.H. Abed, "Microstructural based models for bcc and fcc metals with temperature and strain rate dependency", *Mechanics of Materials*; Vol. 37 (2-3), p355-378 (2005)
- [71] J.R. Klepaczko, "Thermally activated flow and strain rate history effects for some polycrystalline f.c.c. metals", *Materials Science and Engineering*, vol. 18 (1), p121-135, (1975)
- [72] J.R. Klepaczko et coll., "On rate sensitivity of f.c.c. metals, instantaneous rate sensitivity and rate sensitivity of strain hardening", *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, vol. 34 (1), p29-54, (1986)
- [73] J.R. Klepaczko, "A practical stress-strain-strain rate-temperature constitutive relation of the power form", *Journal of Mechanical Working technology*, vol. 15 (2), p143-165, (1987)
- [74] D.J. Steinberg, S.G. Cochran, M.W. Guinan, "A constitutive model for strain rate from 10^{-4} to 10^6 s $^{-1}$ ", *Journal de Physique Colloques*, Vol. 49 (3), (1988)
- [75] P.S. Follansbee et U.F. Kocks, "A constitutive description of the deformation of copper based on the use of the mechanical threshold stress as an internal state variable", *Acta Metallurgica*; Vol. 36 (1), p81-93 (1988)
- [76] D.L. Preston, D.L. Tonks et D.C. Wallace, "PTW materials model", *Rapport technique*, Los Alamos National Laboratory, (1992)
- [77] D.L. Preston, D.L. Tonks et D.C. Wallace, "Model of plastic deformation for extreme loading conditions", *J. Appli. Phys.* Vol. 93, p211-220, (2003)

- [78] U.F. Kocks, "Laws for work-hardening and low-temperature creep", *J. Eng. Mater. Tech. – Transactions of the ASME*, vol. 98, p76-85, (1976)
- [79] H. Mecking et U.F. Kocks, "Kinetics of flow and strain-hardening", *Acta Metall.*, vol. 29 (11), p1866-1875, (1981)
- [80] Y. Bergström, "A dislocation model for the stress-strain behavior of polycrystalline α Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations", *Materials Science and Engineering*, vol. 5 (4), p193-200, (1970)
- [81] Y. Bergström et W. Roberts, "The application of a dislocation model to dynamical strain ageing in α Fe containing interstitial atoms", *Acta Metallurgica*, vol. 19 (8), p815-823, (1971)
- [82] Y. Bergström et W. Roberts, "A dislocation model for dynamical strain ageing of α Fe in the jerky-flow region", *Acta Metallurgica*, vol. 19 (11), p1243-1251, (1971)
- [83] Y. Bergström et H. Hallén, "An improved dislocation model for the stress-strain behavior of polycrystalline α Fe", *Materials Science and Engineering*, vol. 55 (1), p49-61, (1982)
- [84] A. Yoshie et coll., "Formulation of static recrystallization of austenite in hot rolling process of steel plate", *Trans. ISIJ*, vol. 27, p425-431, (1987)
- [85] A. Laasraoui et J.J. Jonas, "Prediction of flow stresses at high temperatures and strain rates", *Met. Trans.*, vol. 22A, p1545-1558, (1991)
- [86] A. Babei et coll., "Tubular pure copper grain refining by tube cyclic extrusion-compression (TCEC) as severe plastic deformation technique", *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 24, p623-630, (2014)
- [87] E.V. Shorokhov et coll., "High-Speed Deformation of Metallic Materials Using Channel Angular Pressing for Producing an Ultrafine-Grained Structure", *Russian Metallurgy*, Vol. N°4, p323-327, (2010)
- [88] I.V. Khomskaya et coll., "Application of Dynamic Channel-Angular Pressing for the Production of Nanostructured Copper and Brass", *Russian Metallurgy*, N°4 p292-299, (2013)
- [89] D.K. Qi et coll., "Macrodeformation twinning in a textured aluminum alloy via dynamic equal channel angular pressing", *J. Materials Science*, Vol.54, p4314-4324, (2019)
- [90] D.K. Bonora et coll., "Numerical simulation of Dynamic Tensile extrusion Test of OFHC Copper", *J. Dynamic Behavior mater.*, Vol.1, p136-152, (2015)
- [91] M. Hörnqvist et coll., "Deformation and texture evolution of OFHC copper during dynamic tensile extrusion", *Acta Materiala*, Vol.89, p163-180, (2015)
- [92] Wang et coll., "Fabrication of Nanocrystalline Copper by Explosive Loading and its Dynamic Mechanics Properties", *Combustion, Explosion, and Shock Waves*, Vol.47, p369-373, (2011)
- [93] J. Wang et coll., "Study on the effect of temperature rise on grain refining during fabrication of nanocrystalline copper under explosive loading", *Appl. Phys. A*, vol113, p771-777, (2013)
- [94] C.K.H. Dharan et F.E. Hauser, "Determination of stress-strain characteristics at very high strain rates", *Exp. Mech.*, Vol. 10, p370-346, 1970
- [95] D.A. Gorham, "Measurement of stress-strain properties of strong metals at very high strain rates", *Inst. Phys. Conf. Ser.* 47, p16-21, (1980)
- [96] J.R. Klepaczko, *Inst. Fund. Tech. Research Polish Ac. Of Sci.*, (2001)
- [97] J.R. Klepaczko, "Advanced in Experimental techniques in materials testing", In *New experimental Methods in material dynamics and impact* (Eds WK Nowacki, JR Klepaczko), p223-265, Warsaw, Poland: Institute of Fundamentals Technology Research Polish Academy of Sciences.

-
- [98] S. Da-Xiang et coll., “Evolution of Θ' precipitate in aluminum alloy 2519A impacted by split Hopkinson bar”, *Materials Sciences & Engineering A*, Vol.620, p241-245, (2015)
- [99] B. Leszczyńska-Madej et coll., “Microstructure and properties of dynamically compressed copper Cu99.99”, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol. 39, Issue 1, p35-42, (2010)
- [100] Y.S. Li et coll. “Effect of thermal annealing on mechanical properties of a nanostructured copper prepared by means of dynamic plastic deformation”, *Scripta Materiala*, Vol.59, p475-478, (2008)
- [101] G. Dirras et coll., “Fine-grained nickel deformed by direct impact at different velocities: Microstructure and mechanical properties”, *Materials Sciences & Engineering A*, Vol.527, p4128-4135, (2010)
- [102] H. Couque et coll., “EFP simulations with Johnson Cook models”, *Proceeding of the 23rd International Symposium of Ballistics*, Tarragona, p255-262, (2007)
- [103] G. Dirras et coll., “Microstructure and nanohardness distribution in a polycrystalline Zn deformed by high strain rate impact ”, *Materials Sciences & Engineering A*, Vol.62, p480-487, (2011)
- [104] Y.Z. Tian et coll., “Comparison of microstructures and mechanical properties of a Cu-Ag alloy processed using different severe plastic deformation modes”, *Materials Science and Engineering A*, Vol.528, p4331-4336, (2011)
- [105] H. Jafarzadeh et coll. “Friction Stir Radial Backward Extrusion (FSRBE) as a new grain refining technique”, *Archives of Civil Mechanical Engineering*, Vol. 18, p1374-1385, (2018)
- [106] M.I. Latypov et coll. “Finite element analysis of plastic deformation in twist extrusion”, *Computational Materials Science*, Vol. 60, p194-200, (2012)
- [107] S. Kumar et coll. “A meshless multiscale approach to modeling severe plastic deformation of metals: Application to ECAE of pure copper”, *Computational Materials Science*, Vol. 173, 109329, (2020)

Chapitre II : Techniques expérimentales et numériques

Introduction

Les techniques expérimentales et numériques utilisées pour élaborer les matériaux dynamiquement, pour caractériser leurs comportements mécaniques post-élaboration et pour reproduire voire anticiper leurs comportements sont détaillées dans les paragraphes suivants.

Le premier paragraphe est consacré à la description des installations qui ont permis l'élaboration des disques en régime dynamique à $\sim 15\text{s}^{-1}$ avec une presse dynamique hydraulique et entre 2000 et 4500s^{-1} par impact direct avec un lanceur à gaz.

Dans un deuxième temps ce sont les essais mécaniques réalisés sur les matériaux aux états initiaux et après élaborations dynamiques qui seront détaillés (essais de compression et de micro-traction).

Dans le troisième paragraphe, ce sont les techniques d'investigations microstructurales qui seront développées (EBSD et DRX).

Le quatrième et dernier paragraphe est consacré à la partie numérique mise en place dans le cadre de la thèse pour la méthode dynamique d'élaboration par impact direct. Ces investigations numériques permettent entre autres d'accéder à l'évolution de grandeurs physiques in situ et locales non-accessibles expérimentalement.

1. Élaborations en régime dynamique des matériaux

1.1. Introduction

La Figure 60 montre que vis-à-vis des procédés utilisés dans le monde industriel, que la méthode d'impact direct se place en termes de vitesses entre le marteau – pilon (largement implantés [108]) et les procédés dits « exotiques » qui utilisent soit les explosifs soit l'électromagnétisme pour déformer les matériaux à des vitesses de déformations supérieures à 10^5s^{-1} ([109]).

L'impact direct explore donc une gamme de vitesse de déformation comprise entre 10^3 et 10^4s^{-1} ce qui nécessite, pour les dimensions des disques à élaborer, des vitesses d'impact entre 20 et 100 m/s.

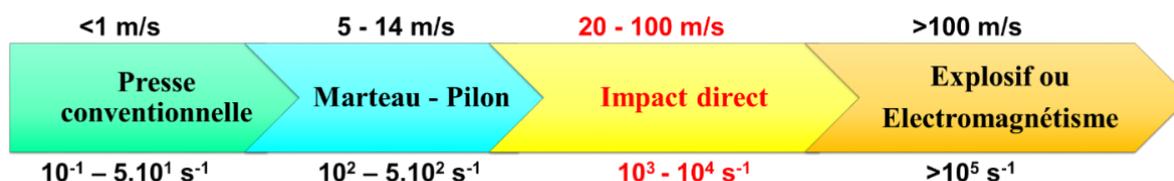


Figure 60 : Position de la méthode d'élaboration dynamique par impact direct par rapport aux autres méthodes d'élaboration [108] [109]

Les procédés d'élaboration décrits ci-après ont été réalisés sur des moyens d'essais du laboratoire de physique des chocs de THIOT INGÉNIERIE.

1.2. Élaboration avec la presse dynamique (gamme 10 – 20s^{-1})

1.2.1. Présentation du moyen et des mesures associées

Des élaborations dynamiques ont été effectuées à l'aide de la presse JUPITER en version hydraulique à des vitesses de déformations comprises entre 11 et 17s^{-1} pour évaluer les effets de la vitesse de déformation dans une gamme de vitesses proches du pilon. Une description complète de la presse est renvoyée en Annexe C en fin de rapport. Cette configuration est identique à celle mise en œuvre lors de l'élaboration dynamique par impact direct avec le lanceur THOR qui sera décrite dans le paragraphe 1.3 avec une transposition d'un mode

horizontal à un mode vertical du système complet d'enclume (cf. Figure 61) sur la presse dynamique JUPITER. Cette rotation permet la mise en place de l'enclume sur le capteur d'effort de la presse, l'échantillon se positionnant entre le dessus de l'enclume et la face inférieure du vérin. Pour la presse hydraulique et contrairement à l'élaboration par impact direct, l'échantillon est initialement en contact entre le vérin et l'enclume. Une graisse à base de silicone pour joint torique (Molykote™ 55) est utilisée pour annihiler au maximum les frottements entre ces pièces et assurer une déformation homogène des échantillons lors de leurs expansions radiales. La pièce porte échantillon est composée d'un disque d'acier équipé en face avant d'une couronne elle-même en acier. Le diamètre et la hauteur de cette couronne correspondent à la déformation axiale maximale ciblée de l'échantillon, en considérant une déformation cylindrique isochore. Des illustrations de la presse dynamique JUPITER en version hydraulique sont proposées sur la Figure 62, sa description complète est renvoyée en annexe. Les métrologies mises en œuvre au cours de ces essais sont les suivantes (descriptions également en Annexe C) :

- Capteur d'effort dynamique HBM de 500 kdaN,
- Capteur de déplacement opto-électronique de marque μ psilon.

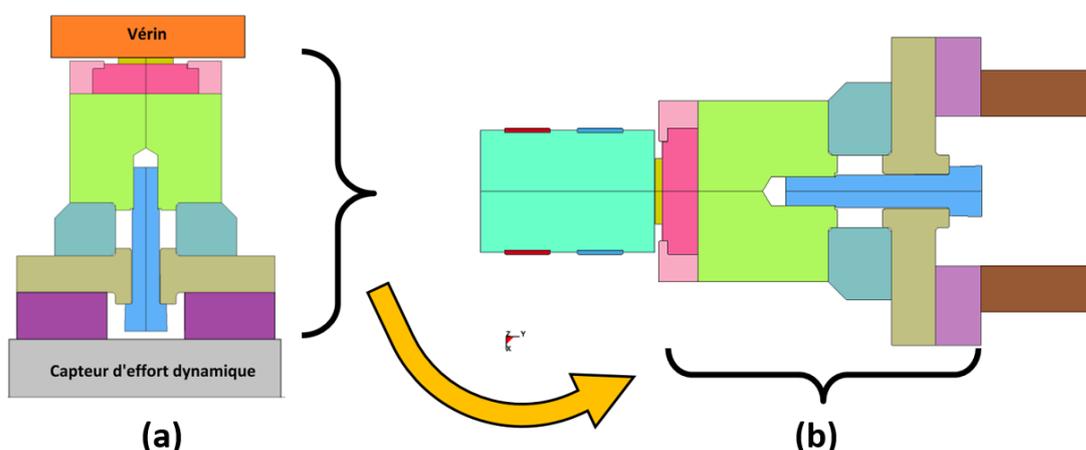


Figure 61 : Transposition du système vertical entre le vérin de de la presse et le capteur d'effort dynamique (a) en configuration horizontale pour les élaborations en impact direct (b)

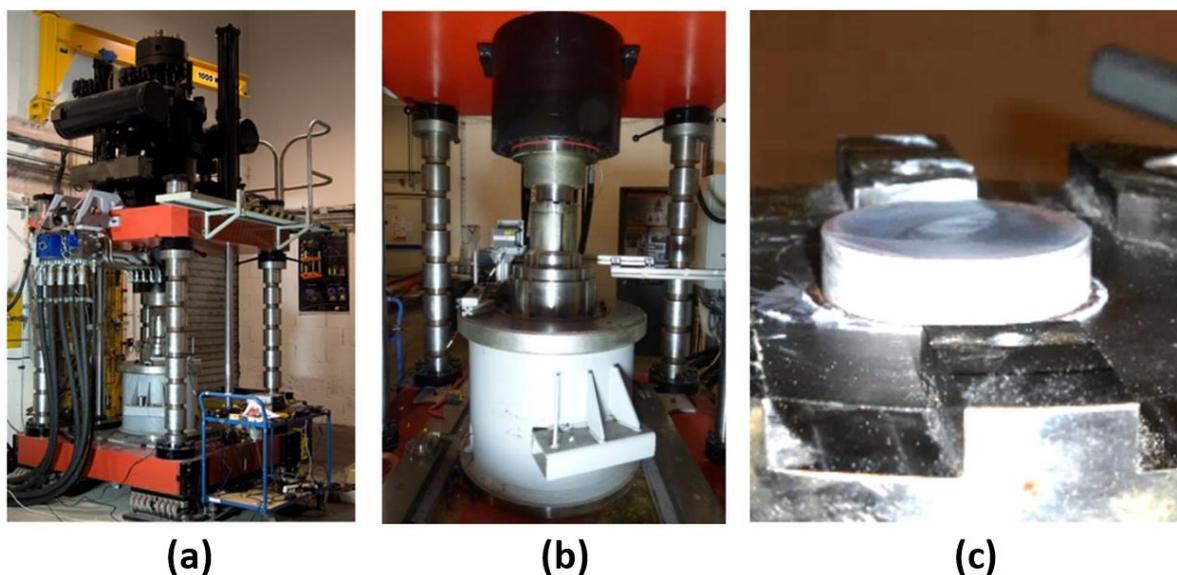


Figure 62 : Presse dynamique : Vue d'ensemble de la configuration (a), détail du capteur d'effort (b) et échantillon mis en place sur l'enclume (c)

1.2.2. Exemples de résultats obtenus

La Figure 63 présente des illustrations du disque en MatA (essai JUH0024) de dimensions initiales $\text{Ø}36.02 \times 12.0\text{mm}$ et finales $\text{Ø}38.25 \times 10.73\text{mm}$ avec une vue de côté et des vues des faces coté piston (H) et coté enclume (B). Les graphiques présentent l'évolution de la contrainte de Von Mises en fonction de la déformation obtenue pour les trois essais réalisés avec le MatA. La zone grisée aux faibles déformations correspond à la phase d'équilibre initiale. Les photographies du disque élaboré révèlent distinctement l'homogénéité de déformation obtenue lors de cette élaboration.

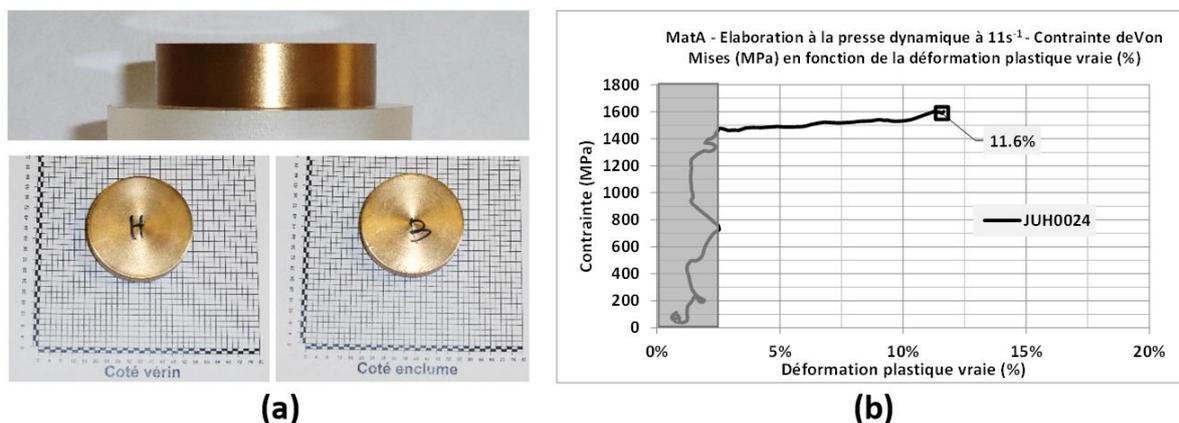


Figure 63 : MatA – Illustrations d'un disque élaboré à la presse JUPITER pour l'essai JUH0024 (a) et contraintes de Von Mises (en MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrée lors de l'élaboration réalisée à la presse dynamique avec le MatA $13 \pm 2\text{s}^{-1}$ (b)

1.3. Élaboration par méthode d'impact direct (gamme $2000 - 4500\text{s}^{-1}$)

1.3.1. Présentation du moyen et des mesures associées

La configuration expérimentale développée pour la réalisation des élaborations en impact direct au sein du laboratoire de physique des chocs de THIOT INGÉNIEURIE est représentée sur la Figure 64. Ces élaborations ont été réalisées avec le lanceur THOR en version 140 mm (cf. Annexe C).

Le fondement de ces essais est de déformer la cible qui constitue le matériau d'étude, par un projectile en acier à haute limite élastique. La pièce porte cible est composée d'un disque d'acier équipé en face avant d'une couronne elle-même en acier. Le diamètre et la hauteur de cette couronne correspondent à la déformation axiale maximale de l'échantillon cible, en considérant une déformation cylindrique isochore. Une vue du dispositif expérimental à la bouche du lanceur THOR est présentée sur la Figure 65. Un réglage opto-mécanique préalable à l'essai permet d'obtenir un défaut maximum d'obliquité à l'impact inférieure à 10 mrad.

Les conditions d'élaboration dépendent du projectile et de l'échantillon à déformer dynamiquement. Pour le projectile ce sont ses propriétés élastiques, sa géométrie / masse et sa vitesse initiale qui sont les 3 principaux paramètres qui vont permettre de moduler le mode d'élaboration tandis que pour l'échantillon ce seront ses dimensions et sa loi d'écoulement.

Les métrologies mises en œuvre au cours de ces essais sont les suivantes (descriptions détaillées dans l'Annexe C consacrée aux moyens d'élaboration et de mesures) :

- Vitesse du projectile à l'impact, mesurée au moyen de sondes optiques disposées à la bouche du tube de lancement (système VMS600) avec une erreur de vitesse inférieure à 1%,
- Décélération du projectile, mesurée par interférométrie doppler laser de type vélocimétrie hétérodyne (VH) avec deux têtes de mesure de part et d'autre de l'échantillon suivant le plan horizontal.

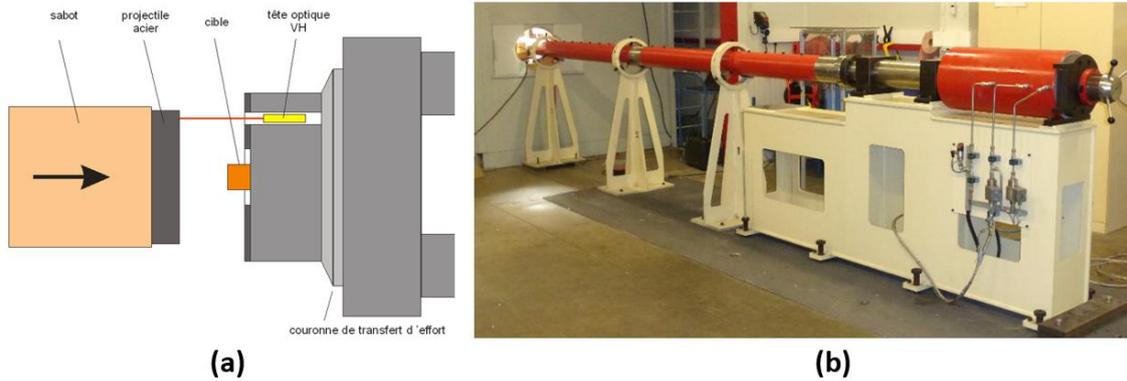


Figure 64 : Schéma de principe de la configuration d'impact direct réalisée (a) et photographie du lanceur pneumatique THOR en version Ø140mm utilisé pendant les élaborations dynamiques (b)

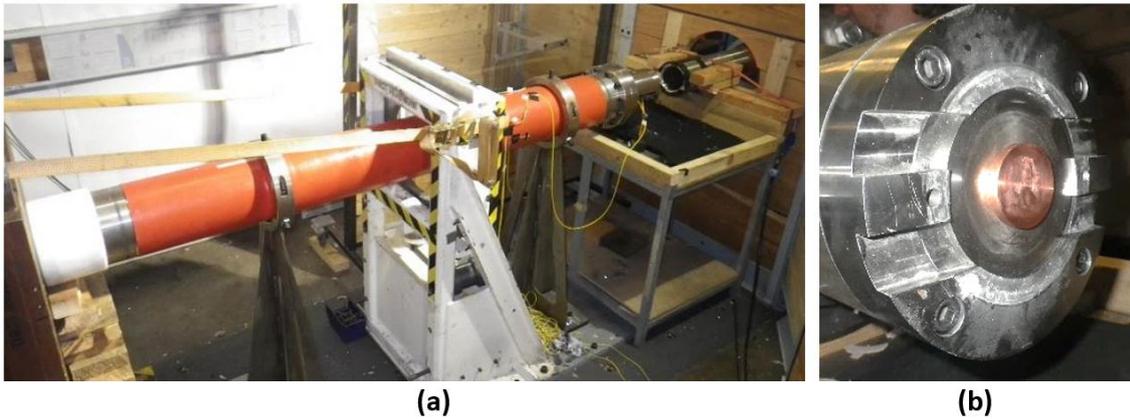


Figure 65 : Photographies du montage expérimental en impact direct coté échantillon (a) et d'un échantillon électrolytique Ø50.0*8.0mm posé sur l'enclume avant déformation à 58% de déformation plastique vraie en impact direct à 6000 s⁻¹ (essai TH044) (b)

1.3.1. Exemples de résultats obtenus

La Figure 66 présente des illustrations du disque en MatA (essai TH0042) de dimensions initiales Ø35.96×12.02mm et finales 39.84×9.83mm avec une vue de côté et des vues des faces coté impact et enclume. Les graphiques présentent l'évolution de la contrainte de Von Mises en fonction de la déformation obtenue déduites de ces deux essais réalisés avec le MatA.

Les photographies du disque élaboré indiquent une déformation homogène, le côté impacté étant très légèrement plus déformé que le côté enclume. L'homogénéité de déformation obtenue lors de cette élaboration et les courbes d'écoulement déduites de ces essais montrent la répétabilité de comportement du matériau aux deux taux de déformation réalisés.

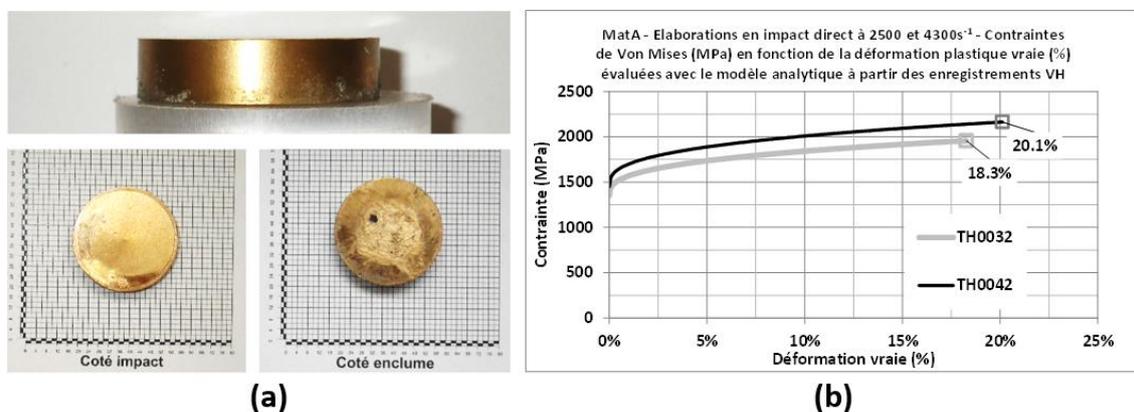


Figure 66 : MatA – Illustrations d'un disque élaboré en impact direct pour l'essai TH0042 (a) et contraintes de Von Mises (en MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déduites des deux élaborations réalisées en impact direct avec le MatA à 2500 et 4300s⁻¹ (b)

2. Caractérisation mécanique pré et post élaboration dynamique

2.1. Introduction

Le principal axe d'amélioration recherché au travers de cette thèse est le gain en conditions sous contraintes de compression axiale et/ou sous pression interne en régime quasi statique et cyclique (machine sous haute pression). Les pièces qui seront issues du procédé d'élaboration dynamique seront des disques dans lesquels seront extraits principalement des anneaux sollicités suivant les deux directions principales orthoradiale Θ et axiale Z dans un repère cylindrique R, Θ, Z tel que symbolisé par les schémas de la Figure 67 ci-dessous.

Pour les fibres orthoradiales (direction Θ) la sollicitation est principalement une sollicitation de traction, pour la direction axiale Z la sollicitation est principalement une sollicitation de compression.

Quantitativement, par rapport au matériau mis en place aujourd'hui, des améliorations supérieures à 25-30% sur les limites d'écoulement à 2% de déformation plastique vraie en traction orthoradiale et en compression axiale permettraient soit d'augmenter les conditions d'utilisations actuelles (pressions plus importantes) soit d'en étendre la durée de vie en réduisant les coûts et temps de maintenance.

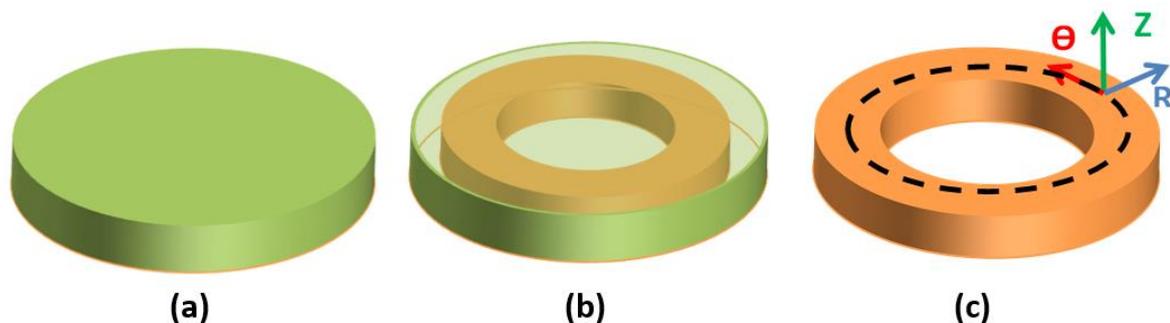


Figure 67 : Illustrations du produit semi-fini (disque élaboré en impact direct) à l'anneau fini : disque élaboré (a) ; prélèvement d'un anneau au cœur d'un échantillon élaboré (b) ; rappel des directions radiale, orthoradiale et axiale en coordonnées cylindriques sur cet anneau (c)

2.2. Prélèvements des éprouvettes dans les disques produits

Les disques élaborés dans les deux configurations (presse et impact direct) ont des dimensions maximales figées par la capacité propre de chaque moyen mis en œuvre. Les paramètres limitants sont par exemple l'énergie disponible (pression motrice presse ou pression initiale dans le réservoir du lanceur simple étage), tenues des pièces soumises aux plus hauts niveaux de sollicitations (sabot, impacteur, enclume ...).

À titre d'exemple, la presse JUPITER dans sa version hydraulique, a une capacité maximale de 2MN ce qui signifie que pour une limite d'écoulement de 1000MPa, elle ne peut écraser au maximum qu'un disque de 50 mm de diamètre.

Pour ce qui est de la configuration par impact direct, en dehors de l'impacteur et de l'échantillon qui subissent directement la contrainte de choc généré aux premiers instants, la vitesse d'impact maximale (et donc la vitesse de déformation maximale pour une épaisseur donnée d'échantillon) est limitée par les limites élastiques des matériaux constituant l'impacteur et l'enclume. L'ensemble de ces critères définissent donc, en fonction de la vitesse de déformation ciblée ainsi que des courbes d'écoulement en dynamique pressenties ou évaluées avec des essais dynamiques en compression préliminaires, les dimensions maximales des disques pouvant être élaborés sur chaque moyen.

Vis-à-vis de la caractérisation mécanique que ce soit pré ou post-élaboration dynamique, la notion de dimensions minimales d'éprouvette par rapport à la taille moyenne des grains est un paramètre supplémentaire à prendre en compte. En effet si l'on considère par exemple une

éprouvette de compression cylindrique, l'effet des grains de surface sera d'autant plus important que le diamètre sera petit (Figure 68-a).

Le graphique de la Figure 68-b montre une comparaison de la contrainte d'écoulement à 5, 10 et 15% de déformation vraie sur un alliage CuNi18Zn20 en fonction de l'épaisseur d'une éprouvette de micro-traction. Cette différence s'explique par le fait que les grains à cœur sont plus retraits en termes de déformation par leurs voisins (via les joints de grains) que les grains de surface : les premiers s'écrouiront plus facilement que les seconds qui pourront accommoder plus facilement la déformation du côté du bord libre [190]. Cette variation de contrainte dans l'épaisseur est illustrée schématiquement sur la Figure 69-a pour deux rapports diamètre de grains / épaisseurs de tôles différents et les conséquences sur des courbes d'écoulement complètes pour un cuivre à 99.99% sont indiqués sur le diagramme de la Figure 69-b. Ces dernières courbes indiquent un seuil entre 10 et 15 grains à partir duquel la contrainte d'écoulement semble établie.

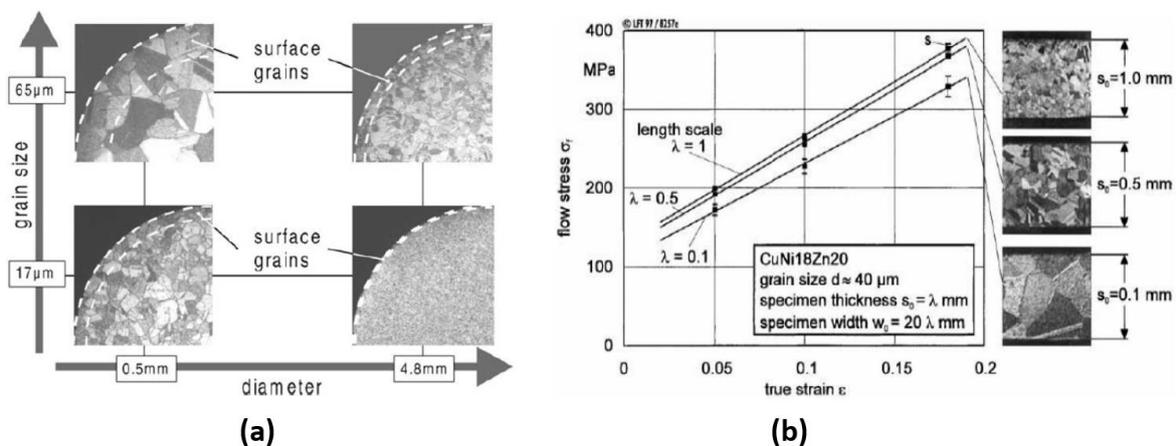


Figure 68 : Illustration de la proportion entre les grains de surface et les grains à cœur sur une éprouvette cylindrique et influence de l'épaisseur d'une éprouvette d'un alliage de cuivre CuNi18Zn20 sur la courbe d'écoulement [190]

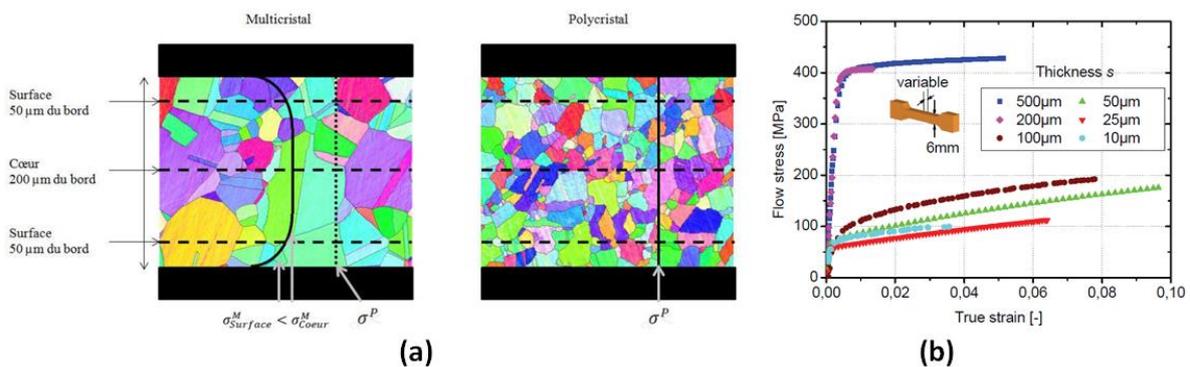


Figure 69 : Illustration schématique du profil des contraintes selon l'épaisseur en fonction du rapport nombre de grains/épaisseur [202] (a) ; Courbes d'écoulement en micro-traction d'un cuivre à 99.99% pour des épaisseurs entre 10 et 500 µm ($d_{moyen} = 30 \mu\text{m}$ pour $e < 100 \mu\text{m}$ et $d_{moyen} = 20 \mu\text{m}$ pour $e > 100 \mu\text{m}$) [110] (b)

Des essais mécaniques en régime quasi statique de compression et de micro-traction ont été choisis pour évaluer les effets de l'impact direct. Les deux types d'éprouvettes ont été prélevés dans le volume annulaire défini sur la Figure 70 qui symbolise la position et le volume englobant de la pièce semi-finie. Le plan de prélèvement de ces éprouvettes est proposé sur la Figure 70. Les pions de compression cylindriques ont pour axe de révolution l'axe Z et les éprouvettes l'axe de traction dans la direction Θ . Comme on peut le constater sur cette figure,

aucune éprouvette n'a été prélevée dans les directions différentes de celles que rencontrera la pièce finale. L'unicité des disques produits pour chaque configuration "matériau + conditions d'élaboration" a nécessité la prise en compte de prélèvement d'autres types d'échantillons pour des investigations complémentaires qui seront proposées en perspective.

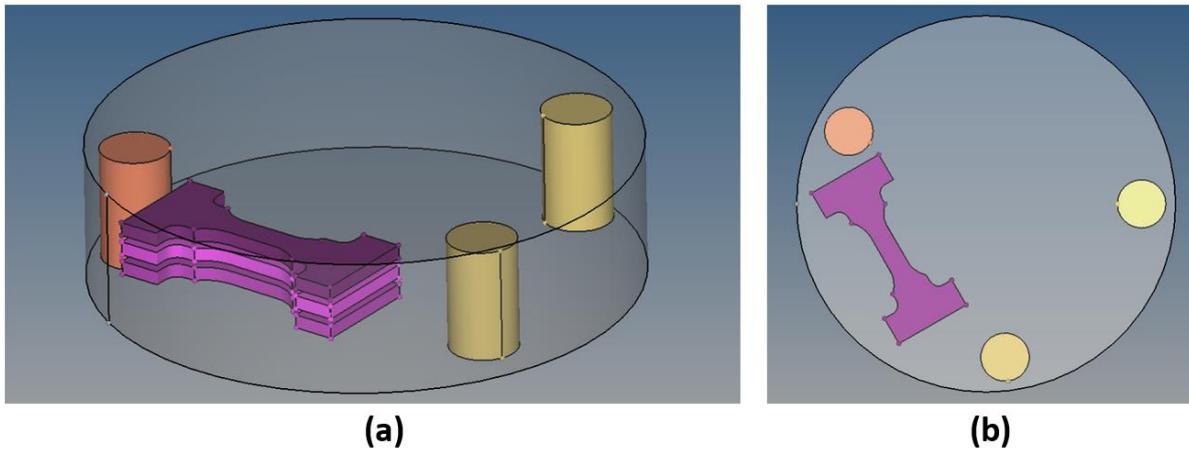


Figure 70 : Vues CAO du plan de prélèvement des éprouvettes quasi statiques de compression (en jaune et orange) et des éprouvettes de micro-traction (en violet) dans les disques en MatA ou MatB

2.3. Essais de compression quasi statique

2.3.1. Présentation du moyen et des mesures associées

Les essais de compression ont été réalisés sur une machine de marque MTS d'une capacité de 100kN (Figure 71-a). L'éprouvette est positionnée entre deux enclumes (Figure 71-b). Un spray graphite a été appliqué sur chaque face de l'échantillon ($\text{Ø}5.0 \times 8.33\text{mm}$) pour lubrifier les faces en contact avec les enclumes de la machine. Les essais ont tous été réalisés à une vitesse de déformation initiale de 0.001s^{-1} . Les deux photographies (c) et (d) illustrent un échantillon avant et après essai.

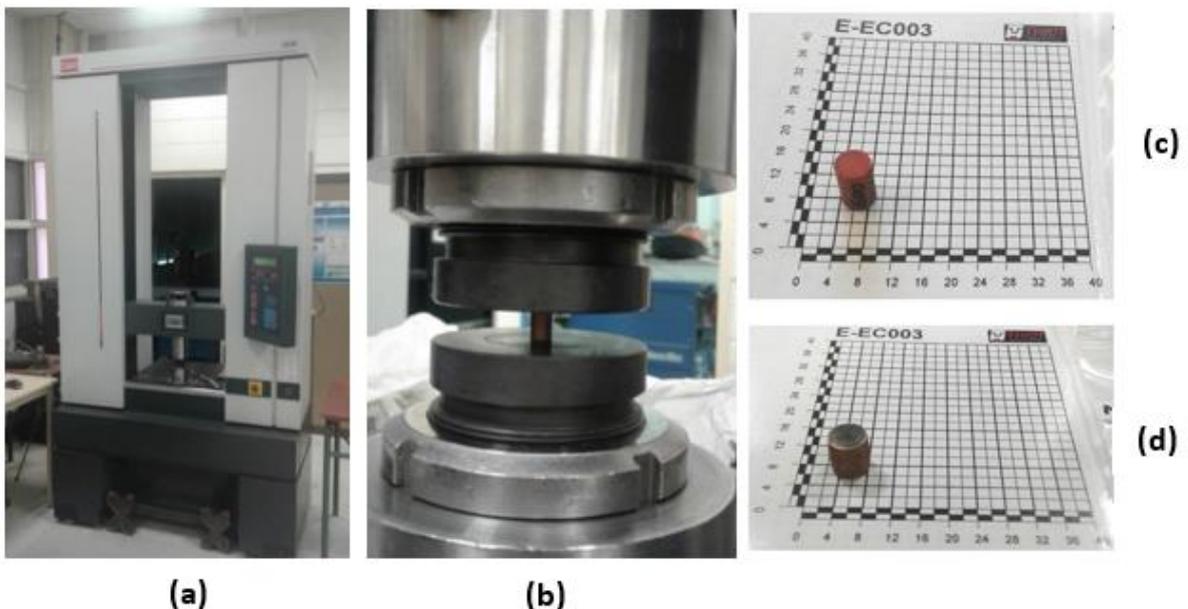


Figure 71 : Machine de compression 100kN du LSPM : vue d'ensemble (a), détail avec un échantillon $\text{Ø}5.0 \times 8.33\text{ mm}$ entre les enclumes (b) et photographies de l'échantillon E-EC003 avant (c) et après essai (d)

2.4. Essais de micro-traction quasi statique

2.4.1. Présentation du moyen et des mesures associées

Les essais de micro-traction ont été réalisés sur une machine de marque DEBEN (DEBEN UK Ltd.) d'une capacité de 5kN. L'éprouvette est positionnée entre deux mors. Le déplacement des mors est mesuré à l'aide d'un extensomètre résistif et la vitesse de déformation est ajustable en faisant varier la vitesse du moteur d'entraînement des mors. Des photographies de la machine complète et d'un échantillon rompu sur celle-ci sont proposées sur la Figure 72. Les essais ont tous été réalisés à une vitesse de déformation initiale de $0.001s^{-1}$.

Les éprouvettes ont été polies par polissage mécanique avec un papier diamant grade 1200 sur les deux faces principales et à la main avec le même papier sur les tranches (Figure 73).

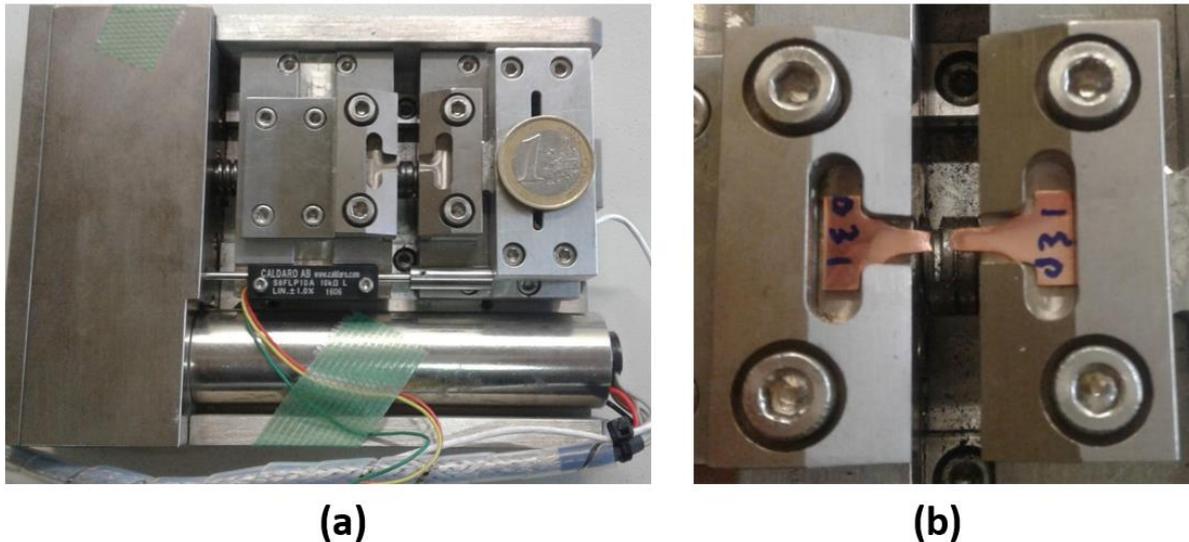


Figure 72 : Illustration de la micromachine de marque DEBEN équipée avec les mors de traction (a) et illustration de l'échantillon de microtraction E-EMT031 en place sur la machine DEBEN en fin d'essai (b)

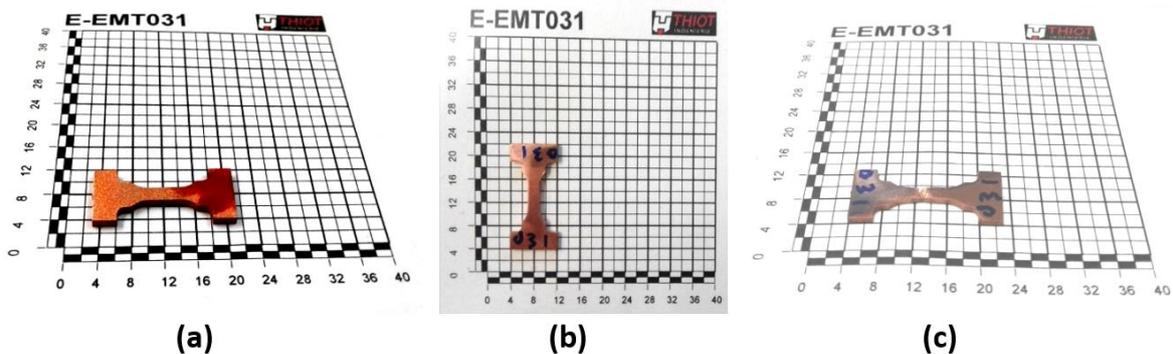


Figure 73 : Photographies d'une éprouvette de micro-traction aux différentes étapes : initiale après électroérosion (a), polie et préparée avant essai (b), post-essai (c)

3. Caractérisation microstructurale pré et post élaboration dynamique

3.1. Introduction

Cette partie présente les protocoles de préparation, les moyens ainsi que des exemples de résultats obtenus lors des caractérisations microstructurales effectuées sur les matériaux étudiés.

Un MEB-FEG (Field Emission Gun) SUPRA 40VP de ZEISS est utilisé pour la caractérisation microstructurale des échantillons en termes de visualisation et d'analyse EBSD (Electron Back Scattered Diffraction).

Un diffractomètre RX 4 cercles INEL avec une source $Co\ ka = 1.7902\text{nm}$ a permis la détermination des textures cristallographiques des matériaux aux états initiaux et déformés.

Les protocoles de préparation pour les échantillons (EBSD et DRX) ainsi qu'une présentation de ces moyens et des techniques associées sont détaillés dans les paragraphes suivants.

Les investigations MEB sont effectuées sur les éprouvettes à l'état initial et aux états déformés dynamiquement pour la caractérisation post élaboration. La diffraction des rayons X (DRX) est utilisée pour déterminer la texture cristallographique d'une partie de ces échantillons.

3.2. Protocoles de préparation des échantillons

Une étape de préparation par polissage mécanique suivi d'un polissage chimique est obligatoire avant chaque observation au MEB, analyse EBSD ou DRX

Pour le polissage mécanique, des papiers SiC 1200, 2400 et 4000 sont utilisés. Ce protocole est complété d'un polissage chimique pour les deux matériaux avec une solution OPS de suspension à la silice colloïdale pendant 30 min.

3.3. Analyse EBSD

La première mise en service d'un microscope électronique à balayage (MEB) pour permettre des observations à des échelles plus petites que les microscopes optiques remonte à la fin des années 1930 en Allemagne. Son principe repose sur la génération, avec un circuit haute tension (typiquement 5-30kV), d'un faisceau d'électrons collimaté qui va impacter la matière à analyser [111]. Ce faisceau irradie la surface à une profondeur d'environ $1\mu\text{m}$ sous forme d'une "poire d'interaction" (Figure 74-a) [112]. Son volume et sa profondeur dépendent du numéro atomique moyen de l'échantillon ainsi que de l'énergie des électrons déposée. Celle-ci, par réaction, va générer l'émission d'électrons Auger, d'électrons secondaires (éjectés de la matière) et des rayons X caractéristiques (Figure 74-b) [113]. Une partie des électrons incidents sont également rétrodiffusés à de hauts niveaux d'énergies.

Par rapport au faisceau d'électrons, des bobines magnétiques permettent de modifier son point d'impact ce qui produit un balayage de la surface de l'échantillon observé. Ce dernier est préalablement positionné sur une platine métallique, la continuité électrique entre celle-ci et l'échantillon est assurée grâce à de la laque d'argent ou un scotch carbone par exemple. L'intensité du signal observé (électrons ou RX) est retranscrite par une image en dégradé de gris qui donne une cartographie de cette grandeur sur toute la surface.

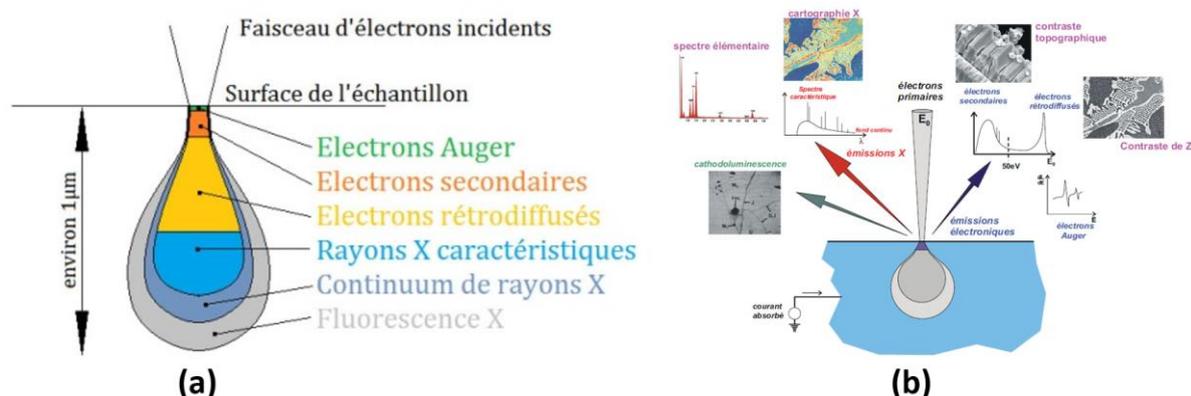


Figure 74 : Illustrations de la "poire d'interaction" générée dans la matière étudiée (a) [112] et des principales émissions produites par l'impact du faisceau d'électrons [113]

La récolte, l'amplification et l'interprétation de ces différentes sources d'énergies avec des capteurs adéquats permet d'obtenir des informations complémentaires telles que décrites dans le Tableau 7 [114]. Les électrons secondaires sont "arrachés" de la couche orbitale des atomes et leurs faibles énergies (50eV) reflètent directement la topologie de la surface observée : ils permettent d'obtenir une cartographie en relief de l'échantillon. Une vue large du MEB SUPRA 40VP du LSPM, l'implantation de ses détecteurs et une photographie de la platine dotée de son échantillon en dessous du canon d'électron est proposé sur la Figure 75. Un exemple d'observation en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés d'un alliage de cuivre Cu15Ni8Sn est proposé sur la Figure 76.

Tableau 7 : Types d'informations recueillies au MEB en fonction de la source d'émission récoltée [114]

Émission récoltée	Information déduite
Électrons secondaires	Topographie et morphologie de la microstructure
Électrons rétrodiffusés	Contraste de phases, les zones seront d'autant plus claires que l'élément atomique aura un nombre élevé (tungstène en clair, aluminium en foncé par exemple)
Rayon X émis	Analyse quantitative et qualitative des éléments chimiques

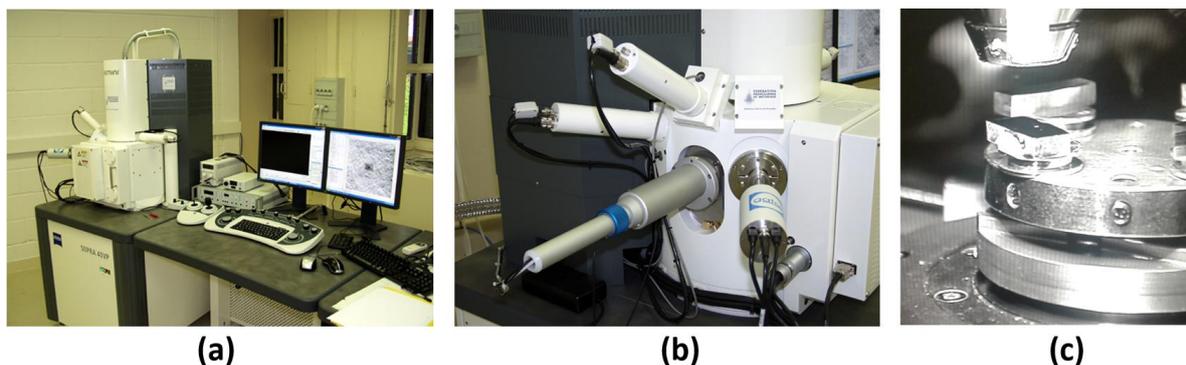


Figure 75 : MEB-FEG SUPRA 40VP du LSPM (a), détail des détecteurs (b) et vue intérieure de la platine support et du bout du canon d'électrons au-dessus de l'échantillon (c)

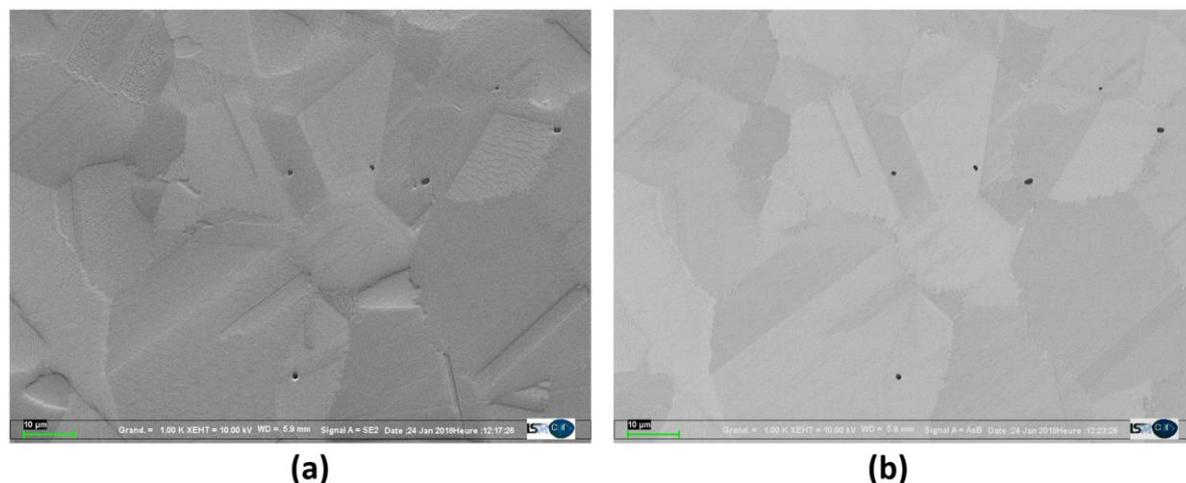


Figure 76 : Images MEB d'un Cu15Ni8Sn observé en électrons secondaires (a) et rétrodiffusés (b)

En plus des informations d'imagerie décrites précédemment, le MEB permet également d'effectuer de l'analyse EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) lorsqu'il est doté d'un écran au phosphore et d'une caméra CCD adaptés. Ces derniers permettent, grâce à la prise successive de clichés de diffraction, de déterminer la nature (phase) ainsi que l'orientation cristalline du matériau au point mesuré par comparaison à des clichés théoriques de diffraction simulés par un logiciel d'indexation [115].

L'échantillon est d'abord incliné à un angle de 70° par rapport à l'axe du faisceau pour maximiser l'intensité du signal diffracté (Figure 77-a). Il est ensuite balayé par le faisceau et le matériau réagit comme dans un diffractomètre Θ - 2Θ en suivant la loi de Bragg. Les plans cristallins qui satisfont la condition de Bragg vont projeter les électrons rétrodiffusés suivant deux cônes. Ceux-ci forment des hyperboles sur l'écran au phosphore qu'enregistre ensuite la caméra CCD (Figure 77-b). Les bandes de diffractions étant très réduites, ces hyperboles sont perçues comme des lignes que l'on dénomme lignes de Kikuchi.

Pour chaque point de mesure où les plans cristallins vont diffracter, la mesure des différents angles et la largeur des lignes correspondent à une famille de plans cristallins définie par une orientation et un espacement. Le logiciel, une fois renseigné par la structure cristalline du matériau à analyser, va rechercher l'orientation cristallographique théorique la plus probable pour reproduire le cliché capté par la caméra CCD : c'est l'indexation des plans (Figure 77-c).

À ce stade deux paramètres que sont l'indice de confiance (IC) et l'indice de qualité (IQ) sont donnés par le logiciel pour chaque cliché [116] :

- le premier indice repose sur le fait que le logiciel, lorsqu'il compare les familles de plans et leurs orientations, peut proposer plusieurs solutions qui reproduisent plus ou moins fidèlement l'ensemble des lignes de Kikuchi présentes sur le cliché. Cet indice, compris entre 0 et 1, est d'autant plus faible que le nombre de configurations plan/orientation qui reproduit les lignes sera réduit par rapport aux configurations testées : un indice faible signifie que la probabilité que la solution soit bonne est grande,
- le second, l'indice de qualité, exprime la netteté du cliché réalisé à savoir si la netteté des diagrammes des lignes de Kikuchi : plus elles sont nettes (pixel clair) et plus il sera facile au logiciel de les indexer.

Les différentes étapes de l'analyse EBSD à savoir l'acquisition, l'analyse du diagramme de diffraction, l'indexation du diagramme, la détermination des orientations et la génération des cartographies des différentes grandeurs de la microstructure sont décrites et illustrées dans [111].

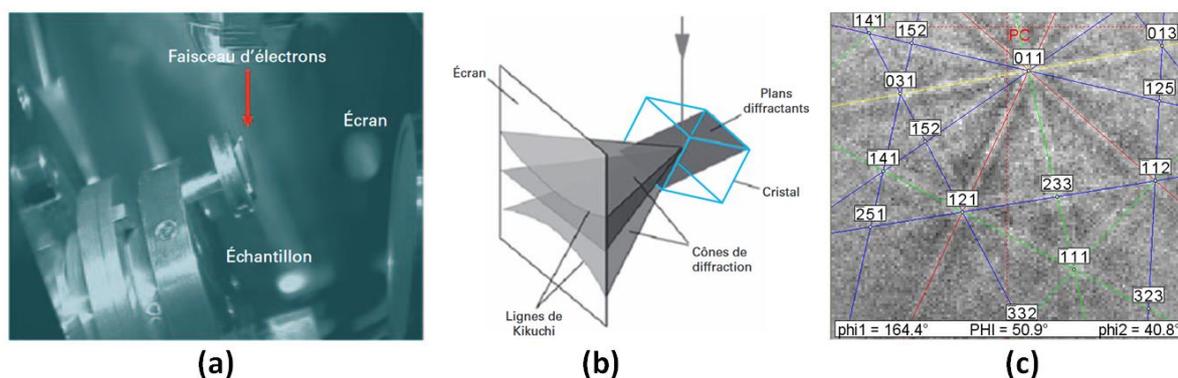


Figure 77 : Vue intérieure d'un MEB avec échantillon en position pour l'analyse EBSD (a) et principe des lignes de Kikuchi (b) [116], et illustration d'indexation du logiciel OIM dans la phase de calibration sur un cuivre électrolytique recuit

Les analyses EBSD ont été réalisées au sein du laboratoire avec le logiciel EDAX TSL OIM™ (Orientation Imaging Map). Les données, une fois traitées, permettent de générer des cartographies d'orientations cristallographiques (Figure 78-a), des distributions de joints de

grains (Figure 78-b) ou de joints spéciaux (par exemple, type $\Sigma 3$ Figure 78-c), des textures cristallographiques ou encore des désorientations locales du réseau cristallin.

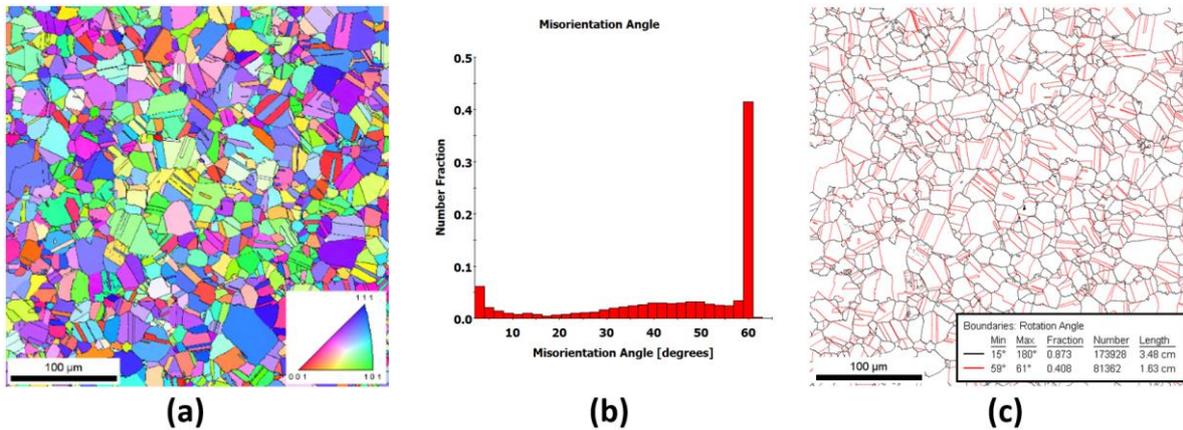


Figure 78 : Exemples de résultats EBSD sur un $\text{Cu}_{15}\text{Ni}_{8}\text{Sn}$ après durcissement par décomposition spinodale : Figure de pôle inverse (a), distribution des désorientations (b) et cartographie des joints de types $\Sigma 3$

La quantification des désorientations locales peut être visualisée avec une grandeur dénommée Kernel Average Misorientation (KAM). Cette grandeur équivaut à la moyenne des désorientations entre le pixel analysé et ses voisins du $n^{\text{ième}}$ rang avec un critère maximum de désorientations. Cette analyse permet de visualiser et de dissocier les sous structures à l'intérieur des grains (distorsions locales) des inclinaisons continues du réseau.

La Figure 79-a présente une illustration des désorientations entre deux pixels [117] ainsi que le nombre de voisins pris en compte dans le Kernel au 1^{er}, 2^e ou 3^e voisin (Figure 79-b [118]).

Au rang $n^{\circ}1$, le pixel, sur la base d'une forme hexagonale (TSL), fera la moyenne des désorientations des 6 pixels adjacents, au rang $n^{\circ}2$ de 12 pixels ...

Le critère maximum de désorientations exclut les pixels ayant une désorientation supérieure à une certaine valeur. Il permet entre autres d'exclure les pixels appartenant à un autre grain : un seuil de 5° exclura un pixel dont la désorientation par rapport au pixel considéré est supérieure à 5° .

Dans le cas de cette étude, un KAM à 5 voisins avec un seuil de 5° sera utilisé et sera dénommé KAM5 dans la suite de ce mémoire.

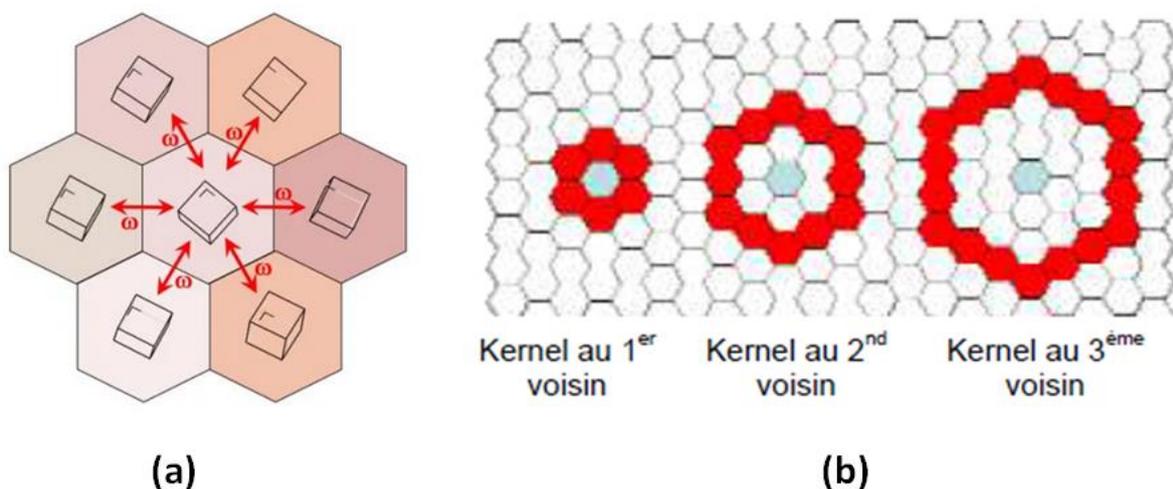


Figure 79 : Illustrations (en convention TSL) des désorientations autour d'un pixel (a) [117] et des pixels pris en compte au 1^{er}, 2^e et 3^e voisin (b) [118]

3.4. Mesure des textures cristallographiques par diffraction des rayons X

À partir des différences d'intensité entre les raies de diffraction, on détermine les figures de pôles expérimentales d'un matériau polycristallin. Un trièdre direct est associé à l'échantillon. Il est souvent noté (DL, DT, DN), normales aux faces de l'échantillon, qui représentent respectivement la direction de laminage, la direction transverse et la direction. Il est nécessaire de déterminer au préalable la valeur des angles de Bragg de la famille de plans $\{hkl\}$ dont nous souhaitons déterminer la figure de pôles. Une mesure est ensuite réalisée, avec une discrétisation des figures de pôles suivant 2 angles. La déclinaison $\psi=2.5^\circ$, l'azimut $\Phi=5.0^\circ$. On impose une limite maximale de 80° en déclinaison pour des problèmes de défocalisation du faisceau de rayons X. Après mesure et correction du bruit de fond et de la défocalisation, les figures de pôles expérimentales sont pseudo-normalisées. À la suite de quoi, la Fonction de Distribution des Orientations (FDO) est calculée (différents algorithmes sont disponibles). Dans le cas des matériaux de symétrie cubique, l'acquisition de trois figures de pôles est nécessaire pour l'obtention de cette FDO [119]. La Figure 80 présente une illustration du diffractomètre utilisé et la Figure 81 la texture cristallographique d'un alliage de cuivre au béryllium état trempé revenu à durcissement structural après impact direct à $4350s^{-1}$.

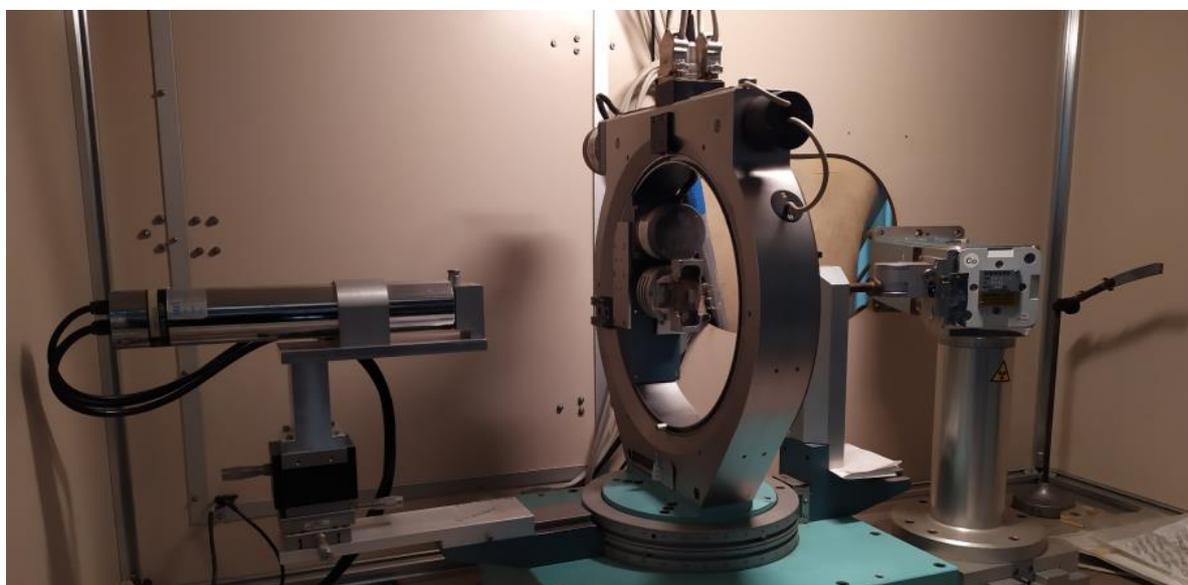


Figure 80 : Illustration du diffractomètre 4 cercles INEL source Cobalt utilisé au LSPM [119]

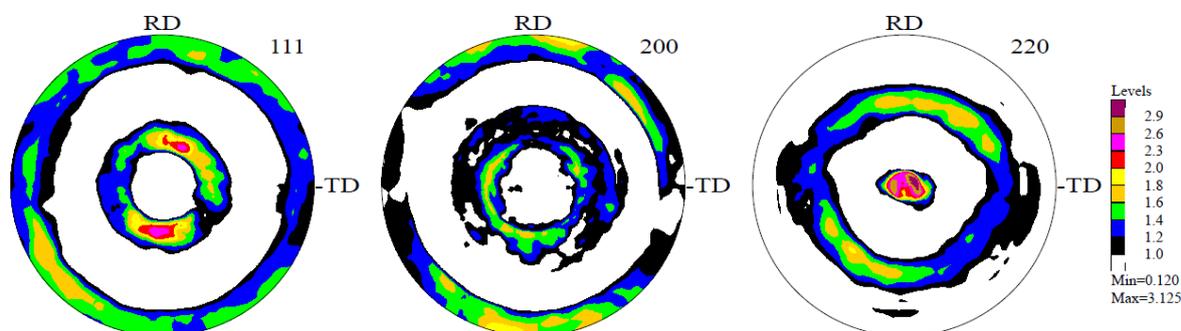


Figure 81 : Textures cristallographiques obtenues par DRX d'un alliage de cuivre au béryllium état trempé revenu à durcissement structural après impact direct à $4350s^{-1}$

4. Techniques numériques

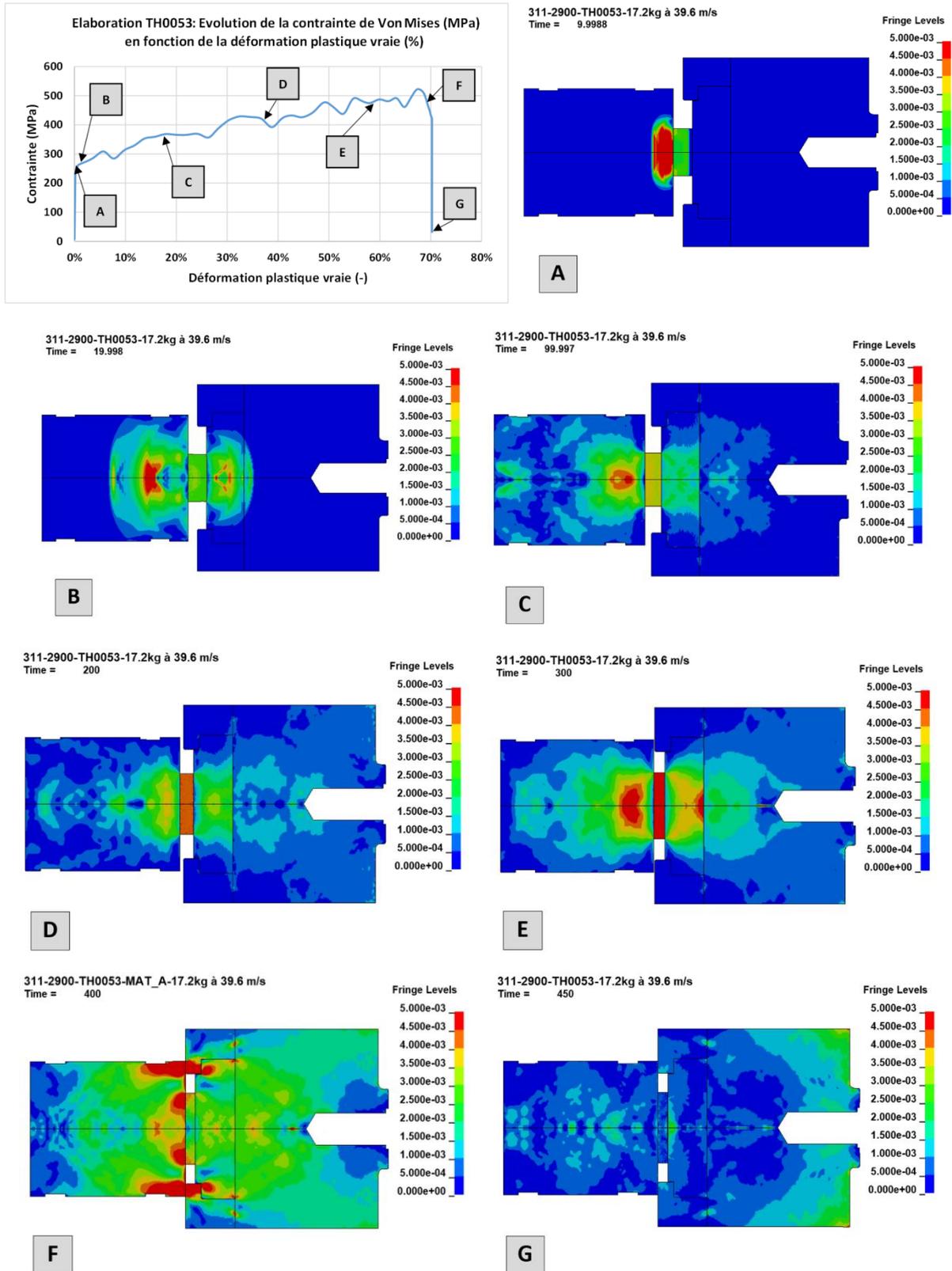
4.1. Introduction

La configuration expérimentale développée pour la réalisation des élaborations en impact direct au sein du laboratoire a fait l'objet d'une étude numérique permettant d'en optimiser les conditions d'élaboration avec un modèle analytique puis un logiciel de dynamique explicite aux éléments finis LSDYNA. Ces travaux sont introduits dans ce chapitre puis développés en termes de résultats pour chaque matériau dans des paragraphes dédiés pour chacun d'eux dans le chapitre IV. Les éléments ci-dessous, issus de ces simulations, présentent à titre d'illustration ces différentes phases de compression caractéristiques qui se produisent lors de l'élaboration en impact direct avec un impacteur monobloc en acier.

Les repères A à G sur la courbe d'écoulement proposée sur la Figure 82 correspondent aux illustrations référencées A à G sur cette même figure. Sur cette figure, de gauche à droite, seuls le projectile, l'échantillon, l'enclume et la cale d'arrêt sont présentés. Le projectile se dirige de la gauche vers la droite et l'axe de symétrie axisymétrique est horizontal. La grandeur présentée sur ces figures est la contrainte d'écoulement de Von Mises elle est proposée avec une échelle bloquée entre 0 et 500MPa. Les différentes phases de déformation illustrées sur ces figures sont les suivantes :

- Une première phase dénommée phase de préchoc se caractérise par la génération d'une onde de compression à l'interface projectile - face avant de l'échantillon (phase A sur la courbe d'écoulement et l'illustration page suivante),
- Cette onde remonte dans l'impacteur et se propage jusqu'à l'enclume via l'échantillon. Cette onde génère un premier régime de plastification dans l'échantillon (phase B). L'échantillon, à lui seul, reprend tout l'effort qui entraîne la décélération du projectile et un équilibre d'effort s'instaure entre le projectile et l'enclume via cet échantillon,
- Une troisième phase où l'échantillon est en contact avec l'impacteur et la face avant de l'enclume (phase C à phase E). Cette phase est la phase de compression quasi continue : le diamètre de l'échantillon augmente au fur et à mesure qu'il s'amincit (compression isochore) tandis que la contrainte équivalente de Von Mises augmente au sein de l'échantillon au fur et à mesure de sa compression (de ~200 sur l'illustration C jusqu'à ~500MPa sur l'illustration E),
- Cette phase de compression se poursuit jusqu'à l'arrêt du projectile lors de l'impact sur la cale d'arrêt (quatrième phase, illustration F) : l'effort nécessaire à la décélération du projectile est repris par cette pièce ce qui soulage quasi immédiatement les contraintes dans l'échantillon,
- Le projectile est finalement renvoyé en arrière par retour élastique du dispositif support de l'échantillon et de l'enclume. Les contraintes de Von Mises dans l'échantillon sont complètement relâchées, l'échantillon ayant atteint sa géométrie finale (illustration G).

Pour les élaborations avec la presse dynamique seule la phase de compression quasi continue se produit dans cette configuration puisque tous les éléments sont en contact à l'état initial et après l'arrêt de la presse.



4.2. Développement du modèle analytique

Dans un premier temps, un modèle analytique reposant sur la seconde loi de Newton a été développé pour prédéterminer les paramètres des lois de comportement en assumant un projectile rigide indéformable dont la décélération est uniquement liée à la loi d'écoulement du matériau et à l'évolution de son diamètre pendant la compression. Une description détaillée de ce modèle simplifié est proposée en Annexe D en fin de mémoire. La Figure 83 montre, à titre d'exemple, des comparaisons des diagrammes de vitesses donnés par le modèle analytique et obtenus avec les simulations numériques LSDYNA. La flèche bleue sur chaque graphique indique le temps d'impact du projectile sur la cale d'arrêt dans la simulation numérique. Ces diagrammes montrent que le modèle analytique permet de retrouver la décélération du projectile, via la loi de comportement, au moins jusqu'à l'arrêt sur la cale.

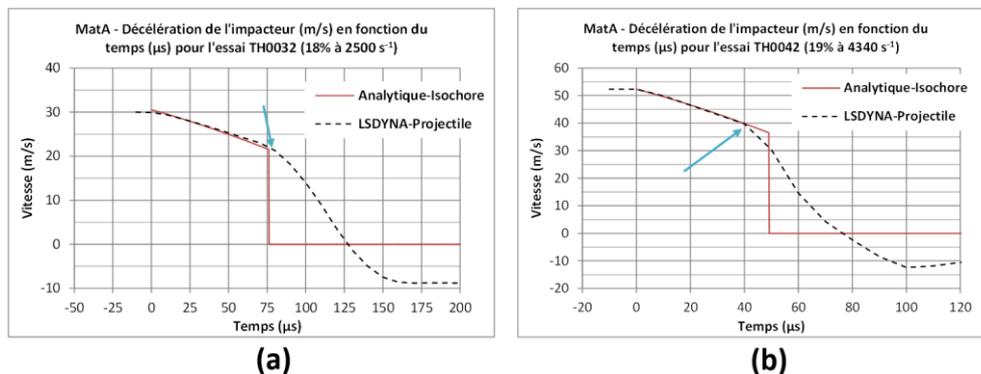


Figure 83 : MatA : Comparaison de la décélération du projectile entre le modèle analytique et LSDYNA (cale d'arrêt impactée au niveau de la flèche bleue) pour les deux élaborations en impact direct

4.3. Modèles numériques LSDYNA

4.3.1. Mise en place des modèles

Les géométries considérées pour les calculs sont identiques à celles des essais avec l'impacteur, l'échantillon, l'enclume et le tube de transmission d'effort (Figure 84). Les conditions initiales des simulations sont identiques aux essais réalisés en prenant les géométries, les natures et les masses réelles des impacteurs avec une vitesse initiale identique à celle mesurée avec la VH juste avant l'impact. L'échantillon qui est placé devant l'enclume est impacté par le projectile comme lors des essais. Comme il a été évoqué précédemment, une loi de type Johnson-Cook a été utilisée pour reproduire le comportement mécanique des matériaux étudiés. Cette loi prend en compte l'écroutissage, la vitesse de déformation et l'adoucissement thermique lié à l'échauffement adiabatique de l'échantillon tout au long de sa compression.

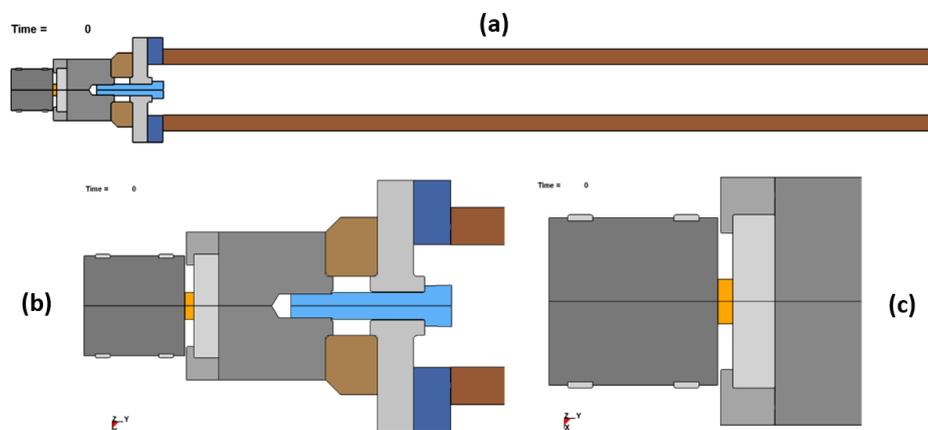


Figure 84 : Vue générale du modèle numérique (a) et vues détaillées du montage (b) (c) avec l'impacteur (gris foncé), l'échantillon (orange) et l'enclume (gris clair)

À l'image des élaborations dynamiques développées dans le paragraphe 1.3 de ce chapitre, les trois principaux types de projectiles ont été reproduits numériquement tels qu'illustré sur la Figure 85 du projectile le plus léger avec impacteur en acier à Haute Limite Elastique (HLE) et sabot pousseur en polymère au projectile monobloc en acier HLE le plus lourd.

Les élançements (rapport hauteur / diamètre) des pièces simulées et plus particulièrement des échantillons aux états initiaux ou déformées sont très faibles (strictement inférieur à 1) : ces valeurs écartent toute circonstance de flambement tel que l'on peut observer sur des poutres par exemple. Ce constat justifie d'un point de vue géométrique la simulation du procédé DPD en configuration 2D axisymétrique. Les maillages de toutes les pièces sont ainsi réalisés avec des éléments à deux dimensions 100% quadrangulaires (aucun triangle). Une formulation lagrangienne avec un seul point d'intégration a été choisie avec des longueurs de segments comprises entre 0.2 et 1.0 mm dans les zones impactées qui subissent de fortes déformations. Ces dimensions sont comprises entre 1.0 et 4.0 mm dans les autres zones (Figure 86). Ces dimensions de maillages sont issues des travaux réalisés dans le cadre du projet MAUDE [3] pour lequel les études de convergence et de compromis dimensions d'éléments / temps physiques de simulation ont été optimisés pour être accord avec les puissances de calculs mises à disposition.

Aucune condition de blocage n'a été utilisée au cours de ces simulations et les pièces assemblées par visserie dans le cas réel sont jointes par nœuds coïncidents suivant une surface équivalente.

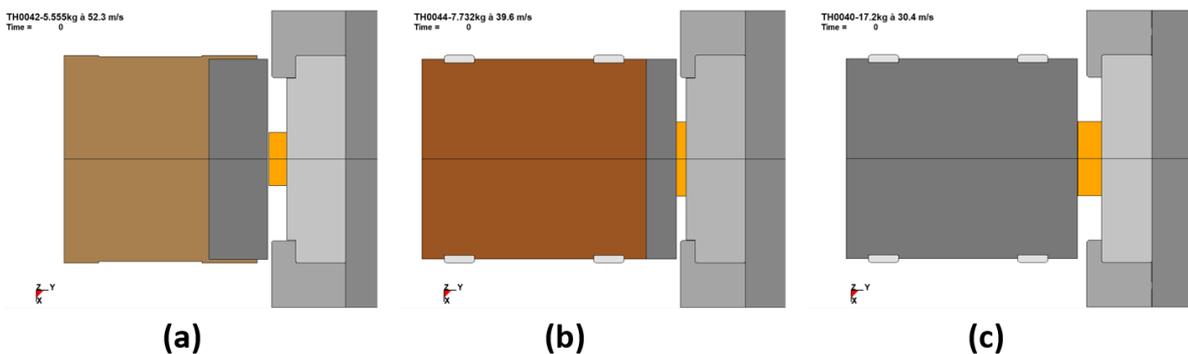


Figure 85 : Présentation des trois types de projectiles de l'élaboration en impact direct avec les deux impacteurs montés sur sabots de 5.56kg (a) et 7.32kg (b) et l'un des deux projectiles à 17.2kg (c)

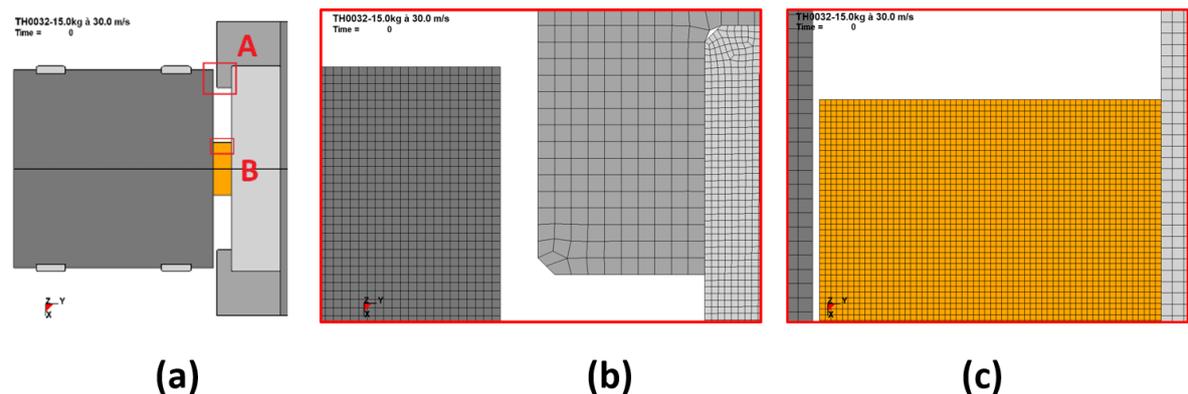


Figure 86 : Illustration des maillages quadrangulaires utilisés avec un vue centrée sur l'échantillon (a) et détail du maillage au niveau de la cale d'arrêt [A] (b) et de l'échantillon [B] (c)

4.3.1. Présentation des grandeurs et données accessibles

Les simulations numériques de toutes les élaborations dynamiques en impacts directs vont permettre d'une part de retrouver les dimensions finales ont recalant les lois de comportement

de ces matériaux et d'autre part d'accéder à certaines grandeurs locales in situ que l'expérience ne permet pas d'avoir. Pour le premier point, seule la simulation numérique permet des comparaisons directes de la vitesse matérielle du nœud de l'élément situé à une position identique du point de mesure de la VH. La courbe rouge de la Figure 87 indique que l'évolution de la vitesse n'est pas monotone et continue et fait apparaître des oscillations liées à l'impact initial et à l'inertie des différentes pièces de la configuration. Ces oscillations, déjà observées lors des essais, vont permettre de calibrer plus précisément les lois de comportement tel que décrit dans l'annexe D en fin de mémoire. Pour le second point, les simulations permettent donc d'accéder aux évolutions des valeurs in situ telles que l'homogénéité de déformations plastiques ou l'évolution de la température en cours d'élaboration si nécessaire par exemple.

Pour l'élévation de température, c'est la relation de Taylor Quinney (Équation 11) qui détermine l'élévation de température par conversion de l'énergie mécanique en énergie thermique qui sera utilisée avec un coefficient de conversion de 0.9.

$$\Delta T = \frac{\beta}{\rho C_v} \int_{\varepsilon_1}^{\varepsilon_2} \sigma d\varepsilon$$

Équation 11

Avec ρ et C_v la masse volumique et la chaleur spécifique à volume constant du matériau, β le coefficient de Taylor Quinney de conversion travail mécanique en énergie thermique.

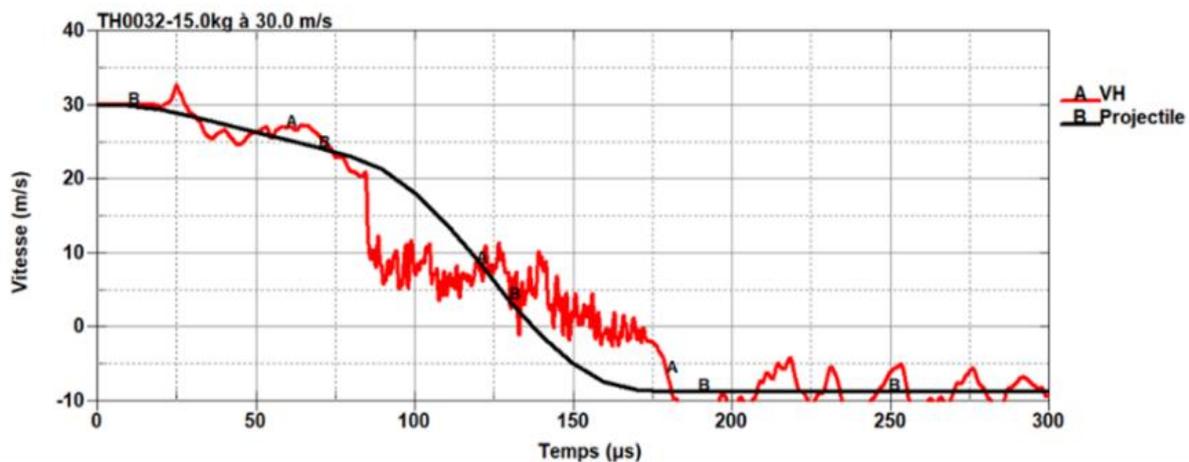


Figure 87 : Comparaison de la vitesse moyenne du projectile et la vitesse matérielle au niveau du point mesuré avec la VH issues de la simulation LSDYNA pour l'élaboration en impact direct à $2500s^{-1}$

Des exemples d'évolutions des champs de déformation dans les impacteurs sont proposés pour le MatA sur la Figure 88. Les différentes illustrations montrent l'évolution de la différence de déplacement entre le centre et le diamètre extérieur de l'impacteur au cours de l'élaboration en impact direct. Les illustrations révèlent que la face avant de l'impacteur ne reste pas droite pendant toute la compression et met même en avant un effet coup de fouet au centre de l'échantillon, lié à l'impact sur la face d'arrêt. Cet effet « coup de fouet » dans la compression de l'échantillon en fin de cycle est d'autant plus important que la vitesse d'impact est grande, que la loi d'écoulement du matériau est élevée, et que l'épaisseur de l'impacteur est petite.

Le Tableau 8 indique en toute cohérence que les plages de déflexion obtenues avec les projectiles monoblocs sont plus petites que celles avec les impacteurs montés sur sabot et la décélération moyenne des projectiles monoblocs en acier est très proche de la mesure VH. La déflexion correspond à la différence de déplacement entre le centre et le diamètre extérieur. La

valeur est considérée négative quand le centre de l'impacteur est en retrait par rapport au diamètre extérieur (première partie de la compression) et elle est positive lorsque le centre de l'impacteur est en avant par rapport au diamètre extérieur (fin de la compression de l'échantillon). Ce coup de fouet généré par l'impacteur peut être à l'origine de non-homogénéité au cœur des échantillons par exemple.

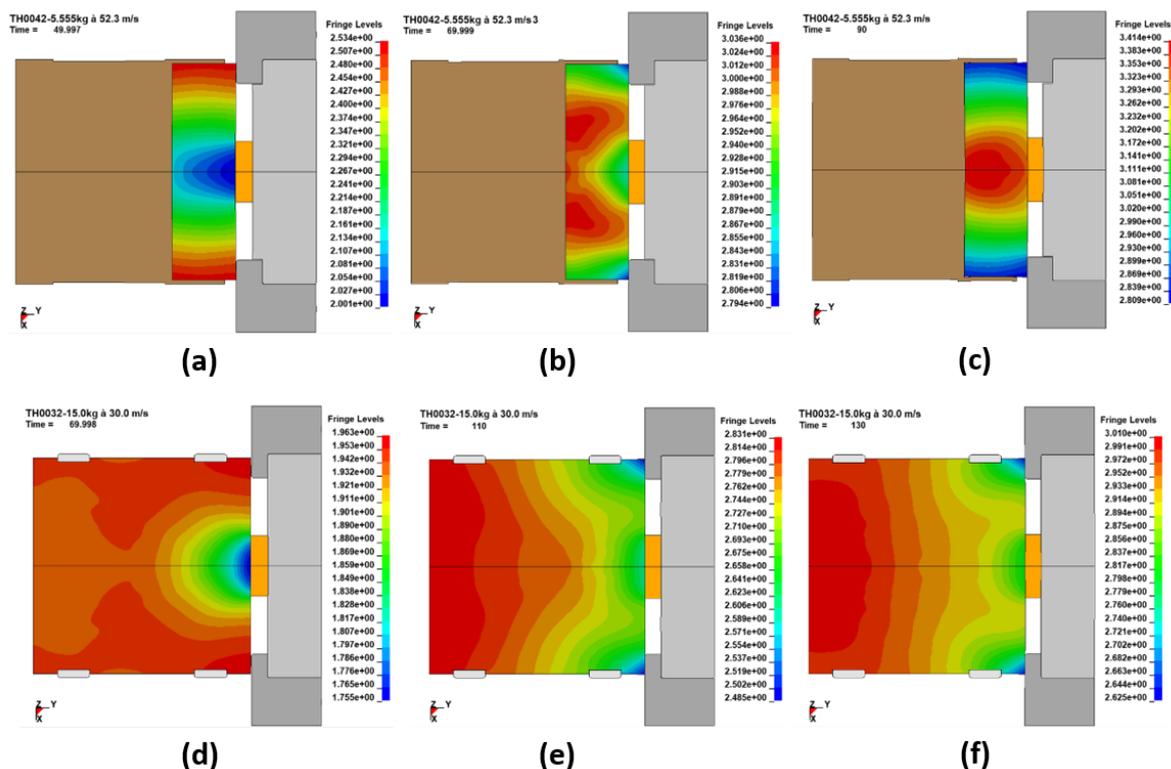


Figure 88 : Illustration avec l'impacteur le plus fin (a-c) et le plus épais (d-f) de la flexion au droit de l'échantillon (a) et (d) puis du retour élastique dans tout l'impacteur après impact de la cale d'arrêt (b) et (e) et jusqu'en fin de compression (c) et (f) par visualisation du champ de déplacement (en mm)

Tableau 8 : Déflexions maximales et minimales de l'impacteur obtenues par simulation numérique avec le MatA avec un projectile léger et un projectile lourd

Matériau	MatA	
	TH0042	TH0032
#Essai	TH0042	TH0032
#Simulation	LSDYNA-Sim005	LSDYNA-Sim001
Type projectile	Monobloc	Impacteur monté sur sabot
Déflexion (mm) *	Min.	-0.53
	Max.	0.42

4.3.2. Exemples de résultats obtenus

La Figure 89 et la Figure 90 proposent des exemples de résultats de simulation de l'essai d'élaboration d'un cuivre électrolytique recuit à $\sim 2000s^{-1}$ (essai TH0052). La première figure montre des comparaisons des courbes de décélération de projectile et l'évolution temporelle de la vitesse de déformation de l'échantillon entre les mesures effectuées (VH1 et VH2), le modèle analytique simplifié et les simulations en dynamique explicite LSDYNA. La seconde figure présente une cartographie des déformations dans l'échantillon en fin de simulation de l'essai avec une échelle bloquée entre 68 et 71% de déformation plastique vraie. Sur cette image, l'axe de révolution est vertical et la position initiale des différentes pièces est mise en évidence avec

les traits rouges. L'impacteur est en partie supérieure (en gris foncé) et l'enclume sur laquelle repose initialement l'échantillon en partie inférieure (gris clair).

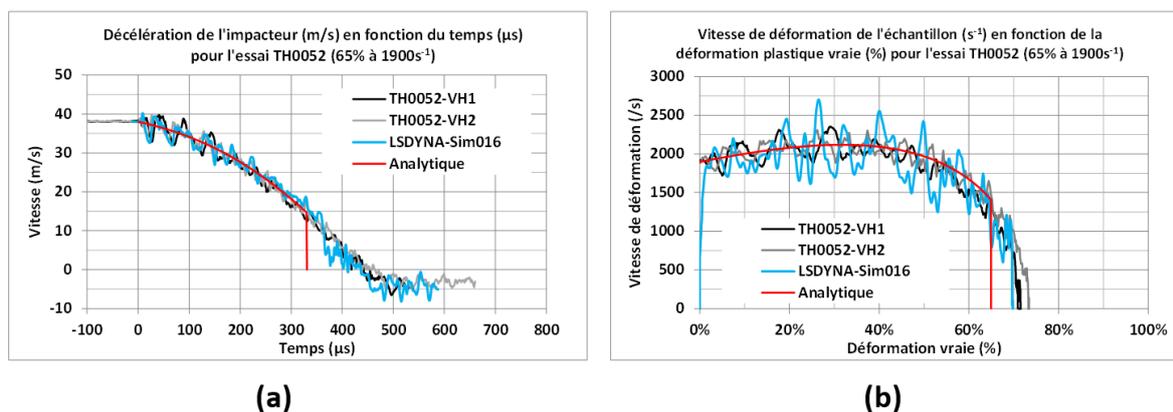


Figure 89 : Comparaison pour l'essai TH0052 entre les mesures (VH1 & VH2), LSDYNA et le modèle analytique de la vitesse de l'impacteur et de l'évolution de la vitesse de déformation au cours du temps

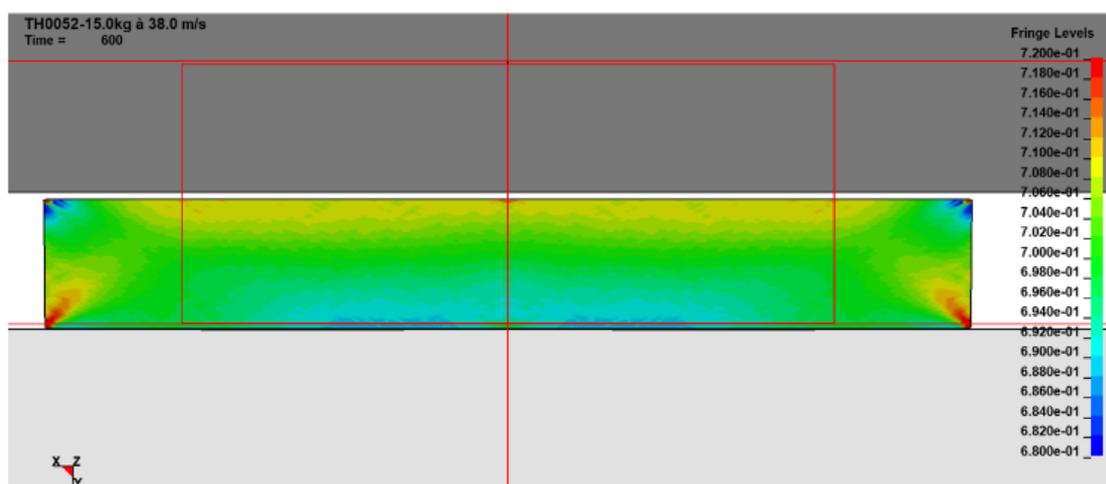


Figure 90 : Cartographies finales des déformations plastiques entre 68 et 72% obtenues par simulation numérique dans un échantillon de cuivre électrolytique (impacteur en gris foncé, enclume en gris clair)

5. Conclusion

Ce chapitre a développé les techniques expérimentales et numériques utilisées et mises en place dans le cadre de cette thèse avec les quatre phases que sont l'élaboration, la caractérisation mécanique, l'analyse microstructurale et enfin l'investigation numérique de la méthode d'impact directe.

Le troisième chapitre est dédié aux deux matériaux qui ont été retenus pour ces travaux de recherche à savoir deux alliages de cuivre à méthodes de durcissement différentes : le premier par durcissement structural et le second par décomposition spinodale.

Bibliographie du chapitre II

- [108] H. Tschätsch, *Metal Forming Practice: Processes – Machines - Tools*, Ed. Springer, ISBN 978-3-540-33217-6, (2006)
- [109] Actes de conférences Explosives Process of New Materials (1988 - 2018)
- [110] H. Hoffmann et coll., “Tensile Test of very thin sheet metal and Determination of Flow Stress Considering Scaling Effect”, *Annals of CIRP*, Vol. 55/1; (2006)
- [111] A. Hocini, “Étude comparative du comportement mécanique et des mécanismes de déformation sous cisaillement simple monotone et cyclique des alliages de titane élaborés par métallurgie des poudres : structures harmoniques versus alliages conventionnels”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 19 Décembre 2017
- [112] E. Haye, “Substitution anioniques et cationiques de films minces de orthoferrite de lanthane LaFeO₃ élaborés par pulvérisation cathodique magnétron”, Université de Lorraine, Thèse de doctorat soutenue le 2 Septembre 2016
- [113] J. Faerber, “Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique”, (2004)
- [114] T. Sadat, “Alliages Ni-W : de la mise en œuvre par frittage flash aux micro-mécanismes de déformation”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue le 18 Décembre 2015
- [115] F. Brisset, “Microscopie électronique à balayage et Microanalyse”, (2008)
- [116] T. Baudin, “Analyse EBSD – Principe et cartographies d’orientations”, *Techniques de l’Ingénieur M4138V1*, (2010)
- [117] <https://edaxblog.com/2015/09/22/do-you-want-to-be-averaged/comment-page-1/>
- [118] C. Kerisit et coll., “Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation”, *Acte de conférence Matériaux 2010*, Nantes; (2010)
- [119] T. Chauveau, LSPM-USPN, communication privée

Chapitre III : Matériaux étudiés et caractéristiques initiales

Introduction

L'étude bibliographique a montré que les techniques SPD ou l'utilisation des grandes déformations avec effets de vitesse proposaient des solutions alternatives à l'utilisation des éléments d'addition dans les alliages pour en augmenter les caractéristiques mécaniques.

Dans les cadres des travaux du programme MAUDE [3], du nickel électrolytique ainsi que des nuances d'aluminium dans les séries 2000 (Al-Cu) et 6000 (Al-Mg-Si) ont servi de support pour démontrer la capacité de la méthode par impact direct.

Les différentes phases du programme ont montré, pour le nickel entre autres, qu'un taux d'écrasement maximum n'induisait pas forcément les contraintes d'écoulements les plus élevées en comportement post-élaboration. De plus, ces très grandes déformations s'associaient également d'une plus grande hétérogénéité de comportement dans les disques produits (entre les faces externes et le cœur). Dans le cas des alliages d'aluminiums, une méthode de déformation dynamique à chaud a permis d'annihiler l'apparition des bandes de cisaillement adiabatiques générées lors des essais à température ambiante. Dans un second temps, la limitation volontaire de ces déformations dynamiques au strict nécessaire sur la base des résultats numériques a permis de limiter la propension de l'adoucissement thermique (lié à l'échauffement adiabatique) à neutraliser les gains dynamiquement acquis.

Les travaux de cette thèse vont se focaliser sur des matériaux cuivreux qui sont utilisés dans les applications hautes pressions et hautes vitesses dans le cadre des activités récurrentes de THIOT INGÉNIERIE aussi bien sur les installations propres que sur site clients. Deux types de matériaux sont retenus pour évaluer la capacité de l'impact direct à améliorer ces nuances sans recours à l'utilisation systématique d'éléments d'additions supplémentaires. Ces deux matériaux sont les suivants :

- Un bronze – béryllium ayant subi un durcissement structural standard sur lequel sera réalisée cette méthode d'impact direct pour en repousser les caractéristiques mécaniques,
- Un alliage de cuivre Cu-Ni-Sn à durcissement par décomposition spinodale dont les courbes d'écoulements sont inférieures aux bronzes Béryllium, mais que la méthode d'impact direct pourrait élever au niveau de ces bronzes à durcissements structuraux.

1. Bronze Béryllium CuBe2 état trempé revenu (MatA)

1.1. Introduction

Le premier matériau est un bronze béryllium à 2% massique de Béryllium qui a été approvisionné à l'état trempé revenu HW25. Cet alliage sera dénommé CuBe2 ou MatA dans la suite du mémoire.

Le diagramme d'équilibre binaire cuivre – béryllium ainsi que les différentes phases et précipités dans une bande de composition 1.8-2% de Béryllium sont proposés sur la Figure 91. L'élaboration du CuBe2 est réalisée comme suit [120]-[122] : initialement, l'alliage est mis en solution solide entre 750 et 800°C et trempé rapidement pour conserver cette solution sursaturée. Le matériau peut ensuite subir un durcissement par écrouissage aussi bien à froid qu'à chaud. Le matériau suit ensuite un revenu à une température idéalement comprise entre 300 et 400°C générant de fait un durcissement structural par précipitation de la phase γ (favorise l'écrouissage), mais aussi migration aux joints de grains en précipitation discontinue ce qui en diminue la dureté ([121]). Les temps de durcissements sont compris entre 15min et 4 h selon le niveau de durcissement désiré. Les phases γ' et γ'' sont quant à elles des phases intermédiaires qui contribuent aux caractéristiques mécaniques élevées du CuBe2. Des composés intermétalliques dénommés béryllides à base de Béryllium et de Cobalt (quand l'alliage en est pourvu) se forment et empêchent, au sein de la matrice α , la croissance des grains. Ceci permet

de maintenir la finesse de la microstructure au cours du revenu dans l'alliage (ce qui est le cas du MatA support des présents travaux de recherche). Des illustrations MEB à différents niveaux de grossissement du MatA sont proposées sur la Figure 92, la Figure 93 montrant une vue MEB d'une structure duplex $\alpha + \gamma$ [121] ainsi que des vues MET de précipités γ issues des travaux de Hariram [123].

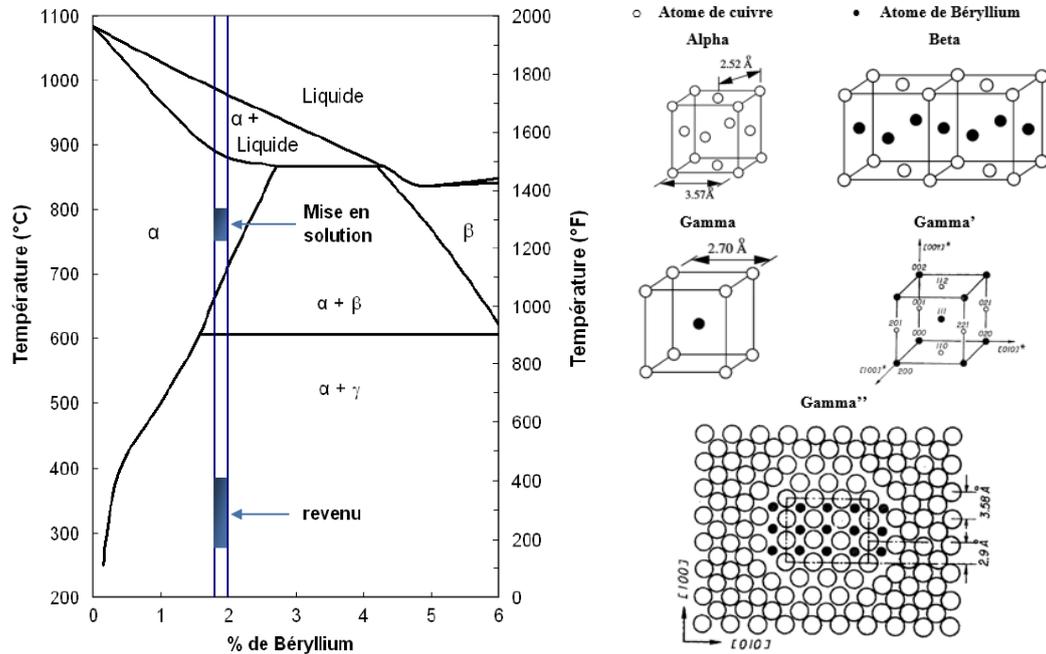


Figure 91 : Diagramme d'équilibre binaire Cu – Be [120] et illustrations des différentes phases [120] [122]

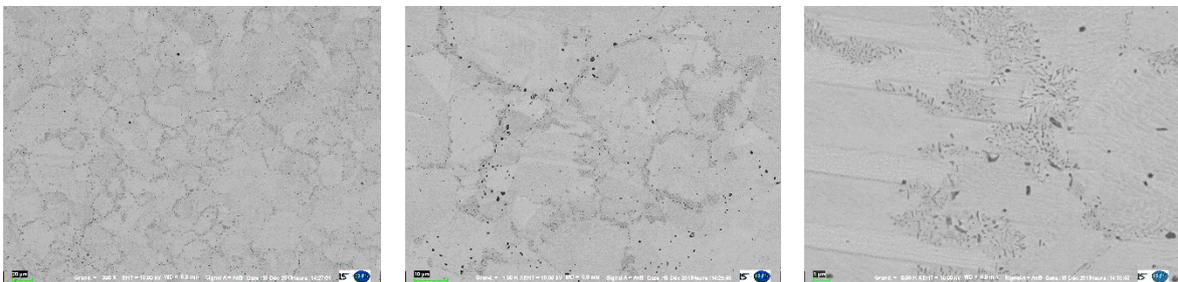


Figure 92 : Images MEB obtenues suivant trois grossissements (300 – 1000 – 5000) du MatA illustrant la ségrégation de la phase γ aux joints de grains de la matrice α .

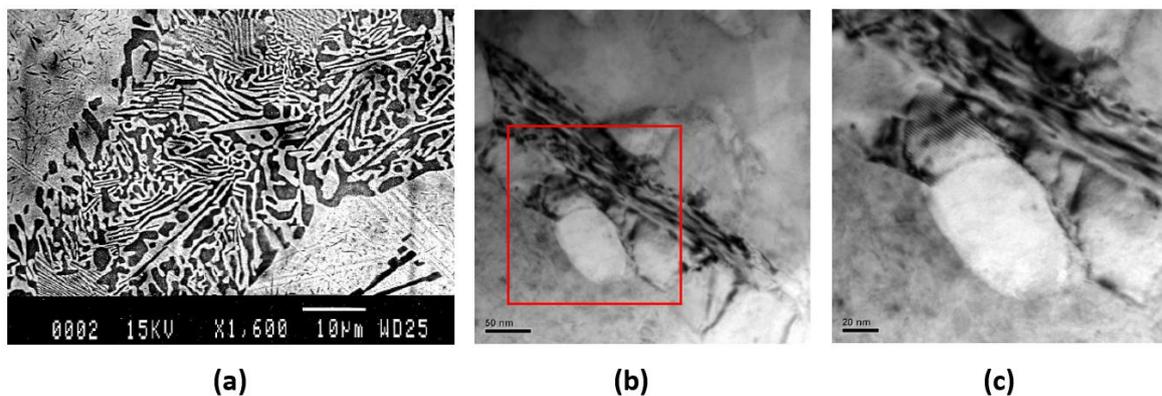


Figure 93 : Images MEB d'une structure duplex $\alpha + \gamma$ (zone riche en Béryllium en noir) [121] (a) et images MET des précipités γ d'un CuBe_2 laminé à 40% puis revenu 60min à 330°C [123] (b) et (c)

1.2. Caractérisation mécanique

La Figure 94 montre des illustrations de l'éprouvette post-mortem de micro-traction de l'essai E-EMT042 en vue large et en vue détaillée de la zone de rupture ainsi que la courbe d'écoulement associée. La vue détaillée ainsi que la détermination de l'apparition de la striction à 6.8% de déformation plastique vraie ne montre pas en l'état une part importante de cette striction en fin d'essai jusqu'à la rupture néanmoins, la mesure de la section finale de l'éprouvette ainsi que l'effort final à rupture donnent une indication des valeurs de contrainte et déformation finales à rupture de 1134.0MPa avec 12.1% de déformation plastique vraie.

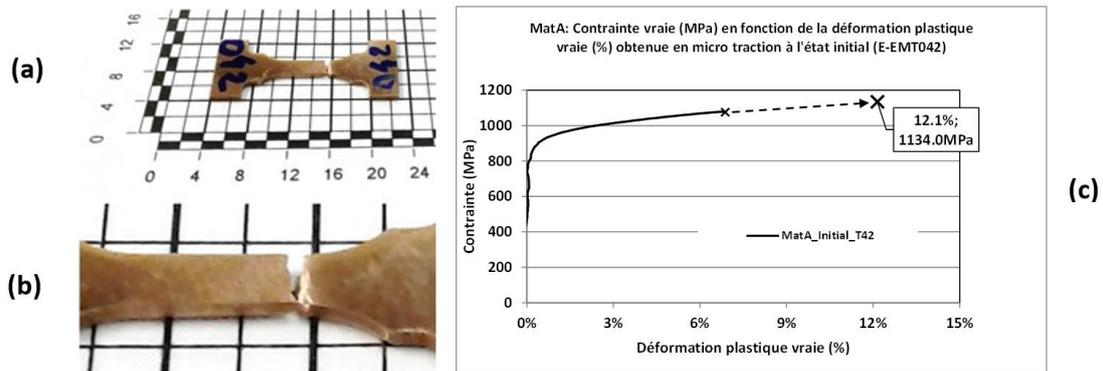


Figure 94 : MatA - État initial : Éprouvette post-mortem (a)(b), comportement en micro traction et détermination du couple déformation plastique vraie / contrainte vraie finale à partir de la mesure de la section de l'éprouvette post-mortem (c)

Les courbes de compression obtenues pour le MatA à l'état initial sont proposées sur la Figure 95. Les contraintes d'écoulement à 2.0, 5.0 et 10.0% de déformation plastique vraie sont respectivement de 1225.0, 1300.0 et 1370.0MPa. Un essai complémentaire, mais à une déformation vraie de 19.3% a été réalisé pour examiner les écarts de microstructure entre une déformation en régime quasi statique et les déformations en régime dynamique sous presse et en impact direct. On peut constater sur cette figure que c'est à cette déformation que la contrainte d'écoulement maximale en compression a été obtenue pour ce matériau en régime quasi statique.

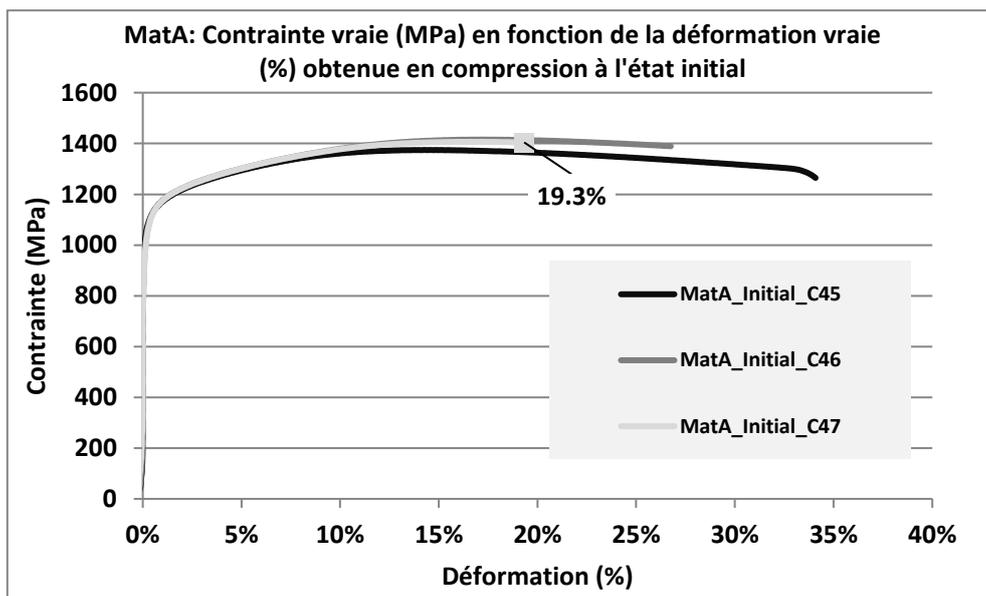


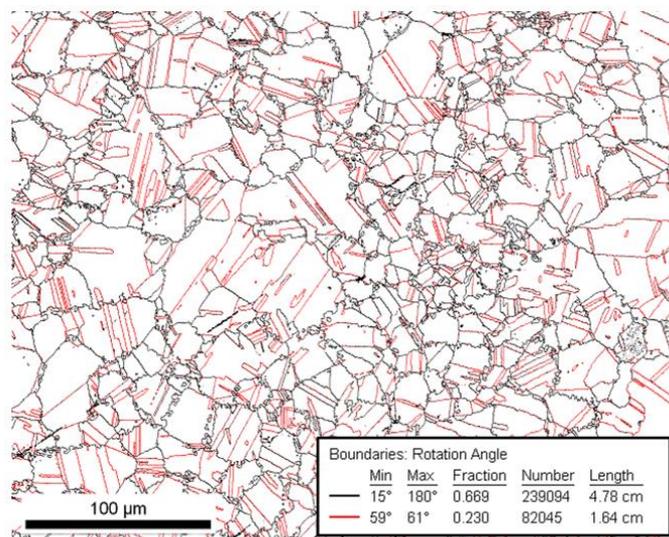
Figure 95 : MatA - état initial : Courbes d'écoulements issues des essais de compression pour les pions cylindriques Ø5.0*8.33mm (E-ECC045 à E-ECC047)

1.3. Caractérisation microstructurale

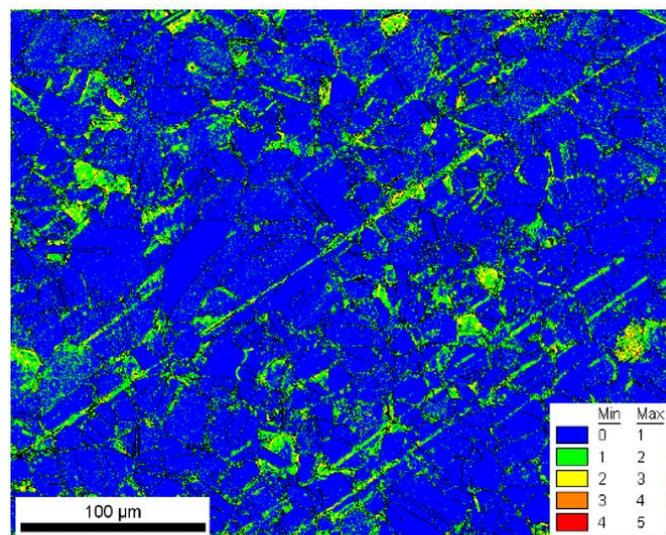
Les figures suivantes présentent les résultats des analyses EBSD réalisées sur le MatA à l'état initial sur une cartographie $360 \times 288 \mu\text{m}^2$ avec un pas de résolution de $0.2 \mu\text{m}$ (vue large) et $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ avec un pas de $0.05 \mu\text{m}$ (détail) ainsi que la détermination de la texture cristallographique après analyse DRX.

Pour la cartographie large, les grains ont un diamètre moyen (en aire) de $17.7 \mu\text{m}$ avec un critère de joints de grains de 15° et de $16.0 \mu\text{m}$ avec un critère à 5° . Une cartographie des joints de grains ($>15^\circ$) et les joints spéciaux de type $\Sigma 3$ (désorientation entre 59 et 61°) est proposée sur la Figure 96-a. L'illustration indique que les joints de grains de plus de 15° représentent 66.9% de la population totale des désorientations avec 23.0% de joints de grains de type Sigma3 dont les macles et plus particulièrement celles de recuit font parties.

Le KAM5 à 5 voisins montre l'absence de toute déformation aussi bien au cœur qu'entre les grains (Figure 96-b). La désorientation moyenne du KAM5 est de 0.86° à cet état initial pour le MatA.



(a)

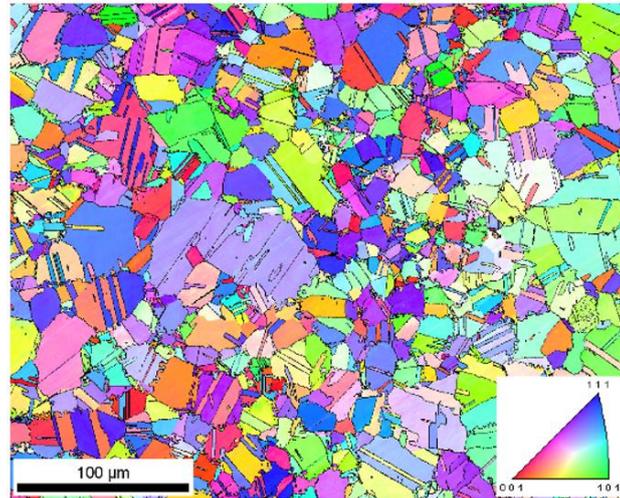


(b)

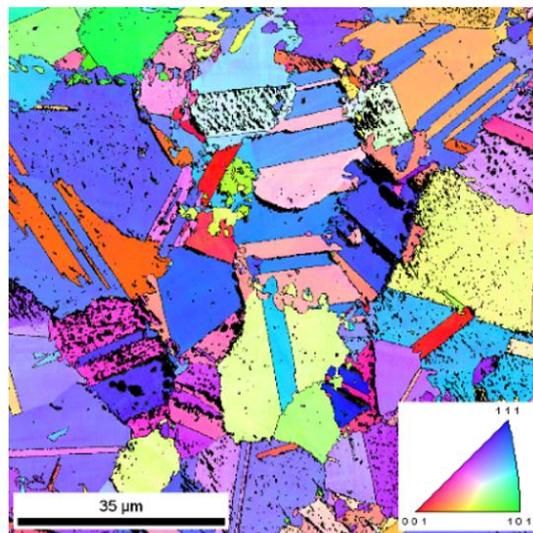
Figure 96 : Mat A - État initial – cartographie large (pas de $0.2 \mu\text{m}$): cartographie en noir des joints de grains ($>15^\circ$) et en rouge des joints de type Sigma3 (entre 59 et 61°) (a) et cartographie KAM5 à 5 voisins (b)

La Figure 97 montre la figure de pôle inverse de la cartographie large (pas de $0.2\mu\text{m}$) et de détail (pas de $0.05\mu\text{m}$). Ces figures de pôle inverse ne montrent pas de direction majoritaire dans le matériau et indiquent une grande homogénéité d'orientation au sein d'un même grain.

La texture cristallographique initiale obtenue par DRX (Figure 98) confirme les observations EBSD puisqu'elle ne présente pas non plus de direction privilégiée, la plus importante étant suivant la direction [200] avec une intensité de 2.7, la seconde suivant [220] avec une intensité de 1.3-1.6.



(a)



(b)

Figure 97 : Mat A- État initial : Figures de pôle inverse avec une cartographie large avec un pas de $0.2\mu\text{m}$ (a) et détail avec un pas de $0.05\mu\text{m}$ (b)

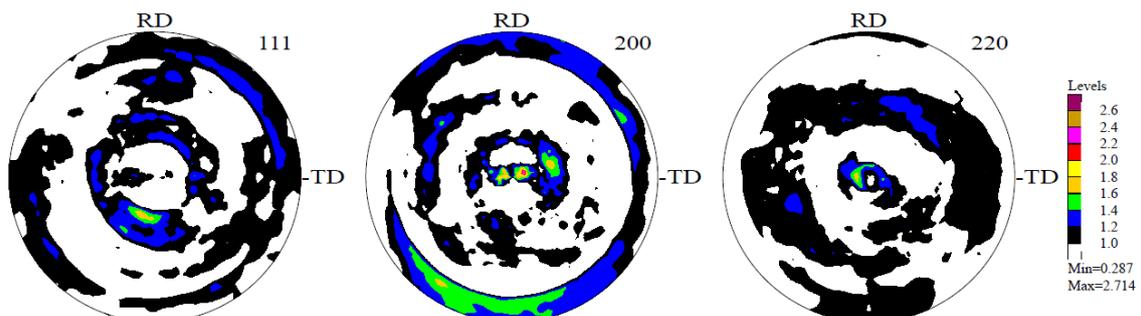


Figure 98 : Mat A - Texture cristallographique à l'état initial obtenue par DRX

2. Bronze ToughMet® 3 AT 110 (MatB)

2.1. Introduction

Le second matériau est un alliage cuivre – nickel – étain, de composition massique nominale de 15% de nickel et 8% d'étain, dont la méthode de durcissement est réalisée par décomposition spinodale telle que décrite dans le paragraphe 1.6 du chapitre I. Cette nuance est relativement récente métallurgiquement parlant, en comparaison du CuBe2, puisque son développement à l'échelle industrielle n'a que quelques dizaines d'années. La nuance choisie est un bronze ToughMET® état T3 AT110 fourni par MATERION. Ce matériau sera ensuite identifié comme MatB.

Le diagramme TTT ainsi que les structures cristallines des quatre phases présentes sont proposés sur la Figure 99. Les structures de toutes les phases de ce matériau sont CFC à l'exception de la phase γ -DO₃ qui présente une structure CC avec par alternance un atome d'étain au centre du cube (cf. schéma tout en bas à droite de la figure qui montre l'alternance des atomes au centre des CC).

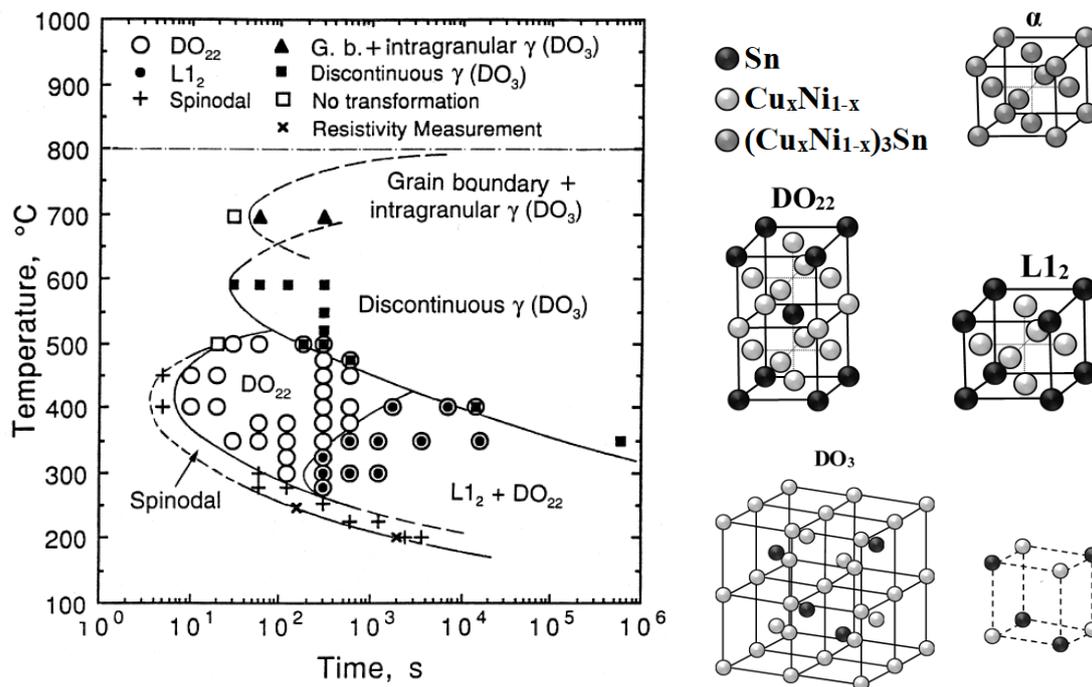


Figure 99 : Diagramme TTT du Cu-15Ni-8Sn [124] et illustrations des différentes phases (retranscrit de Caris [126])

L'accès au procédé détaillé de l'élaboration du ToughMET® état T3 AT110 reste confidentiel coté fournisseur, néanmoins les éléments recueillis sur le sujet sont les suivants :

- Coulée en continu avec procédé EquaCast™ breveté pour l'obtention de microstructure homogène puis travail à chaud (extrusion dans le cas des barres) jusqu'à obtention de la taille de grains visée,
- Homogénéisation en solution solide des composés de l'alliage au-dessus de la température de miscibilité solide (~800°C) et trempe à l'eau pour figer la structure α ,
- Chauffage à «façon» pour déclencher la réaction de décomposition spinodale et maintien de la température jusqu'à l'obtention de la structure mono ou multiphasique souhaitée.

Zhang [127] dans le cadre de travaux de comportement d'usure par frottement à sec du Cu-15Ni-8Sn a analysé l'influence du temps d'un recuit à 400°C post-décomposition spinodale. Les vues microscopiques de la Figure 100 montrent la matrice $\alpha+\gamma'$ -DO₂₂ cohérente initiale qui

se transforme au fil de temps en structures $\alpha+\gamma$ -DO₃ à partir des joints de grains. La matrice $\alpha+\gamma'$ au sein des grains est plus dure que les cellules $\alpha+\gamma$ aux joints de grains. La différence de dureté entre les deux réside dans la propension de la seconde à grossir avec le temps de maintien. La modulation de proportions des deux combinaisons $\alpha+\gamma'$ et $\alpha+\gamma$ permet donc de changer à l'étape de la phase du recuit la dureté de l'alliage et donc ses caractéristiques mécaniques telles qu'illustrées sur la Figure 101: le graphique (a) donne l'évolution du pourcentage de cellules en fonction du temps et le (b) l'évolution de la microdureté dans la matrice et dans les cellules.

La Figure 102 présente des vues MEB du MatB à 3 grossissements différents. La résolution du MEB ne permet pas de voir la structure périodique de phases riches et pauvres en étain comme évoqué et illustré dans le paragraphe 1.6 du chapitre I (ce qui sera notre cas, puisque les observations n'ont pu être réalisées qu'à l'échelle du MEB).

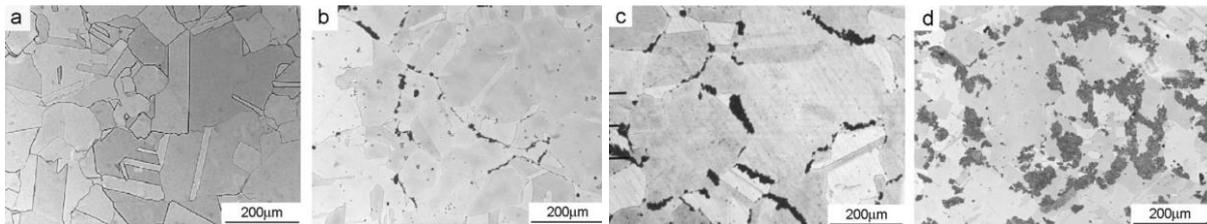


Figure 100 : Illustrations MEB du développement de la phase γ -($\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}$)₃Sn à structure DO₃ incohérente au dépens de la matrice γ' -($\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}$)₃Sn à structure DO₂₂ aux joints de grains d'un alliage Cu-15Ni-8Sn en fonction du temps du recuit à 400°C : 0min (a), 120min (b), 240min (c) et 420min [127]

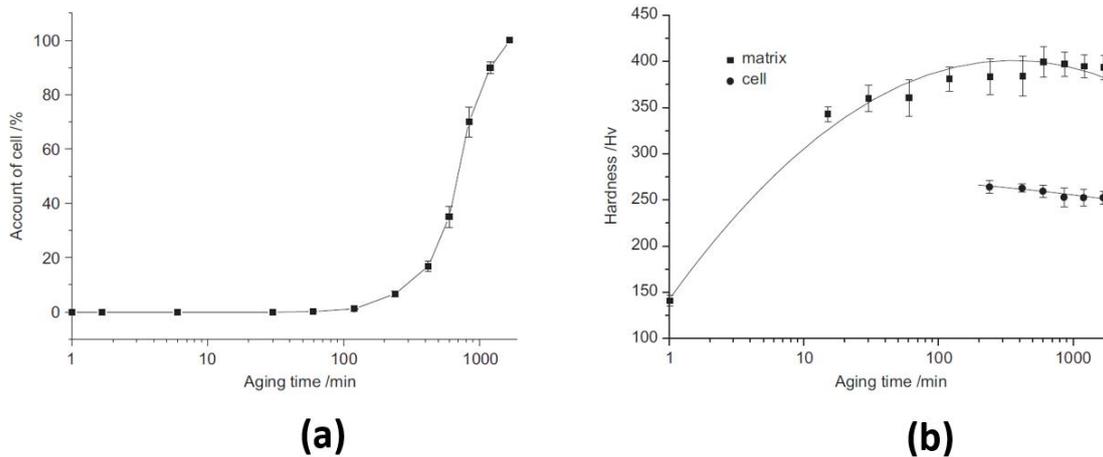


Figure 101 : Évolutions de la transformation de la matrice $\alpha+\gamma'$ en cellule $\alpha+\gamma$ (a) et de la microdureté dans la matrice et les cellules aux joints de grains [127] lors d'un recuit à 400°C d'un alliage Cu-15Ni-8Sn (b)

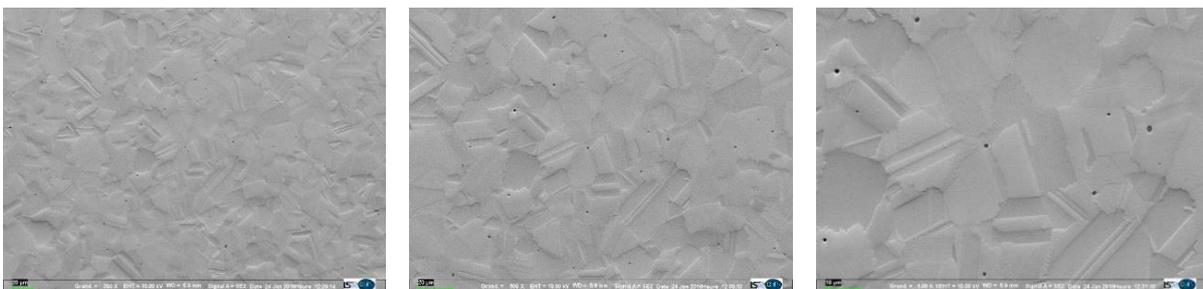


Figure 102 : Images MEB du MatB obtenues suivant trois grossissements (300 – 500 – 1000)

2.2. Caractérisation mécanique

Des illustrations des éprouvettes post-mortem ainsi que les courbes d'écoulement associées sont proposées sur la Figure 103 pour la micro-traction à l'état initial. L'apparition de cette striction a été évaluée respectivement à 19.0 et 17.4% de déformation vraie. Les déformations finales et contraintes finales estimées à rupture sont de 1145.1MPa à 28.1% pour l'éprouvette E-EMT014 et 1191.0MPa à 30.9% pour l'éprouvette E-EMT015 à partir des mesures finales (section et effort).

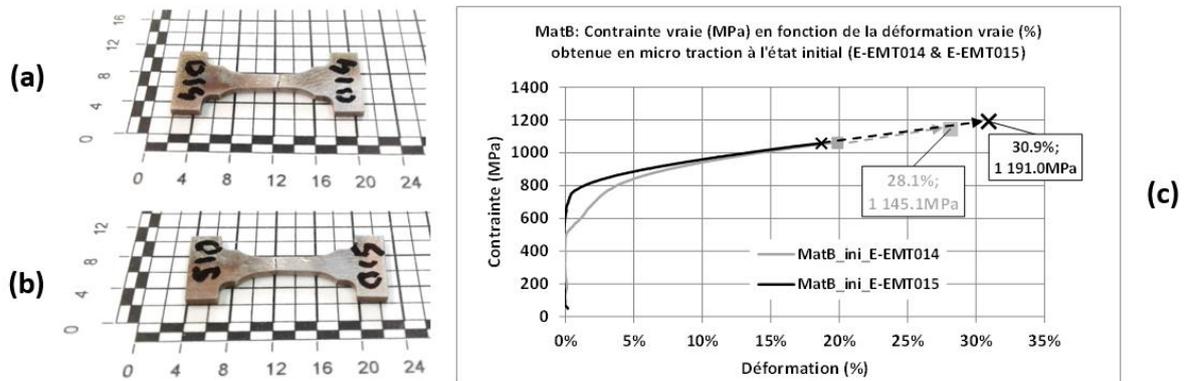


Figure 103 : MatB - État initial : Éprouvette post-mortem (a), comportement en micro-traction et détermination du couple déformation plastique vraie / contrainte vraie finale à partir de la mesure de la section de l'éprouvette post-mortem (E-EMT014 & E-EMT015)

La Figure 104 ci-dessous présente les courbes de compression obtenues pour le MatB à l'état initial. L'essai complémentaire arrêté à 14.0% de déformation plastique vraie E-ECC018 a été réalisé pour examiner les écarts de microstructure entre une déformation en régime quasi statique et les déformations en régime dynamique.

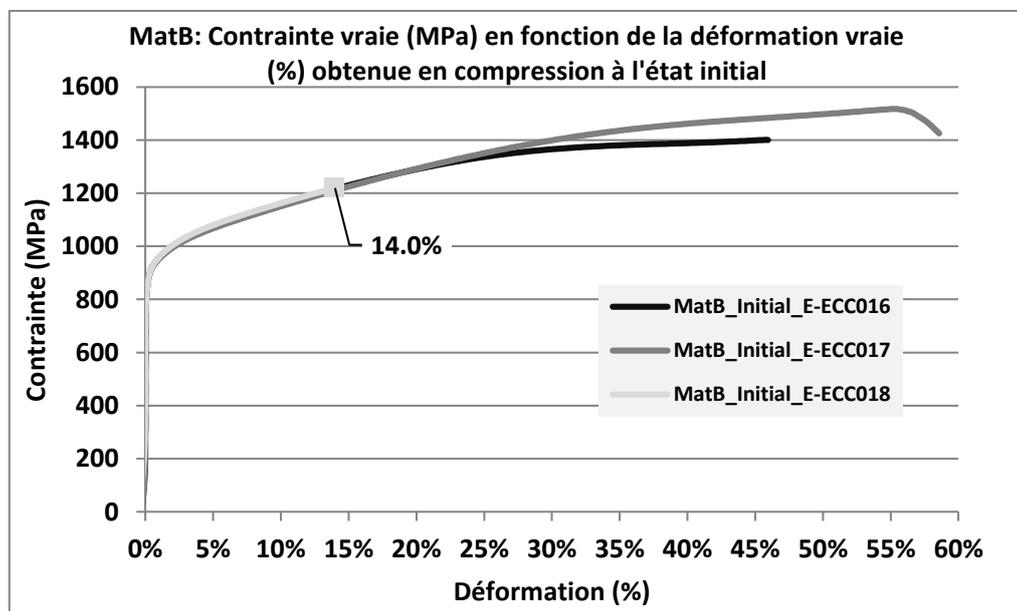


Figure 104 : MatB - État initial ; Courbes d'écoulements issues des essais de compression à l'état initial pour les pions cylindriques Ø5.0*8.33mm (E-ECC016 à E-E-ECC018)

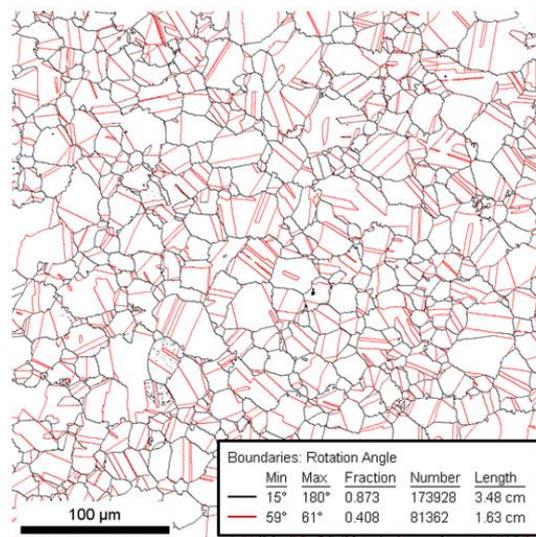
2.3. Caractérisation microstructurale

Ce paragraphe présente les résultats des analyses EBSD réalisées sur le MatB à l'état initial sur une cartographie large $360 \times 360 \mu\text{m}^2$ avec un pas de résolution de $0.2 \mu\text{m}$ et une cartographie détaillée $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ avec un pas de $0.05 \mu\text{m}$.

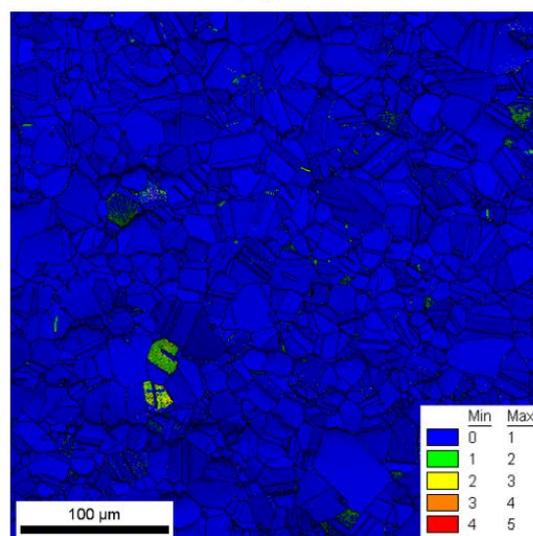
Pour la cartographie large (Figure 105-a), le diamètre moyen des grains est de $14.9 \mu\text{m}$ (en aire) avec un critère de désorientation de joints de grains de 15° . Ces derniers sont proposés en traits noirs sur la cartographie, les joints spéciaux de type $\Sigma 3$ (désorientation entre 59 et 61°) sont en traits rouges. L'illustration indique que les joints de grains de plus de 15° représentent 87.3% de la population totale des désorientations dont 40.8% de joints de grains spéciaux de type $\Sigma 3$ (macles incluses).

Le KAM5 (Figure 105-b) montre l'absence de toute déformation aussi bien au cœur qu'entre les grains. La désorientation moyenne du KAM5 est de 0.47° à cet état initial pour le MatB.

La Figure 106 montre la figure de pôle inverse (IPF) de la cartographie large (pas de $0.2 \mu\text{m}$) et de détail (pas de $0.05 \mu\text{m}$). Ces figures de pôle inverse ne montrent pas de direction privilégiée dans le matériau et indiquent une très grande homogénéité d'orientation au sein de chaque grain.



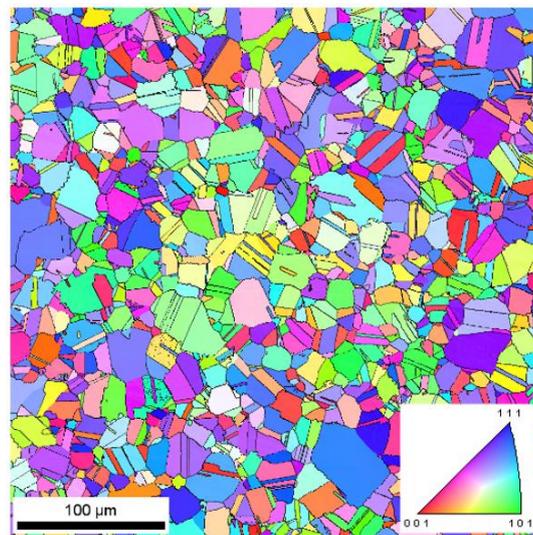
(a)



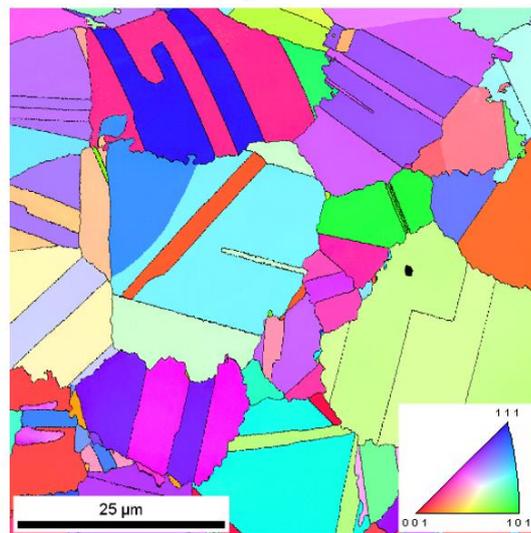
(b)

Figure 105 : Mat B - État initial - cartographie large (pas de 200nm): cartographie en noir des joints de grains ($>15^\circ$) et en rouge des joints spéciaux de type $\Sigma 3$ (entre 59 et 61°) (a) et cartographie KAM5 (b)

Les textures cristallographiques issues de l'analyse DRX (Figure 107) confirment les observations EBSD puisqu'elles ne montrent pas non plus de direction privilégiée particulière pour ce matériau à l'état initial, la plus importante étant suivant la direction [200] avec une intensité ponctuelle et faible de 3.0.



(a)



(b)

Figure 106 : MatB - État initial : Figures de pôle inverse avec une cartographie large avec un pas de $0.2\mu\text{m}$ (a) et de détail avec un pas de $0.05\mu\text{m}$ (b)

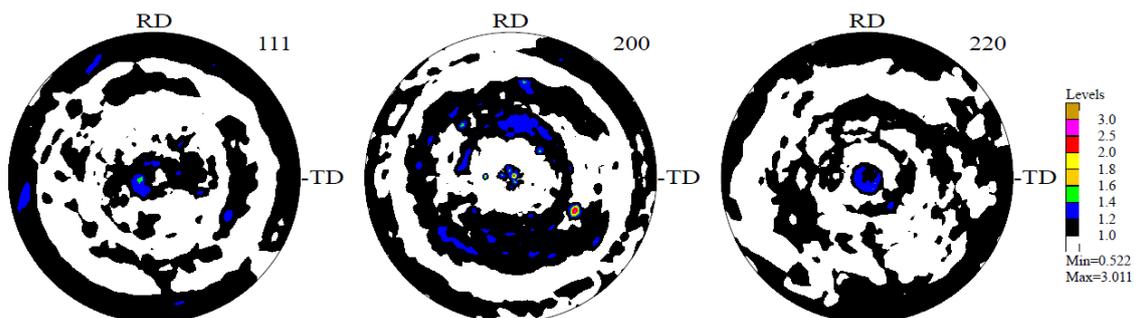


Figure 107 : Mat B - État initial : Texture cristallographique obtenue par DRX

Conclusion

Ce chapitre s'est consacré à la description des deux alliages de cuivres supports des travaux de recherche menés dans le cas de la présente thèse. Les différents paragraphes ont détaillé leurs modes d'élaboration ainsi que les méthodes de durcissements spécifiques à chacun d'eux à savoir le durcissement structural pour le MatA et le durcissement par décomposition spinodale pour le MatB.

Les caractéristiques mécaniques des états métallurgiques initiaux, en compression et en traction uniaxiales quasi statiques, telles que résumées dans le Tableau 9 ci-dessous, en montrent les principales différences.

Tableau 9 : Synthèse des caractéristiques mécaniques en compression et en traction uniaxiales quasi statiques des matériaux étudiés

MatA					
Déformation plastique (%)		0.5	1.0	2.0	5.0
Contrainte d'écoulement (MPa)	Compression	1124.2	1174.0	1221.9	1299.1
	Traction	915.0	950.0	989.0	1052.2
MatB					
Déformation plastique (%)		0.5	1.0	2.0	5.0
Contrainte d'écoulement (MPa)	Compression	849.9	910.5	975.2	1074.6
	Traction	755.0	784.0	820.0	885.1

Le chapitre suivant va présenter, pour chaque matériau, les résultats des essais d'élaboration à la presse dynamique et en impact direct ainsi que les résultats des simulations numériques des élaborations en impact direct

Le chapitre détaillera l'évaluation du comportement mécanique en termes de limite d'écoulement sur la base des mesures effectuées et avec l'aide du modèle analytique simplifié. Il exposera ensuite les résultats des simulations numériques des impacts directs effectuées avec le logiciel dynamique explicite LSDYNA™ en vue d'affiner ces lois de comportement.

Bibliographie du chapitre III

- [120] NGK Berylco, “Alliages Cuivre-Béryllium – Guide Technique”, www.ngk-alloys.com
- [121] W.C. Crone, “Compositional variation and precipitate structures of copper-beryllium single crystals grown by the Bridgman technique”, *Journal of the Crystal Growth*, Vol. 218, p381-389, (2000)
- [122] K. Shimizu et coll., “Electron Microscopy Study of the precipitation Processes in Cu-2wt%BeBe Alloy”, *Trans J I M*, Vol. 12, p206-213, (1971)
- [123] M. Hariram et coll., “Influence of Cold work on aging response of C17200-Beryllium Copper Alloy C17200”, *Materials Today: Proceeding*, Vol. 4, p11188-11193, (2017)
- [124] W.R. Cribb et coll., “Spinodal copper alloy C72900 – A new Strength Anti-Friction System”, in *Aerospace Materials and Manufacturing: Advances in Materials, Processes and Repair Technologies*, Com2010 conference Vancouver, p209-220, (1998)
- [125] J.C. Zhao et coll., “Spinodal decomposition ordering transformation and discontinuous precipitation on a Cu-15Ni-8Sn”, *Acta mater.*, Vol. 46, p4203-4218, (1998)
- [126] J. Carris et coll., “Heat Treatment Effects on Mechanical behavior of Cu-15Ni-8Sn produced via powder metallurgy”, PhD Thesis, Department of Materials Science and Engineering Case Western Reserve University, (2007)
- [127] S. Zhang et coll., “Dry sliding wear of Cu-15Ni-8Sn alloy”, *Tribology International*, Vol. 43, p11188-11193, (2010)

Chapitre IV : Résultats d'élaboration en régime dynamique : Essais et simulations

Introduction

Ce chapitre développe les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour les deux alliages de cuivre MatA et MatB, respectivement à durcissement structural et par décomposition spinodale. Il propose pour chaque matériau une synthèse des résultats d'élaborations dynamiques réalisées avec une approximation de loi de comportement de type Ludwick [128] ($\sigma = A + B \epsilon_p^n$ avec A, B et n constantes) pour toutes les configurations.

Cette partie expérimentale est ensuite complétée par les simulations numériques dédiées exclusivement aux investigations sur les essais en impact direct

Pour les parties numériques, les courbes d'écoulement sont enregistrées dans un élément situé à mi-rayon et à mi-épaisseur du disque déformé (cf. élément numéro S468327 pour une simulation sur la Figure 108).



Figure 108 : Position de l'élément choisi (S468327 pour cette simulation) pour les tracés de contraintes de Von Mises et de vitesse de déformation au sein des échantillons en vue d'ensemble (a) et détaillé (b)

1. Élaborations dynamiques du MatA - Essais

1.1. Résultats macroscopiques

Le Tableau 10 ci-dessous synthétise les conditions d'élaboration et les résultats obtenus des disques élaborés avec le MatA. Des exemples d'échantillons déformés sont proposés sur la Figure 109 avec les essais réalisés avec la presse hydraulique (JUH0024) et le lanceur THOR en impact direct (TH0041). Les illustrations montrent une déformation homogène de l'échantillon aussi bien avec la presse qu'en impact direct. L'énergie motrice de la presse n'a pas permis d'écraser l'échantillon à la cote théorique souhaitée (10.73mm au lieu de 10.00mm) contrairement aux impacts directs où l'énergie cinétique de l'impacteur était suffisante dans les deux cas.

Tableau 10 : MatA - Synthèse des essais d'élaboration dynamique entre 11 et 4350s⁻¹

Moyen	# Essai	Dimensions (mm)				Déformation vraie (%)	Vitesse de déformation exp. (s ⁻¹)*
		Initiales		Finales			
		Ø	Ep.	Ø	Ep.		
Presse JUPITER hydraulique	JUH0024	36.02	12.01	38.25	10.73	11.3	11
Lanceur THOR	TH0032	35.96	12.02	40.00	10.00	18.4	2496
	TH0025	35.96	12.04	39.84	9.93	19.3	4344

* valeur initiale obtenue à partir de l'épaisseur initiale de l'échantillon et de la vitesse d'impact

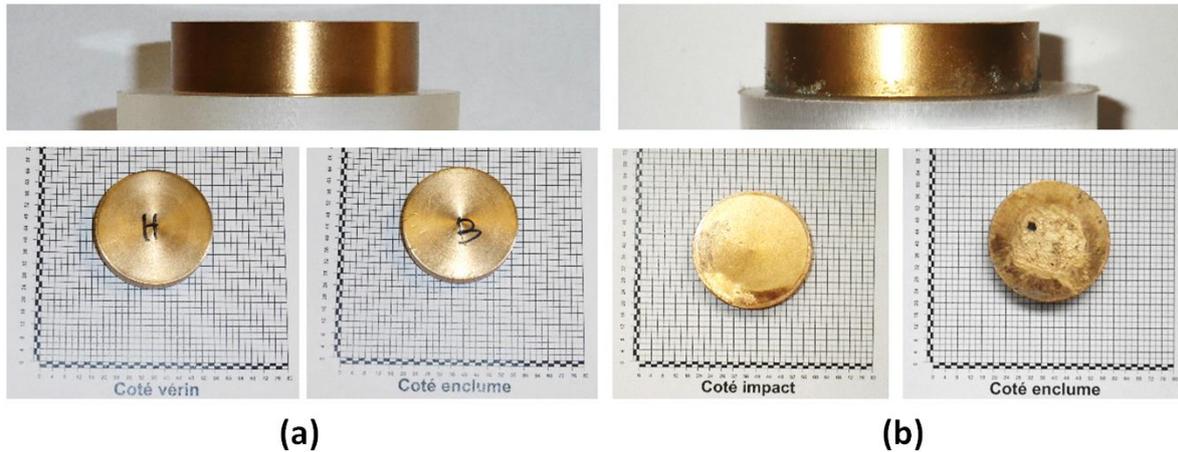


Figure 109 : Illustrations des disques élaborés du MatA avec des vues de la tranche, coté vérin et coté enclume pour l'essai JUH0024 (a) et l'essai TH0042 (b)

1.2. Courbes d'écoulements déduites et régimes de déformations

Les résultats obtenus avec la presse dynamique en termes de contrainte de Von Mises et de vitesse de déformation au cours de l'élaboration en fonction de la déformation plastique vraie sont proposés sur la Figure 110 et la Figure 111 pour les élaborations en impact direct. Pour ces derniers, les courbes d'écoulements et les vitesses de déformation subies par l'échantillon sont évaluées par recalage des signaux de vitesses avec le modèle analytique en considérant que le matériau étudié suit une loi d'écoulement de type Ludwick spécifique à chaque vitesse de déformation ($\sigma = A + B \epsilon_p^n$ avec A, B et n constantes).

Il est rappelé que le modèle analytique considère toutes les pièces comme indéformables à l'exception de l'échantillon et que la face arrière de ce dernier reste fixe pendant toute la compression. Les courbes d'écoulements en impact direct constituent donc une première approximation des courbes d'écoulement à l'échelle macroscopique du matériau. Ces courbes seront affinées avec les simulations LSDYNA [129] et un modèle de comportement plus complexe dans un paragraphe dédié.

En dehors des essais à la presse dynamique qui indiquent une triple oscillation lors de la phase d'écrasement (Figure 110-a), les courbes de vitesses de déformations pour les essais en impacts directs sont légèrement décroissantes au fur et à mesure de la compression (Figure 111-b).

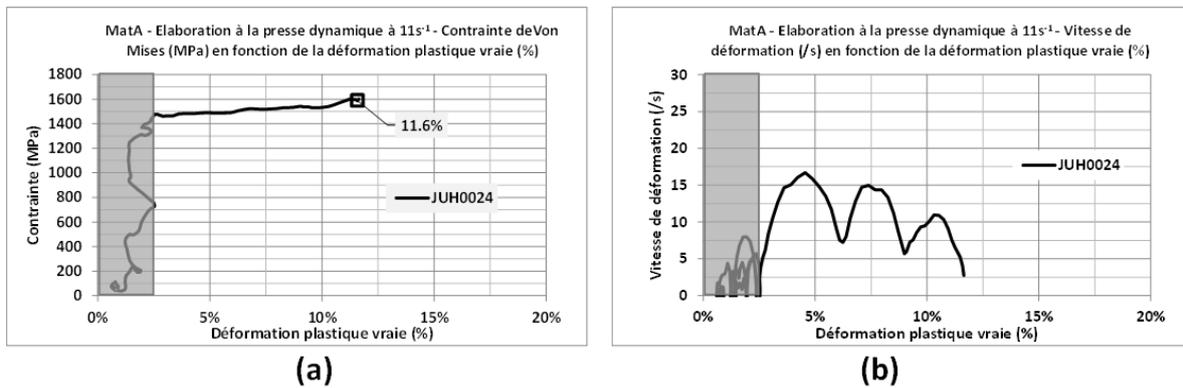


Figure 110 : MatA – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (en /s) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrée lors de l'élaboration à la presse dynamique à $\sim 11s^{-1}$ (JUH0024)

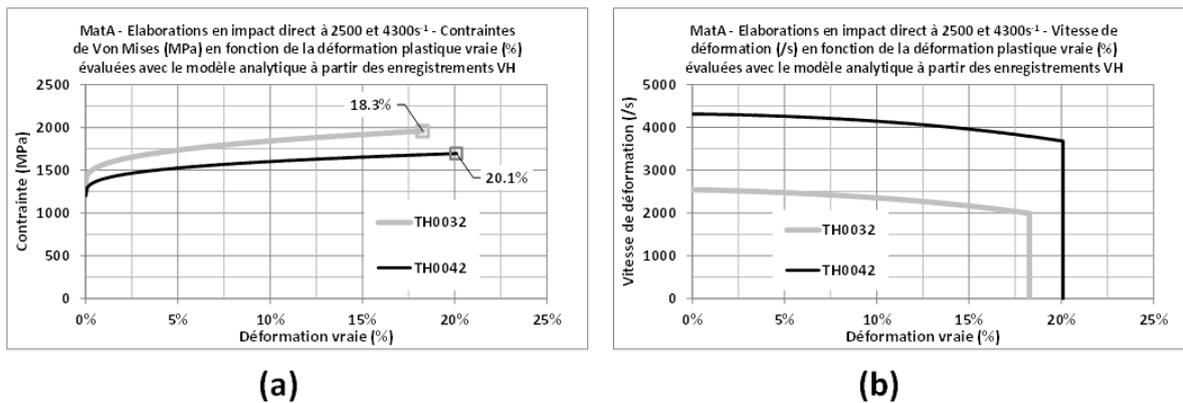


Figure 111 : MatA – Contrainte de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (en /s) en fonction de la déformation plastique vraie (%) évaluées à l'aide du modèle analytique et la loi de Ludwick après recalage des signaux VH enregistrés lors des élaborations à 2500 et 4300s⁻¹

1.3. Synthèse des élaborations du MatA

La Figure 112 montre une comparaison état initial / élaborations réalisées des courbes d'écoulements déduites après recalage de lois de type Ludwick [128]. Les limites d'écoulement déduites des lois de Ludwick à 0.0% de déformation plastique vraie sont évaluées à 910, 1180, 1350 et 1450MPa pour les vitesses de déformation de 0.001, 11, 2500 et 4300s⁻¹. Ces valeurs sont de 1371.1, 1555.9, 1841.4 et 1986.0MPa à 10%. Les hypothèses du modèle simplifié ainsi que le modèle de Ludwick qui ne tient pas compte de l'adoucissement thermique induisent cependant une surestimation des courbes d'écoulement. Ceci sera corrigé avec les simulations LSDYNA qui tiendront compte de l'ensemble des phénomènes mis en jeu avec une loi de comportement de type Johnson-Cook [130].

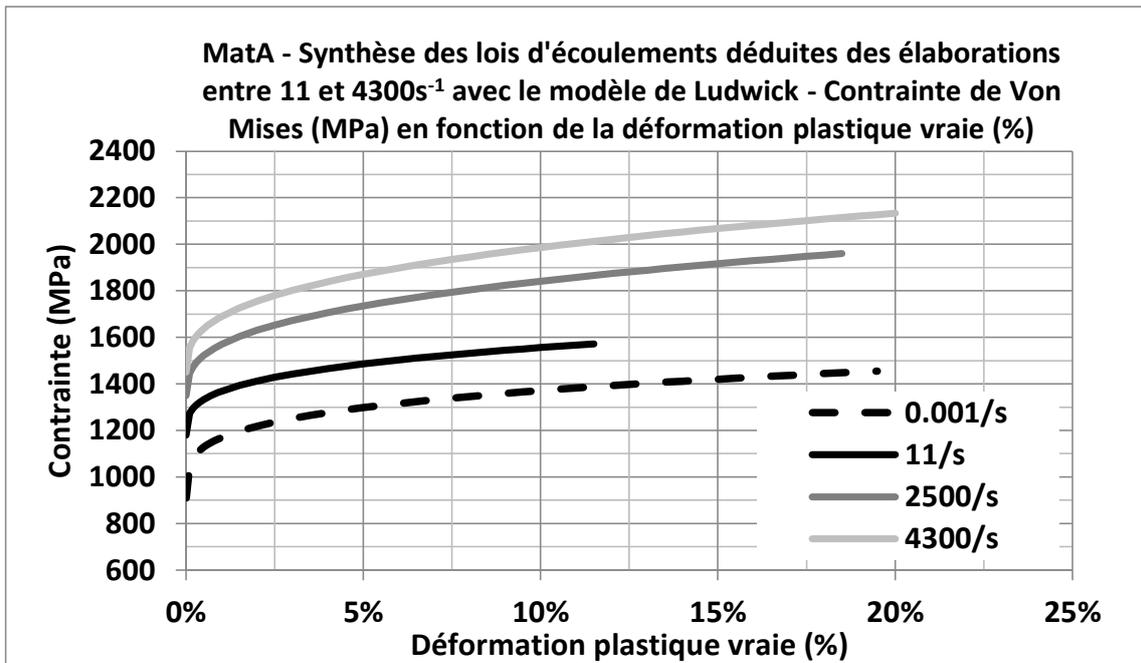


Figure 112 : MataA – Comparaison des contraintes de Von Mises (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déduites des élaborations entre 11 et 4300s⁻¹ par rapport à l'état initial à 0.001s⁻¹

2. Élaborations dynamiques du MataA - Simulations

2.1. Résultats macroscopiques

Les déformations obtenues avec LSDYNA sont très proches des essais, celui à plus haute vitesse est « numériquement » plus comprimé de 2.2% (Tableau 11). Les vitesses de déformations LSDYNA sont inférieures de 15.3% et 16.2% pour les essais à 2500 et 4300s⁻¹ par rapport à la vitesse de déformation initiale au départ de l'essai.

Les contraintes d'écoulements déduites au cœur de ces échantillons au cours de l'élaboration (Figure 113) présentent un fort écrouissage de 1200 à 1500±100MPa jusqu'à 3.0%, puis sont quasi constantes au-delà.

Tableau 11 : MataA - Comparaison essais- simulations pour les élaborations à 2500 et 4300 s⁻¹

# Essai	# LSDYNA	Dimensions finales (mm)				Déformation vraie (%)		Vitesse de déformation (s ⁻¹)	
		Essai		LSDYNA		Essai	LSDYNA*	Essai**	LSDYNA***
		Ø	Ep.	Ø	Ep.				
TH0032	Sim001	40.00	10.00	39.60	9.99	18.4	18.5	2496	2113
TH0042	Sim005	39.84	9.93	40.24	9.71	19.3	21.5	4344	3640

* déterminée à partir des dimensions en fin de simulation

** valeur initiale obtenue à partir de l'épaisseur initiale et de la vitesse d'impact

*** valeur moyenne calculée à partir des courbes numériques de la Figure 115 au sein de l'échantillon au point de mesure décrit sur la Figure 108

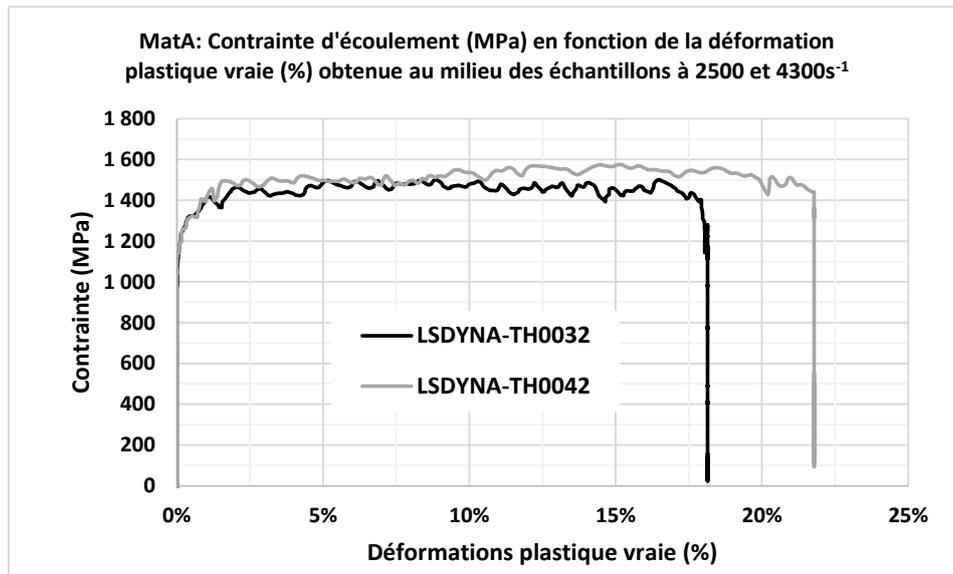


Figure 113: MatA – Courbe d'écoulement (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déterminée par LSDYNA au sein de l'échantillon pour les élaborations à 2500 et 4300s⁻¹

2.2. Profils des signaux de vitesses

Une comparaison essais - modèle analytique – simulation LSDYNA des profils de décélération de l'impacteur en fonction du temps pour les deux essais en impact direct du MatA est proposée sur la Figure 114. Les courbes montrent la bonne adéquation essais - simulations sur cette grandeur, le modèle numérique reproduisant parfaitement les oscillations générées pendant la compression dynamique à contrario du modèle analytique simplifié qui ne peut reproduire l'ensemble de ces variations.

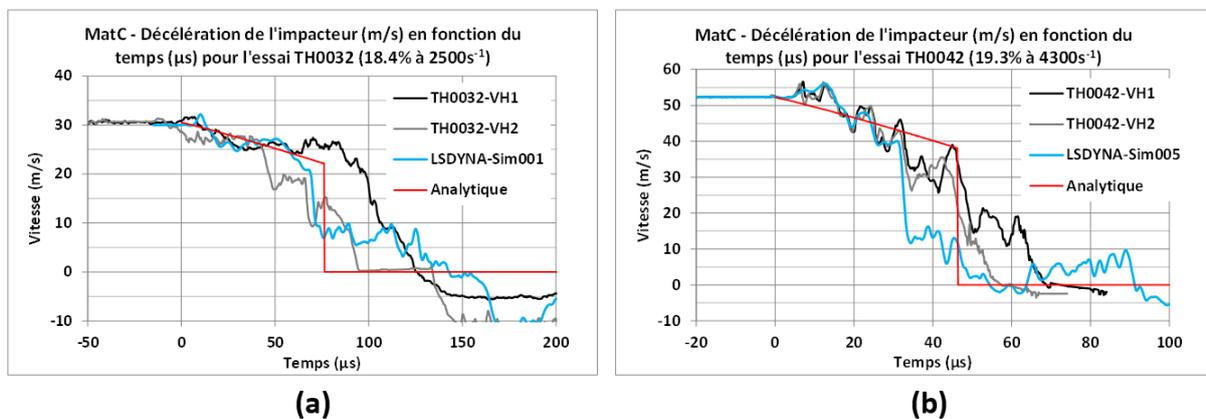


Figure 114 : MatA - Comparaison des profils de décélération de l'impacteur (en m/s) en fonction du temps (en μ s) entre les mesures VH (en noir et gris), les simulations LSDYNA aux droits de ces points de mesures (bleu) et les diagrammes déterminés avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0032 (a) et TH0042 (b)

2.3. Régime de vitesse de déformation

La Figure 115 montre une comparaison des vitesses de déformations. Ces dernières au sein de l'échantillon sont quasi constantes pour l'essai à la plus basse vitesse. L'essai le plus rapide présente une première phase jusqu'à 10% de déformation plastique avec une vitesse de déformation d'environ 3300s⁻¹ suivi d'une seconde, liée à l'impact sur la cale d'arrêt et du retour élastique de l'impacteur pour atteindre une vitesse de déformation qui oscille autour de 4000s⁻¹. Ces courbes d'évolution à cœur sont assez proches de celles déterminées avec le modèle

analytique simplifié même si ce dernier ne peut retranscrire le comportement en flexion de l'impacteur le plus fin de l'essai le plus dynamique TH0042 (Figure 115 -b).

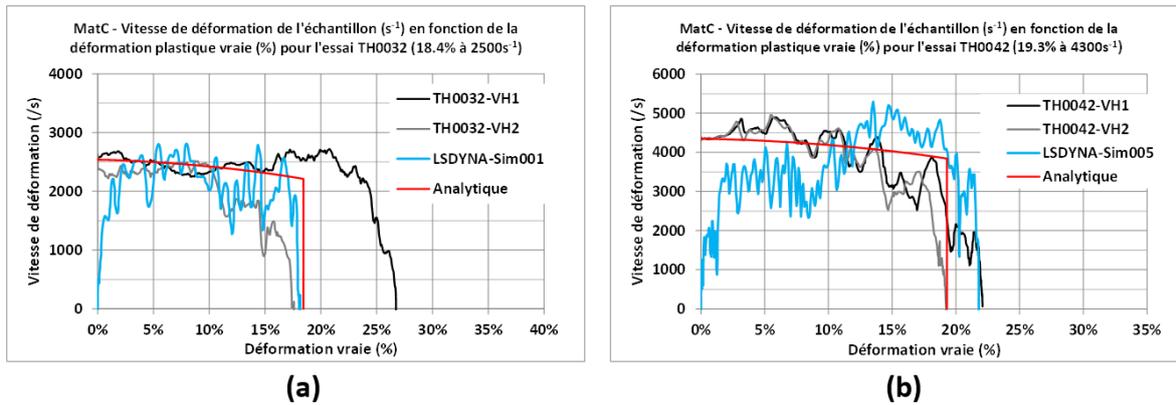


Figure 115 : MatA - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μ s) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0032 (a) et TH0042 (b)

2.4. Homogénéité de déformation et élévation de température

Les cartographies de déformations plastiques finales obtenues en fin de simulation pour les deux élaborations en impact direct sont proposées sur la Figure 116. L'axe de révolution est vertical, l'impacteur est en haut (gris foncé), l'enclume en bas (gris clair), les géométries initiales sont symbolisées en traits rouges. Ces images montrent un début de localisation de plastification suivant les arêtes, mais ces champs de déformations plastiques sont relativement uniformes avec des incertitudes absolues de déformation plastique respectivement de 1.25 et 1.0% (par rapport à la déformation macroscopique ~20.0%) pour les élaborations à 2500 et 4300s⁻¹.

Les élévations de température issues des simulations sont évaluées à 79 et 95±4K pour ces configurations en impact direct à 2500 et 4300±150s⁻¹.

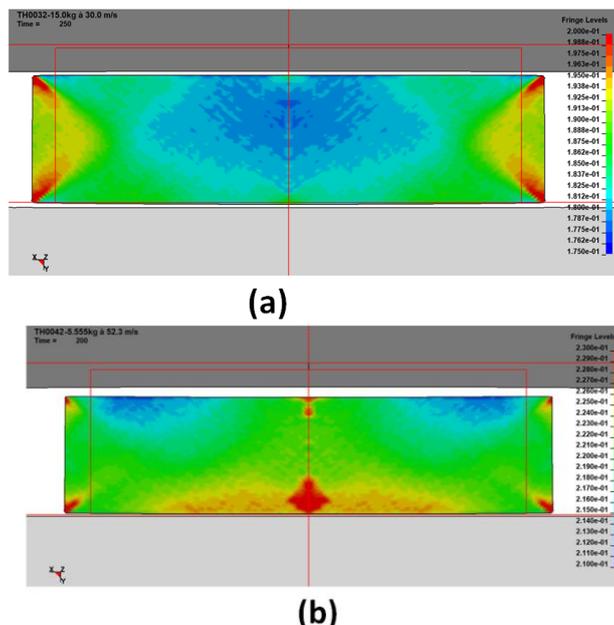


Figure 116 : Déformations plastiques finales obtenues pour le MatA avec LSDYNA de l'essai TH0032 (a) et TH0042 (b) (axe de révolution vertical, impacteur en gris foncé, enclume en gris clair, les géométries initiales sont symbolisées en traits rouges)

3. Élaborations dynamiques du MatB - Essais

3.1. Résultats macroscopiques

Le Tableau 12 ci-dessous synthétise les conditions d'élaboration et les résultats obtenus des disques élaborés avec le MatB. Des exemples d'échantillons déformés sont proposés sur la Figure 117 avec les essais réalisés avec la presse hydraulique (JUH0023) et le lanceur THOR en impact direct (TH0041).

Tableau 12 : MatB - Synthèse des essais d'élaboration dynamique entre 11 et 4200s⁻¹

Moyen	# Essai	Dimensions (mm)				Déformation vraie (%)	Vitesse de déformation exp. (s ⁻¹)*
		Initiales		Finales			
		Ø	Ep.	Ø	Ep.		
Presse JUPITER hydraulique	JUH0023	36.17	12.02	38.58	10.58	12.8	11
	TH0039	35.97	12.02	39.53	10.14	17.0	2213
Lanceur THOR	TH0043	35.94	12.02	39.97	9.85	19.9	4193

* valeur initiale obtenue à partir de l'épaisseur initiale de l'échantillon et de la vitesse d'impact

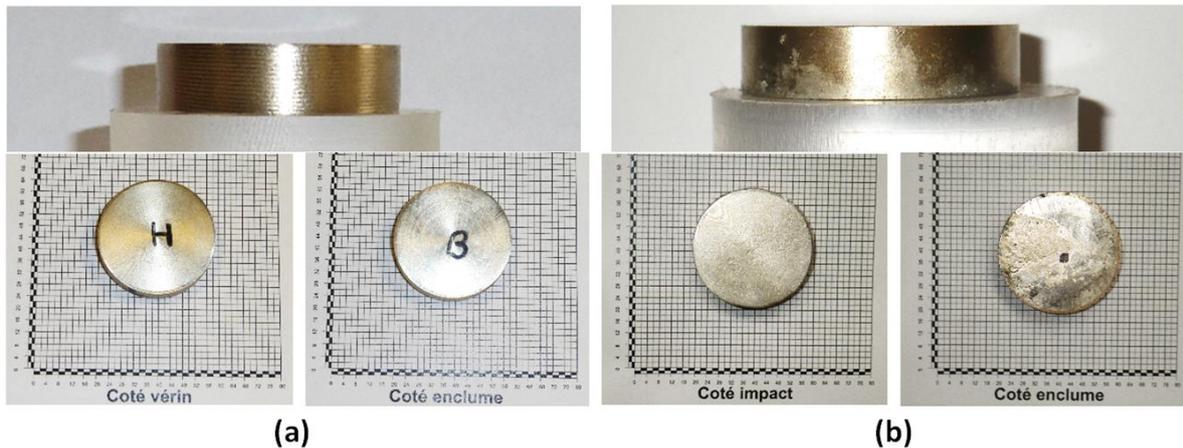


Figure 117 : Illustrations des disques élaborés du MatB avec des vues de la tranche, côté vérin en côté enclume pour l'essai JUH0023 (a) et l'essai TH0043 (b)

3.2. Courbes d'écoulements déduites et régimes de déformations

En dehors de l'essai à la presse dynamique qui indique une double oscillation lors de l'élaboration (Figure 118-b), les courbes de vitesses de déformations pour les essais en impacts directs montrent une diminution significative et continue (avec une loi de Ludwick) au fur et à mesure de la compression pour les élaborations en impact direct (Figure 119-b).

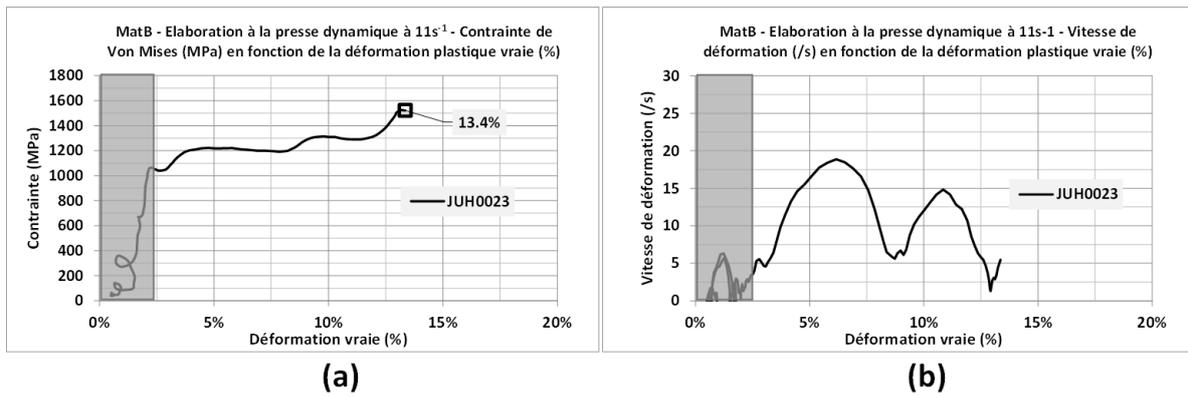


Figure 118 : MatB – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (s^{-1}) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrées lors de l'élaboration réalisée à la presse dynamique

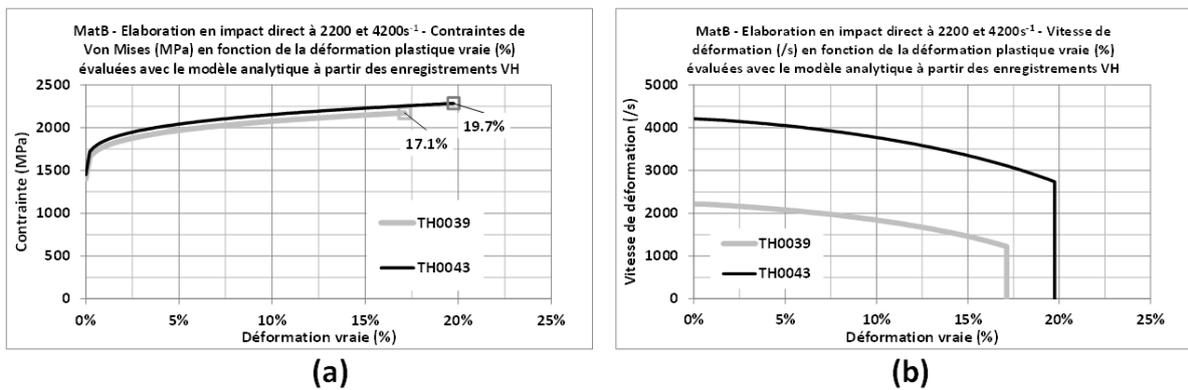


Figure 119 : MatB – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (s^{-1}) en fonction de la déformation plastique vraie (%) évaluées avec le modèle analytique et la loi de Ludwick par recalage des signaux de vitesses obtenues lors de l'élaboration réalisée en impact direct

3.3. Synthèse des élaborations du MatB

La Figure 120 montre une comparaison par rapport à l'état initial des courbes d'écoulements déduites des élaborations réalisées après recalage de lois de type Ludwick [55]. Les limites d'écoulement déduites de ces lois à 0.0% de déformation plastique vraie sont évaluées à 850, 900, 1400 et 1450MPa pour les vitesses de déformation de 0.001, 11, 2200 et 4200s⁻¹. Ces valeurs sont de 1169.3, 1308.0, 2074.8 et 2152.9MPa à 10%. À l'instar du MatA, les courbes d'écoulement pour les impacts directs seront réévaluées par simulations numériques dans le paragraphe suivant.

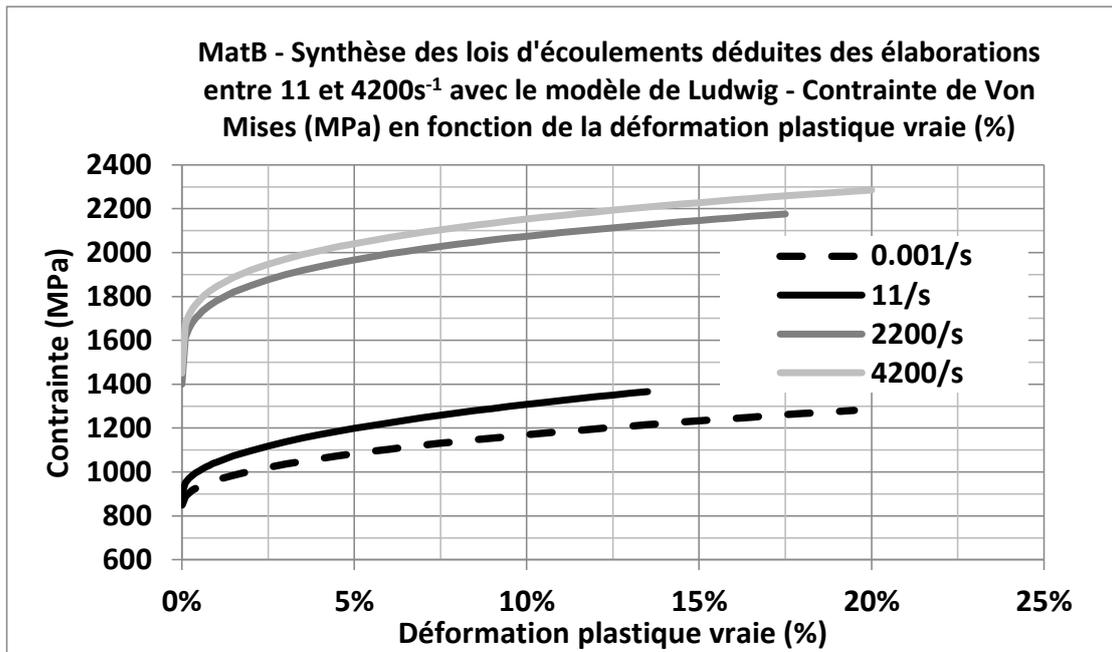


Figure 120 : MatB – Comparaison des lois d'écoulement déduites des élaborations entre 11 et 4200s⁻¹ par rapport à l'état initial à 0.001s⁻¹ en termes de contrainte de Von Mises (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%)

4. Élaborations dynamiques du MatB - Simulations

4.1. Résultats macroscopiques

Les déformations obtenues avec LSDYNA sont inférieures d'environ 1.1% à celles des essais tout comme les vitesses de déformations moyennes (au cœur de l'échantillon) le sont de 21.8% et 24.1% pour les essais à 2200 et 4200s⁻¹ par rapport à celle ciblée au départ (Tableau 13).

Les contraintes d'écoulements (Figure 121) augmentent de 1300 à 1700MPa jusqu'à 5.0% de déformation puis diffèrent pour les deux essais : elle reste constante pour l'essai à 2200s⁻¹, mais continue de croître jusqu'à 1800MPa – 16.0% avant de décroître légèrement à 1700MPa -19.0% pour l'essai à 4200s⁻¹. Cette différence s'explique en partie par les différences des profils de vitesses de déformation entre les deux essais tels qu'il sera présenté par la suite.

Tableau 13 : MatB - Comparaison essais- simulations pour les élaborations à 2200 et 4200 s⁻¹

# Essai	# LSDYNA	Dimensions finales (mm)				Déformation vraie (%)		Vitesse de déformation (s ⁻¹)	
		Essai		LSDYNA		Essai	LSDYNA*	Essai**	LSDYNA***
		Ø	Ep.	Ø	Ep.				
TH0039	Sim001	39.53	10.14	39.06	10.26	17.0	15.8	2213	1731
TH0043	Sim005	39.97	9.85	39.80	9.93	19.9	18.9	4193	3182

* déterminée à partir des dimensions en fin de simulation

** valeur initiale obtenue à partir de l'épaisseur initiale et de la vitesse d'impact

*** valeur moyenne calculée à partir des courbes numériques de la Figure 122 au sein de l'échantillon au point de mesure décrit sur la Figure 108

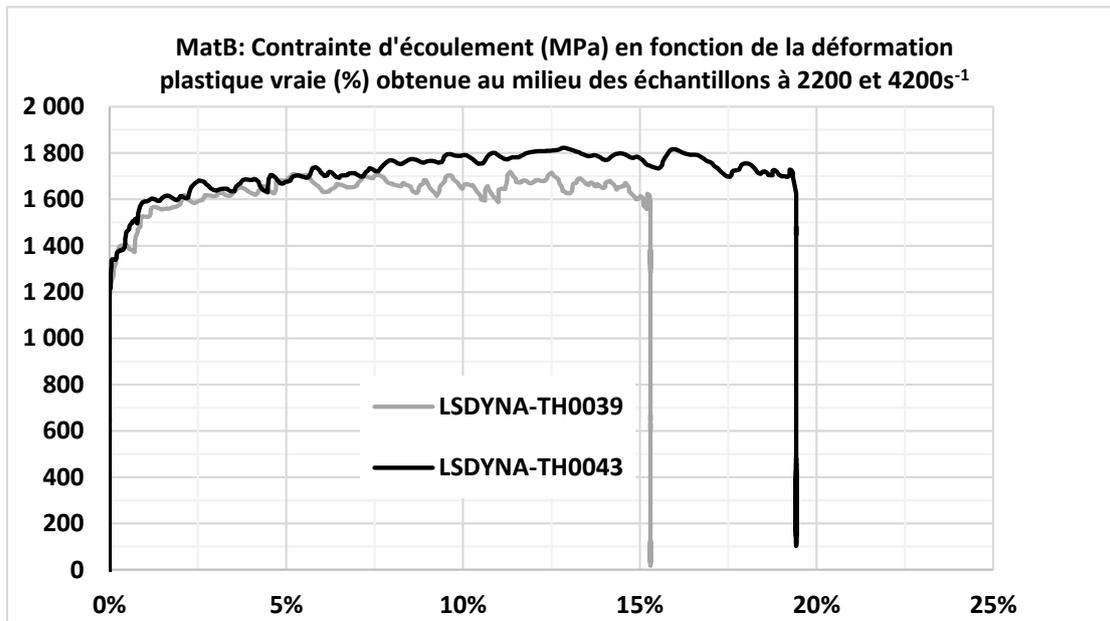


Figure 121 : MatB – Courbe d'écoulement (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déterminée par LSDYNA au sein de l'échantillon pour les élaborations à 2200 et 4200s⁻¹

4.1. Profils des signaux de vitesses

Les profils de décélération de l'impacteur sont bien reproduits par LSDYNA bien que les vitesses de déformations calculées à cœur soient inférieures à celles issues des profils de mesures VH qui ne tiennent pas compte de la flexion des pièces et du recul de l'enclume (Figure 122).

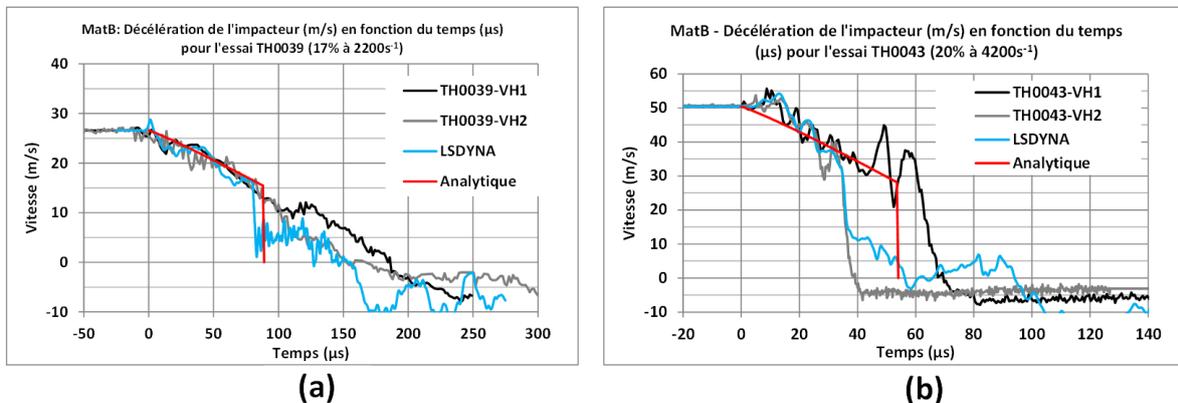


Figure 122 : MatB - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μ s) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0039 (a) et TH0043 (b)

4.2. Régime de vitesse de déformation

L'évolution des vitesses de déformation au cœur de l'échantillon est quasi-constante avec un régime d'oscillations autour de 1700s⁻¹ pour l'essai le moins rapide, et présente un double chargement pour l'essai le plus rapide avec une première phase à 2900s⁻¹ jusqu'à 9% de déformation plastique suivie d'une seconde générée par l'impact sur la cale d'arrêt et le retour élastique de l'impacteur pour atteindre une vitesse oscillante autour de 3500s⁻¹.

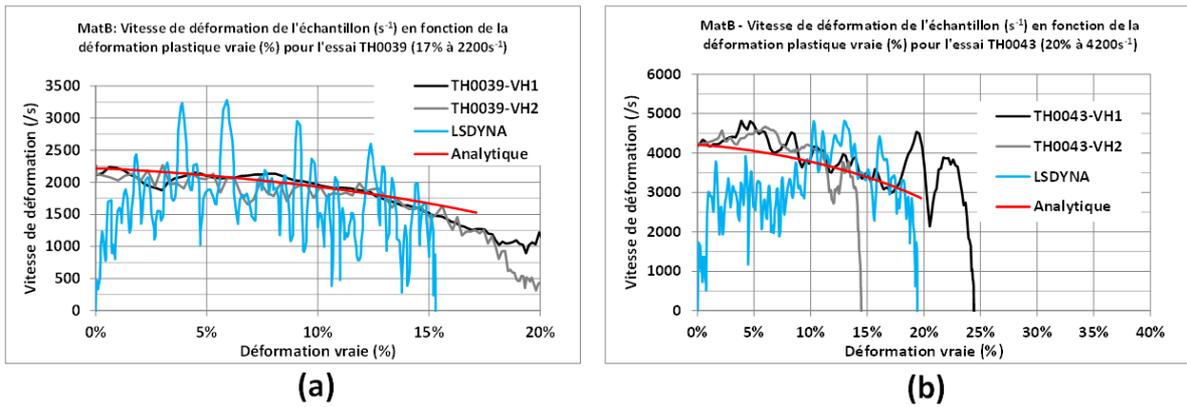


Figure 123 : MatB - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μ s) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0039 (a) et TH0043 (b)

4.3. Homogénéité de déformation et élévation de température

Les cartographies finales des déformations plastiques obtenues en fin de simulation des deux élaborations en impact direct révèlent des champs de déformations plastiques uniformes avec des incertitudes absolues de 1.5% respectivement pour les deux élaborations réalisées à $\pm 17.3\%$.

Les élévations de température issues des simulations sont évaluées à 76 et 97K ± 4 K pour ces configurations en impact direct à 2200 et 4200 ± 150 s $^{-1}$.

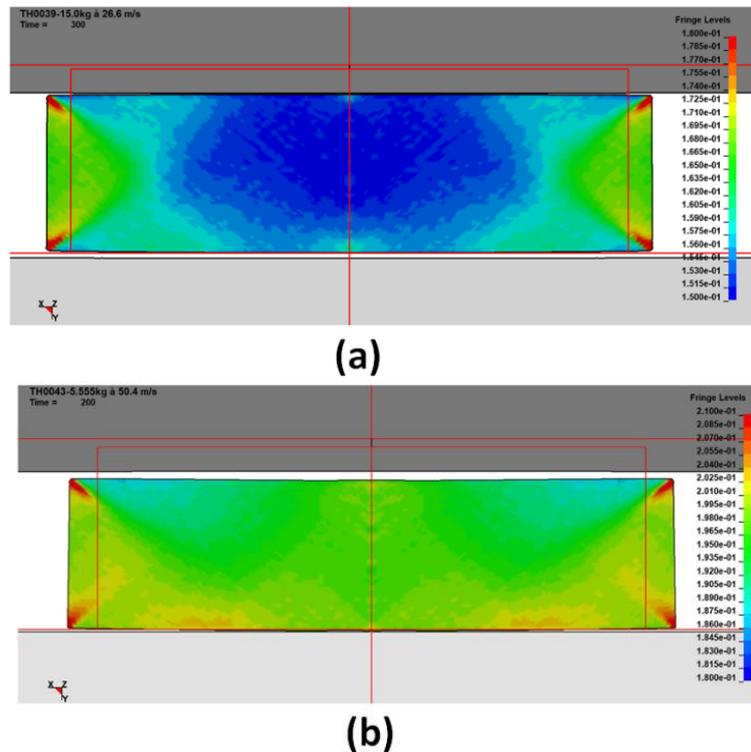


Figure 124 : Déformations plastiques finales obtenues pour le MatB avec LSDYNA de l'essai TH0039 (a) et TH0043 (b) (axe de révolution vertical, impacteur en gris foncé, enclume en gris clair, les géométries initiales sont symbolisées en traits rouges)

5. Synthèse des élaborations dynamiques et des simulations

Ce chapitre a présenté les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour les deux alliages de cuivre MatA et MatB respectivement à durcissement structural et par décomposition spinodale.

Les essais ont montré une bonne homogénéité de déformation que ce soit avec la presse hydraulique ou en impact direct.

Un modèle analytique simplifié de cinétique de compression des échantillons reposant sur la seconde loi de Newton et avec une loi de comportement de type Ludwick a permis dans un premier temps d'évaluer les courbes d'écoulement et les régimes de déformations associés à ces essais.

Les recalages effectués avec seulement ce modèle analytique surestiment tous les courbes d'écoulement des matériaux de par la réponse élastique de l'impacteur ainsi que du déplacement et de l'effet de poinçonnement sur l'enclume support de l'échantillon. Cette surestimation a donc nécessité l'utilisation de simulations numériques pour appréhender au mieux la réponse dynamique de tous les éléments du dispositif. Cet écart entre le modèle analytique simplifié et les signaux enregistrés est d'autant plus fort que le matériau à déformer suit une courbe d'écoulement élevée et/ou que l'impacteur possède une flexibilité importante et que l'échantillon à déformer est d'un diamètre initial réduit.

Les élaborations dynamiques en impacts directs ont été simulées avec le logiciel de dynamique rapide aux éléments finis explicites LSDYNA avec le modèle de type Johnson-Cook avec prise en compte des effets de vitesse et d'adoucissement thermique pour chacun des matériaux comprimés pour retrouver les déformations finales et les profils de vitesses enregistrés au niveau de l'impacteur lors des essais. Les simulations numériques ont également permis d'évaluer les régimes de vitesses de déformations au cœur des échantillons ainsi que les homogénéités des déformations plastiques au sein de ces derniers.

Les simulations effectuées montrent néanmoins un bon recalage des dimensions finales des échantillons ainsi qu'un mode de déformation à vitesse de déformation quasi-constante au cœur de l'échantillon pour toutes les configurations envisagées pour le MatA et le MatB. Les élaborations à plus hautes vitesses ont dévoilé des chargements en deux phases induits par la flexion en cours d'essai de l'impacteur qui limite dans un premier temps la vitesse de déformation puis l'amplifie lorsque l'impacteur est stoppé par la cale d'arrêt en périphérie ce qui, tel un coup de fouet recomprime fortement le centre de l'échantillon.

Les cartographies des champs de déformations plastiques des échantillons post-élaborations dynamiques indiquent une bonne homogénéité de plasticité au sein des échantillons en regard des déformations dynamiques et des temps pendant lesquels tout le processus est effectué. Les incertitudes absolues sont généralement inférieures à 1.5%. En effet, à contrario des méthodes conventionnelles de déformations où les cycles d'écrasements ont des temps caractéristiques de quelques dizaines de millisecondes à quelques secondes, les cycles complets de déformations en impact direct sont compris entre 50 et 500 μ s ce qui permet de relativiser cette notion de déformation homogène avec la méthode de déformation par impact direct qui allie physique des chocs et grandes déformations dynamiques rapides.

Le chapitre suivant va détailler les caractérisations mécaniques et microstructurales obtenues sur ces matériaux élaborés dynamiquement. Les résultats seront comparés avec ceux des états métallurgiques initiaux, pour estimer les gains potentiels de la méthode d'élaboration mise en œuvre dans le cadre des présents travaux.

Bibliographie du chapitre IV

- [128] P. Ludwick, Element der Technologischen Mechanik, Springer, (1909)
- [129] <https://www.lstc.com/products/ls-dyna>
- [130] G. R. Johnson et W. H. Cook. In: Proc. 7th International Symposium on Ballistics, p541–547 (1983)

Chapitre V : Caractérisations mécaniques et microstructurales post élaboration en régime dynamique

1. Caractérisation post élaboration en régime dynamique du MatA

En introduction, nous rappelons que le MatA est un alliage cuprobéryllium à 2% massique de Béryllium ([131]) dont les caractéristiques de l'état métallurgique ont été présentées dans le paragraphe 1 du chapitre III.

1.1. Caractérisation mécanique

1.1.1. Essais de compression quasi statique

Les courbes d'écoulement de l'ensemble des essais de compression quasi statiques ($0.001s^{-1}$) et à température ambiante du MatA sont proposées sur la Figure 125 en vue large et sur la Figure 126 en vue de détail. Par rapport à l'état initial, les courbes des états élaborés présentent toutes une augmentation de la limite d'écoulement notamment aux plus faibles niveaux de plasticité. La contrainte d'écoulement initialement de 1124MPa à 0.5% de déformation plastique atteint des valeurs de 1409, 1439 et 1446MPa après élaboration à 11, 2500 et $4300s^{-1}$ soit un gain compris entre 285 et 312MPa.

Cependant on peut constater que leurs évolutions ultérieures présentent toutes un taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) négatif après seulement 0.7% de déformation plastique vraie, ce qui est illustré sur la Figure 127. À cette valeur de plasticité, le gain en contrainte d'écoulement est de 70MPa avec l'élaboration dynamique en impact direct (courbes rouge et orange élaborées à $2500s^{-1}$, verte à $4300s^{-1}$) par rapport aux disques élaborés à la presse dynamique (courbes bleues à $11s^{-1}$). Les contraintes d'écoulement des états élaborés deviennent par contre inférieures à celles de l'état initial au-delà de $13.0\pm 3\%$ de déformation plastique vraie pour toutes les élaborations dynamiques réalisées. Ce type d'adoucissement est généralement observé quand il y a saturation de dislocations ou lorsque le matériau présente des petites tailles de cristallites (ou domaine cohérent de diffraction) tel que vu précédemment sur les matériaux après élaborations SPD par Sun [132] et Huang [133] en ECAE ou Suo [134] en ECAP sur des alliages d'aluminium par exemple.

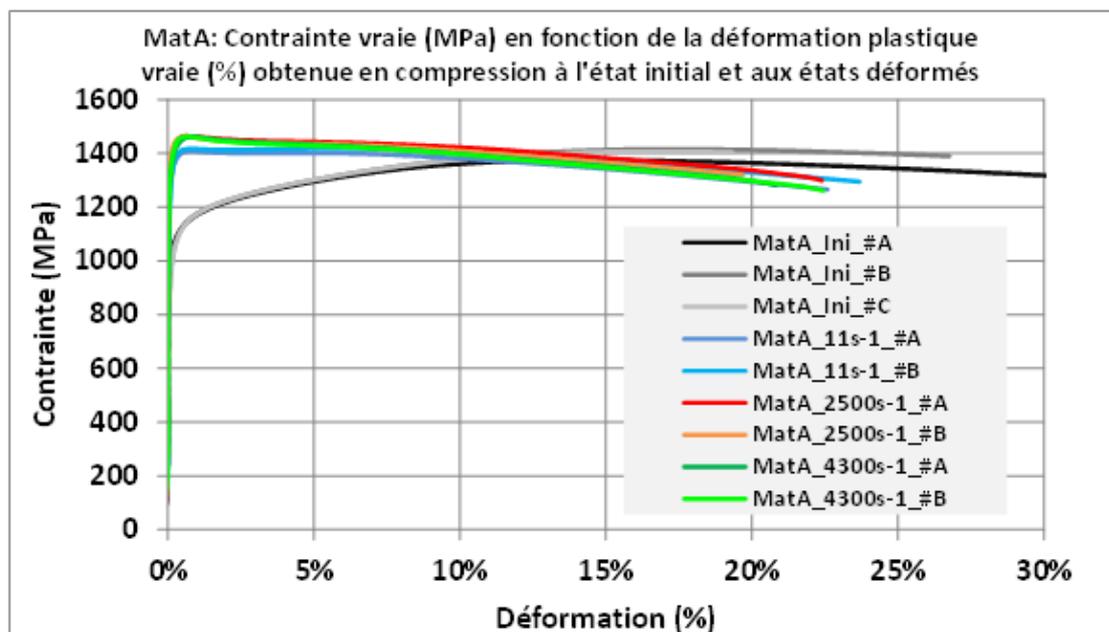


Figure 125 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4300s^{-1}$ des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large

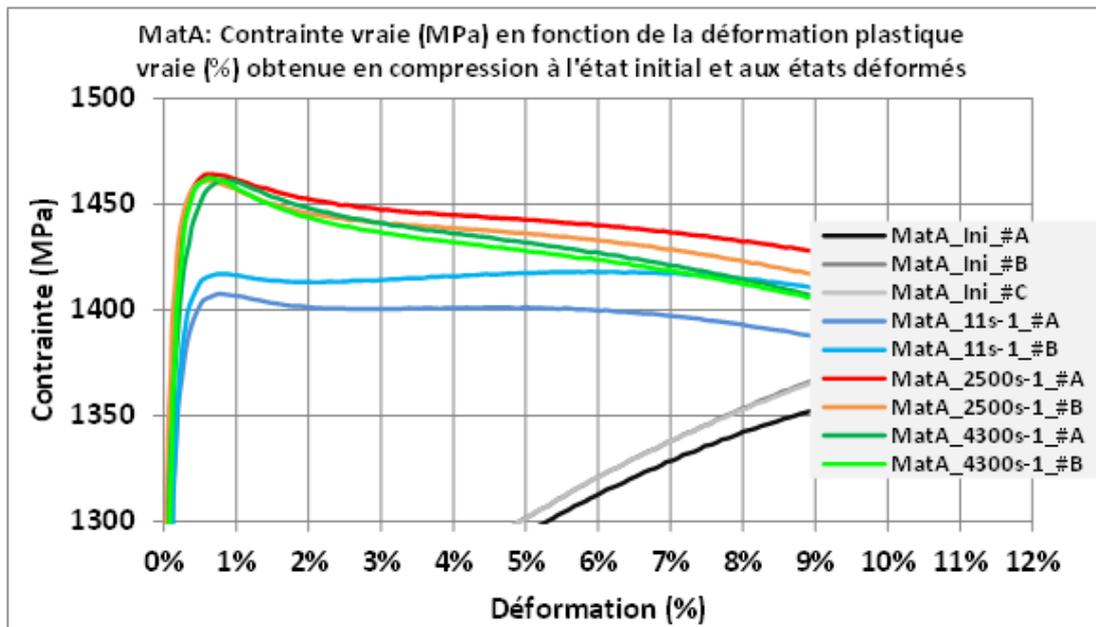


Figure 126 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b)

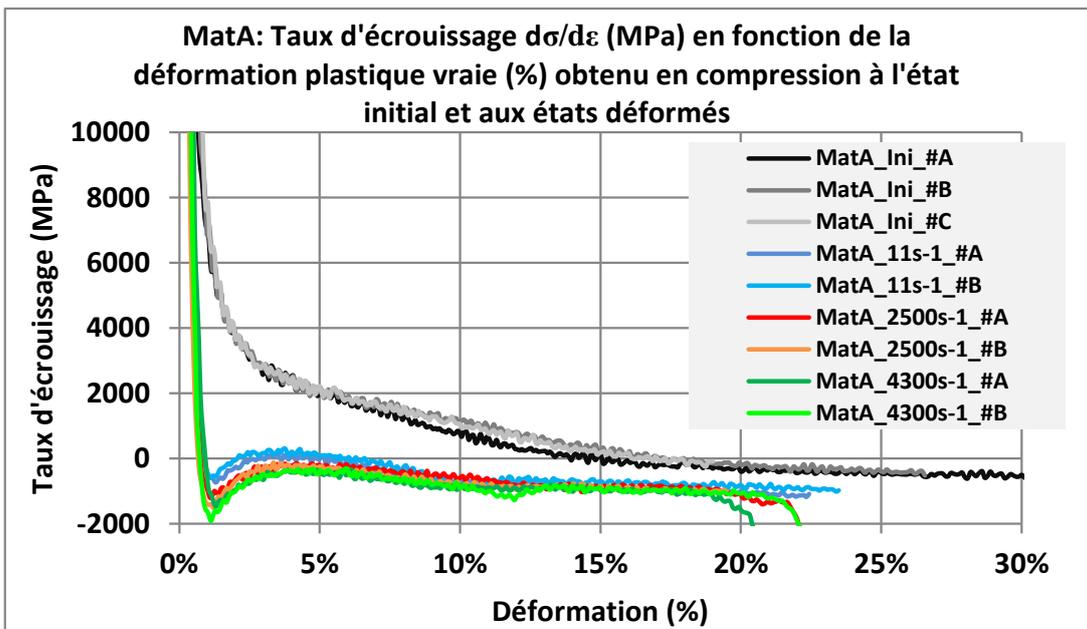


Figure 127 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des taux d'écroissage ($d\sigma/d\varepsilon$) obtenus en compression

Les évolutions des contraintes d'écoulement ainsi que les rapports de la contrainte d'écoulement à l'état élaboré sur la contrainte d'écoulement à l'état initial ($\sigma_{\text{élaboré}} / \sigma_{\text{état initial}}$) à 2.0, 5.0 et 10.0% de déformation plastique vraie sont présentés sur la Figure 128 aux différentes vitesses d'élaborations. Les évolutions observées dans le régime de vitesses concerné sont quasi indépendantes de la vitesse de déformation. En effet on peut constater que l'élaboration à 11s⁻¹ avec la presse dynamique montre des gains inférieurs à ceux réalisés en impact direct à 2500 et 4300s⁻¹. Ceci est, en première hypothèse, plus vraisemblablement lié au niveau plus faible d'écrasement (11.0%) de cette élaboration comparée à celle effectuée à 2500 (18.0%) et 4300s⁻¹ (19.0%). Pour conclure, les gains obtenus sur ces contraintes d'écoulement sont plus importants aux faibles taux de plasticité (à 2.0% de plasticité) qu'au taux plus importants (à 10.0% de plasticité).

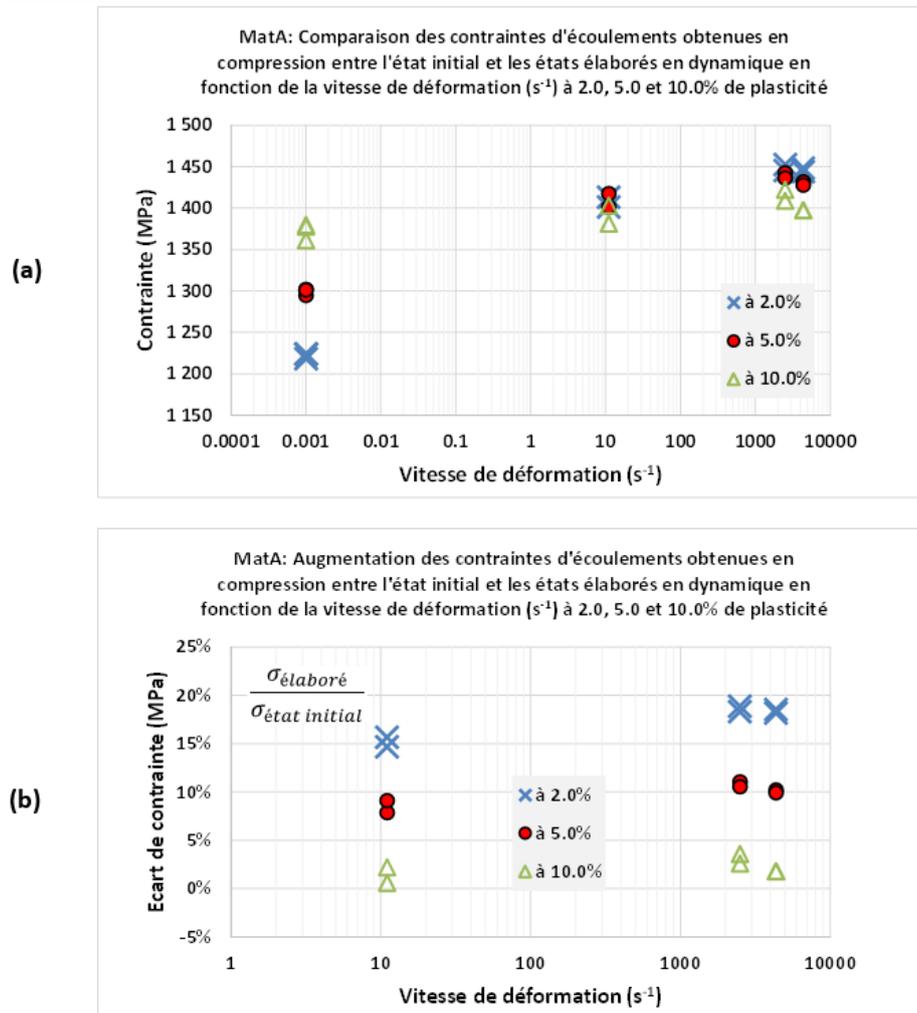


Figure 128 : MatA – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues (a) et en écarts relatifs (b)

L'un des points à noter sur ces essais en régime quasi statique sans changement de trajet de déformation puisque réalisés dans la même direction de sollicitation de l'impact (compression – compression) c'est que la limite d'écoulement post-impact direct est du même niveau que la contrainte d'écoulement évaluée numériquement avec LSDYNA en fin d'élaboration (cf. Figure 113 dans le chapitre IV).

1.1.2. Essais de micro-traction quasi statique

Les éprouvettes de micro-traction ont été prélevées dans la direction orthoradiale telle qu'illustrée sur la Figure 70 du paragraphe 2.2 du chapitre II.

Les courbes d'écoulement obtenues pour le MatA à l'état initial et déformés en micro-traction quasi statiques ($0.001s^{-1}$) et à température ambiante sont présentées sur la Figure 129. Ces courbes montrent une augmentation significative de la contrainte d'écoulement entre 180 et 250MPa au détriment d'une perte de 50% de la ductilité par rapport à l'état initial (de ~ 7.0 à $\sim 3.5\%$). Le taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) qui est strictement positif à l'état initial jusqu'à rupture de l'échantillon ne l'est plus qu'à mi allongement après toutes les élaborations dynamiques (Figure 130). Les élaborations en impact direct donnent des courbes de traction légèrement supérieures à celles obtenues avec la presse hydraulique ($\sim +30$ MPa), mais cette différence est la résultante de l'effet de vitesse d'élaboration combinée au taux de compression plus important atteint avec les essais en impacts directs (18-19% par rapport à 11% avec la presse dynamique).

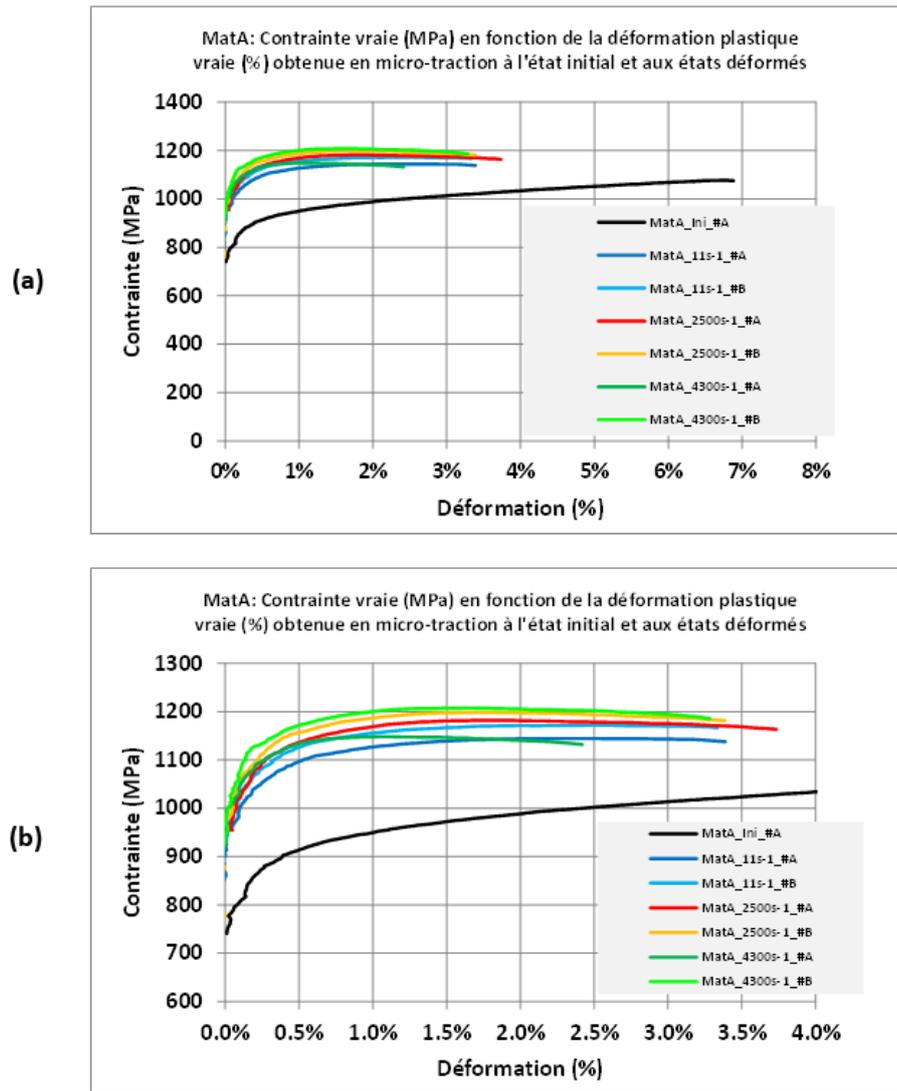


Figure 129 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des courbes d'écoulements obtenues en micro-traction en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b)

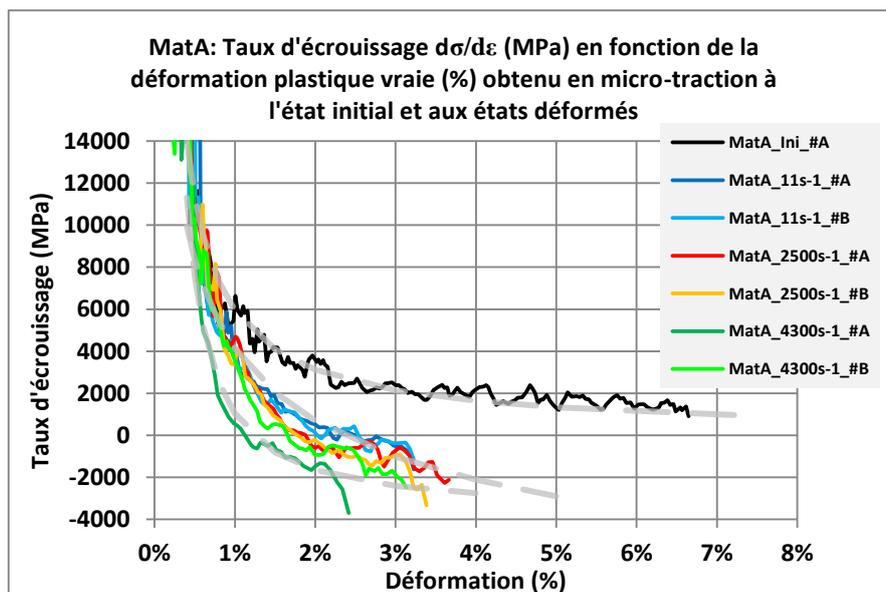


Figure 130 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) en micro-traction

Les graphiques de la Figure 131 synthétisent les évolutions des contraintes d'écoulement obtenues pour des niveaux de plasticité de 0.5, 1.0 et 2.0% entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation lors d'élaboration en écarts absolus (a) et en écarts relatifs (b). Toutes les élaborations montrent des augmentations significatives de ces contraintes d'écoulement par rapport à l'état initial. Ces augmentations sont croissantes avec la vitesse d'élaboration jusqu'à quasi stabilisation entre les élaborations à 2500 et 4200s⁻¹.

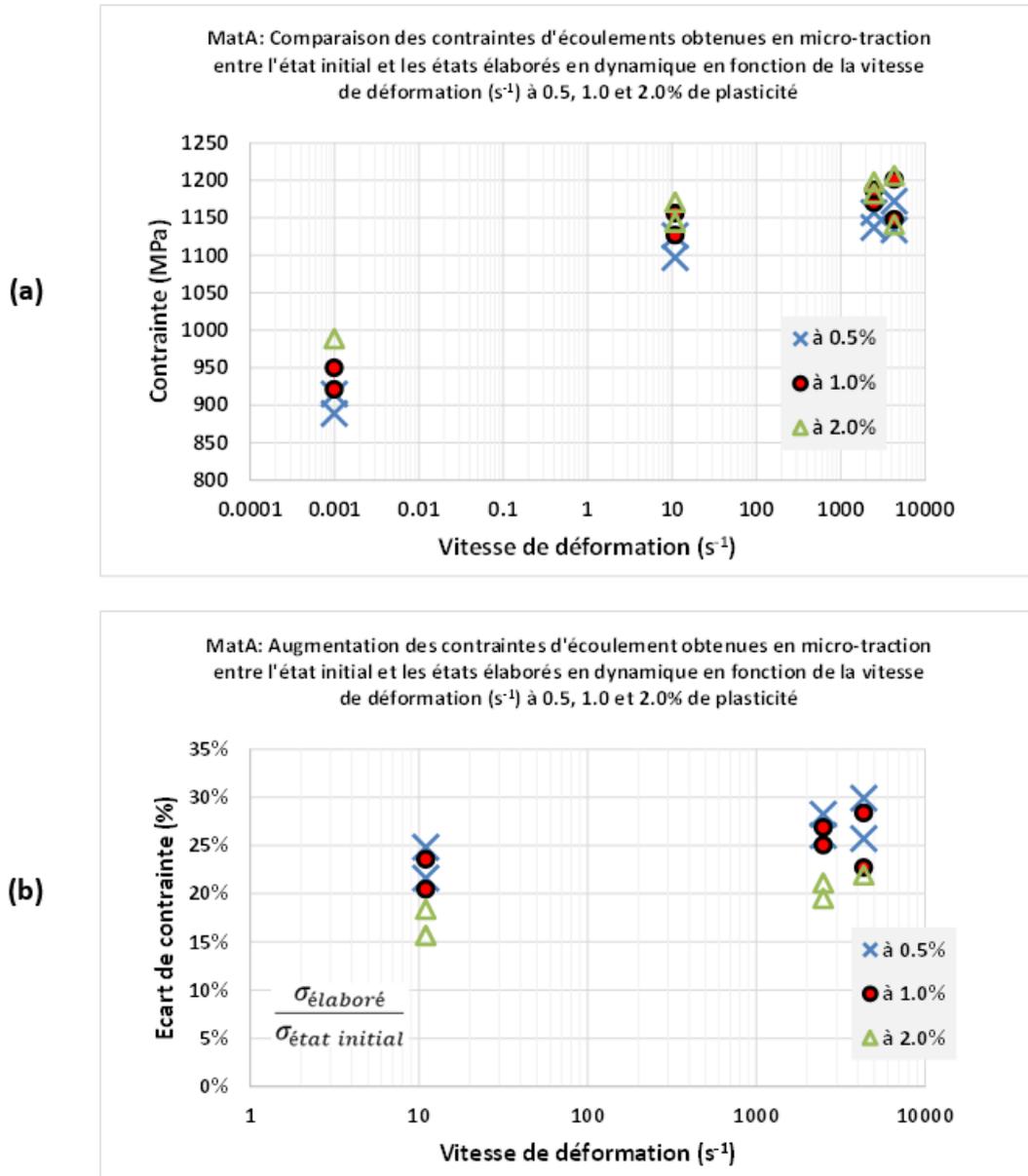


Figure 131 : MatA – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues (a) et en écarts relatifs (b)

1.1.3. Synthèse des caractérisations mécaniques

Les élaborations en impact direct donnent des courbes de traction et de compression légèrement supérieures à celles obtenues avec la presse hydraulique, mais les différences obtenues sont une combinaison de l'effet de vitesse d'élaboration combinée au taux de compression plus important atteint avec les essais en impacts directs (18.0-19.0%) par rapport à 11.0% avec la presse dynamique.

Quels que soient les taux d'écrasement réalisés lors des déformations dynamiques, les gains obtenus sur les contraintes d'écoulement sont plus marqués aux faibles niveaux de déformations

plastiques sur les disques post-élaboration aussi bien en traction dans la direction orthoradiale ($25.8 \pm 4.2\%$ à 0.5% de plasticité) qu'en compression ($16.8 \pm 2.1\%$ à 2.0% de plasticité). Le taux de compression, atteint lors de l'élaboration pour ce matériau semble prépondérant par rapport aux effets de vitesses de ces élaborations.

Notons qu'il existe une différence de comportement notable révélée par les essais post-mortem, en compression ou en micro-traction. Dans un cas, l'évolution du taux de durcissement montre clairement un adoucissement suivi d'une stagnation, puis à nouveau un adoucissement, à la différence de la micro-traction post-mortem qui révèle un durcissement positif jusqu'à rupture. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre consacré à la discussion des résultats.

1.2. Caractérisation microstructurale

1.2.1. Analyses EBSD

Toutes les analyses réalisées en EBSD et qui sont présentées dans ce mémoire ont été réalisées au cœur des échantillons dans un plan parallèle à la face d'impact (plan R- Θ en coordonnées cylindriques comme illustré sur la Figure 67).

Les graphiques de la Figure 132 présentent, par rapport à l'état initial (symbolisé en traits pointillés rouges), l'évolution des diamètres moyens des grains (calculés en aire) après élaboration entre 0.001 et 4300s^{-1} pour un critère de joints de grains à 15° (Figure 132-a) et pour un critère à 5° (Figure 132-b). Les élaborations à 11 et 2600s^{-1} montrent un maintien (avec le critère de 15°) voire une diminution du diamètre moyen des grains par rapport à l'état initial (avec le critère à 5°), le diamètre moyen minimal de $13.7\mu\text{m}$ étant obtenu à 11s^{-1} avec un écrasement de 11.3% avec le critère à 5° . A contrario, le diamètre est légèrement plus important pour les vitesses de déformation de 0.001 et 4300s^{-1} avec le critère de 15° (23.6 et $25.4\mu\text{m}$ pour $17.7\mu\text{m}$ initial) ou de 5° (18.3 et $18.2\mu\text{m}$ pour $16.0\mu\text{m}$ à l'état initial).

La Figure 133 présente ces mêmes évolutions des diamètres moyens de grains pour un cuivre électrolytique recuit après élaboration entre 0.001 et 6060s^{-1} à un écrasement de 50 avec le critère de joints de grains à 15° (Figure 133-a) et pour un critère à 5° (Figure 133-b). Toutes les élaborations montrent une pseudo-augmentation du diamètre moyen des grains par rapport à l'état initial pour les deux critères de sous-joints de grains. Les analyses DRX effectuées sur ce cuivre électrolytique ont cependant montré une diminution des tailles de domaines cohérents de diffraction (ou cristallites) à la vitesse de déformation la plus élevée (6061s^{-1}). Cette taille initialement de 155.4nm n'était plus que de 89.1nm après écrasement à 6061s^{-1} . Ces résultats signifient que de la sous-structuration a pu être générée dans le MatA même si l'évolution du diamètre moyen suivant une observation normale à la direction de l'impact n'affiche pas distinctement une diminution de la taille des grains après élaboration dynamique.

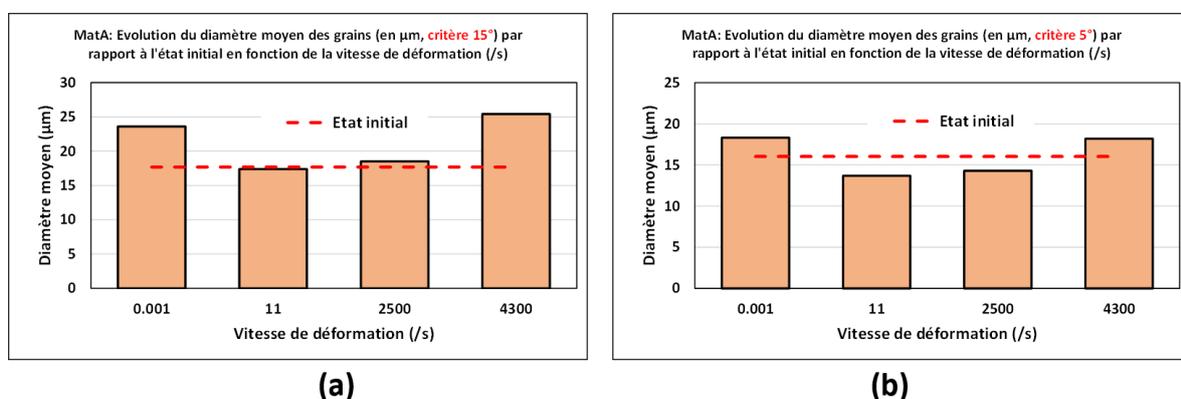


Figure 132 : MatA – Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b)

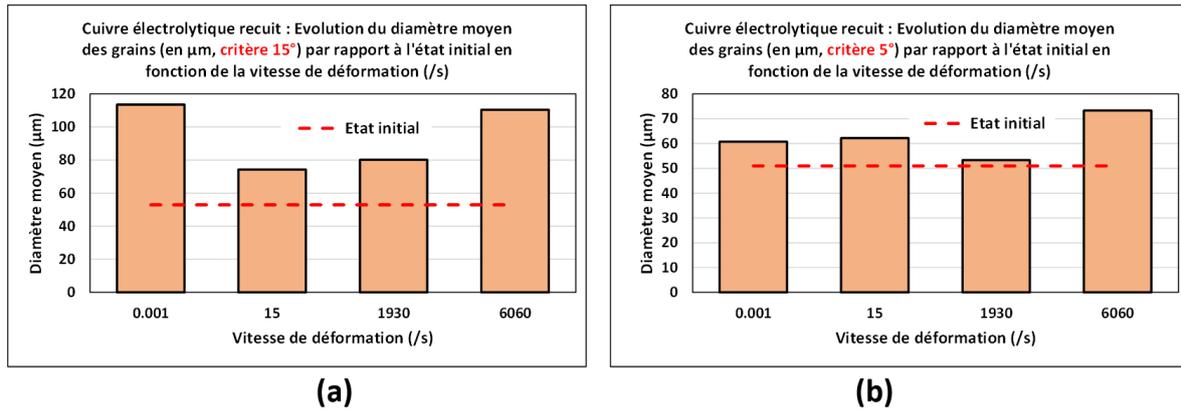


Figure 133 : Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b) pour un cuivre électrolytique recuit, comprimé à 50% de déformation vraie

La Figure 134 montre une comparaison des répartitions entre les joints de grains ($>15^\circ$) et les sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que les joints spéciaux de types $\Sigma 3$ entre l'état initial et les états déformés. Contrairement à l'état initial où les joints de grains généraux étaient prépondérants (66.7%), les sous-joints de grains sont majoritaires pour tous les états déformés avec des proportions croissantes avec la vitesse de déformation. Les joints spéciaux de type $\Sigma 3$ présents initialement avec une proportion de 23.0% du fait du recuit final (cf. Figure 91 du chapitre III) ont complètement disparu pour tous les états déformés. Les cartographies de ces joints (grains, sous-joints et spéciaux de type $\Sigma 3$) sont proposées sur la Figure 135, les illustrations indiquent la localisation de plus en plus marquée des sous-joints de grains en périphérie de grains avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

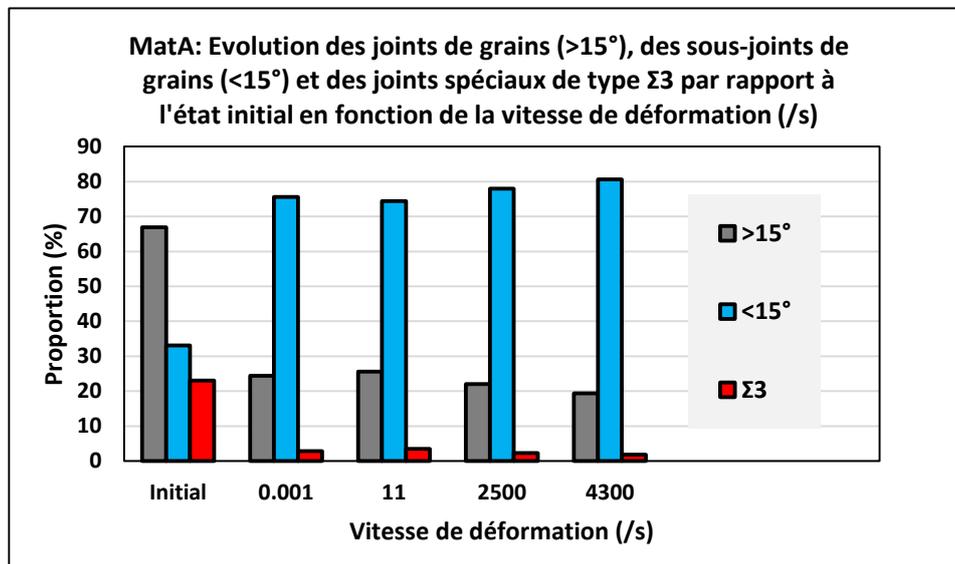


Figure 134: MatA - Proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de types $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1})

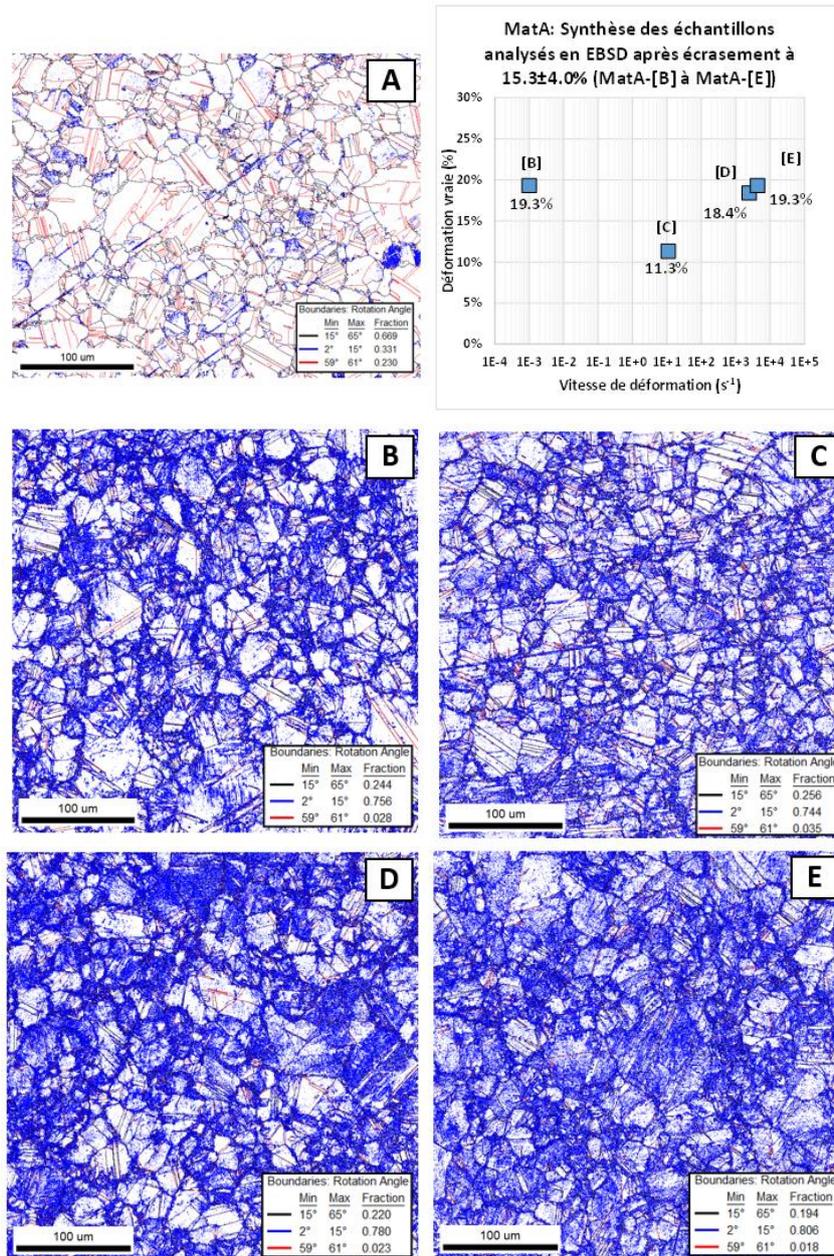


Figure 135 : MatA – Évolution des proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de types $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de $11, 2500$ et $4300s^{-1}$ [C] à [E])

La Figure 136 propose une comparaison des cartographies KAM5 entre l'état initial [A] et les états élaborés ([B] à [E]). Ces cartographies montrent que les déformations, même si elles se localisent partiellement au niveau des joints de grains, sont également présentes au cœur de la majorité d'entre eux. Les illustrations indiquent en plus une localisation croissante de ces déformations aussi bien à cœur qu'en périphérie de grains avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

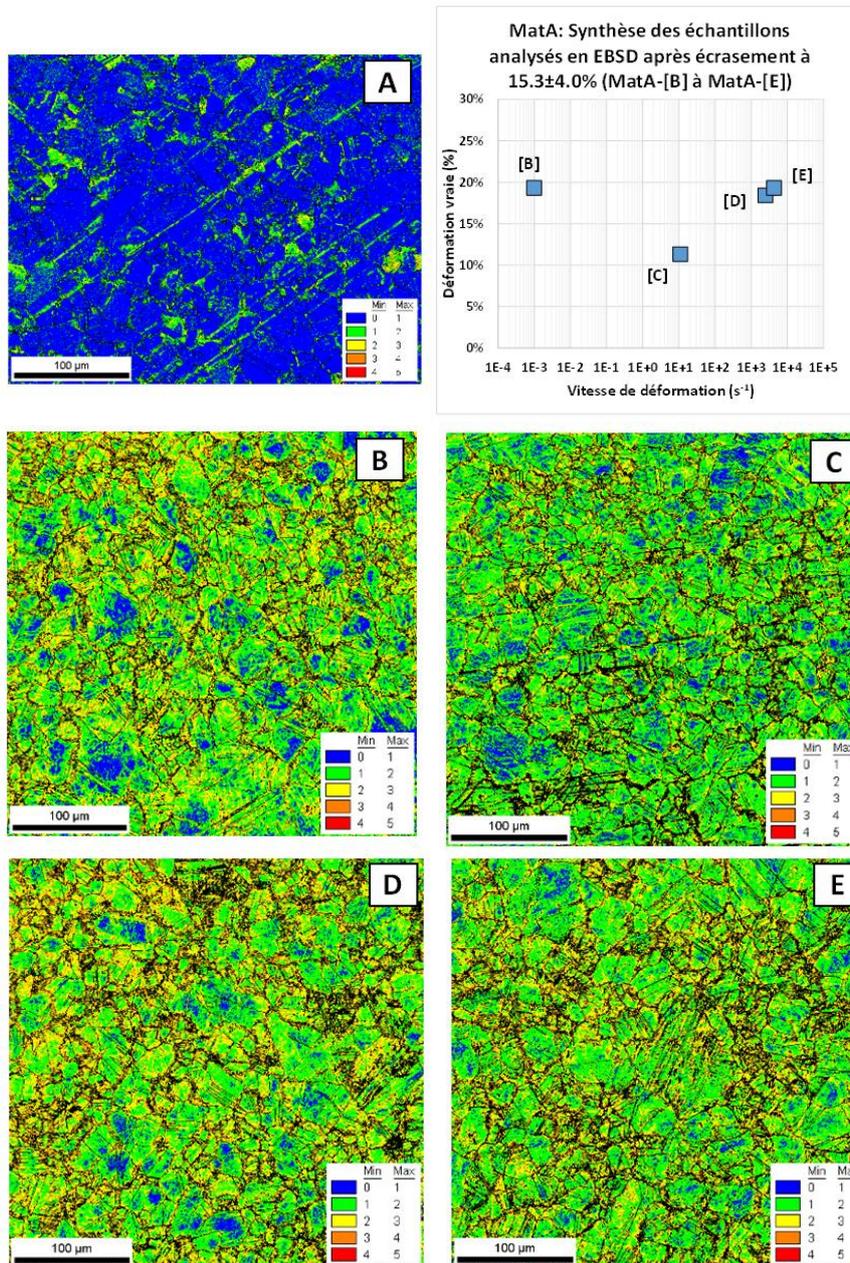


Figure 136 : MatA – Évolution des cartographies KAM5 en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2500 et $4300s^{-1}$ [C] à [E])

L'évolution en proportion du GOS (Grain Orientation Spread) dans l'ensemble des grains est proposée sur la Figure 137 et les cartographies pour l'état initial et toutes les élaborations avec une échelle de 0 à 5° de ce paramètre sont présentées sur la Figure 138. Sur ces cartographies, les valeurs de GOS supérieures à 5° sont laissées en zones blanches et leur quotité est représentée en gris sur les histogrammes de la Figure 137. Ce paramètre retranscrit à l'intérieur d'un grain l'amplitude d'orientation de chaque pixel par rapport à la valeur moyenne de désorientation de ce même grain [118]. Ce paramètre permet de discriminer un grain restauré d'un grain recristallisé puisqu'un grain à faible valeur de GOS signifie qu'il comporte très peu de désorientations internes dans son intégralité à contrario d'un grain restauré ou en cours de restauration qui contiendra certes des zones localement peu désorientées mais pas dans le grain dans son intégralité. Les répartitions du GOS et les cartographies associées ne montrent pas de réelles influences sur ce paramètre en dehors de l'élaboration à $11s^{-1}$ qui présente des proportions plus importantes aux faibles niveaux, mais cette élaboration est également celle où le taux d'écrasement est le plus faible.

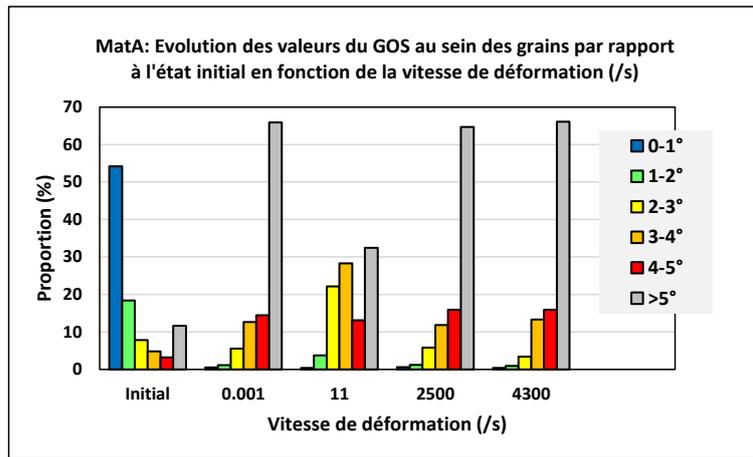


Figure 137 : MatA – Evolution des valeurs du GOS au sein des grains par rapport à l'état initial en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1})

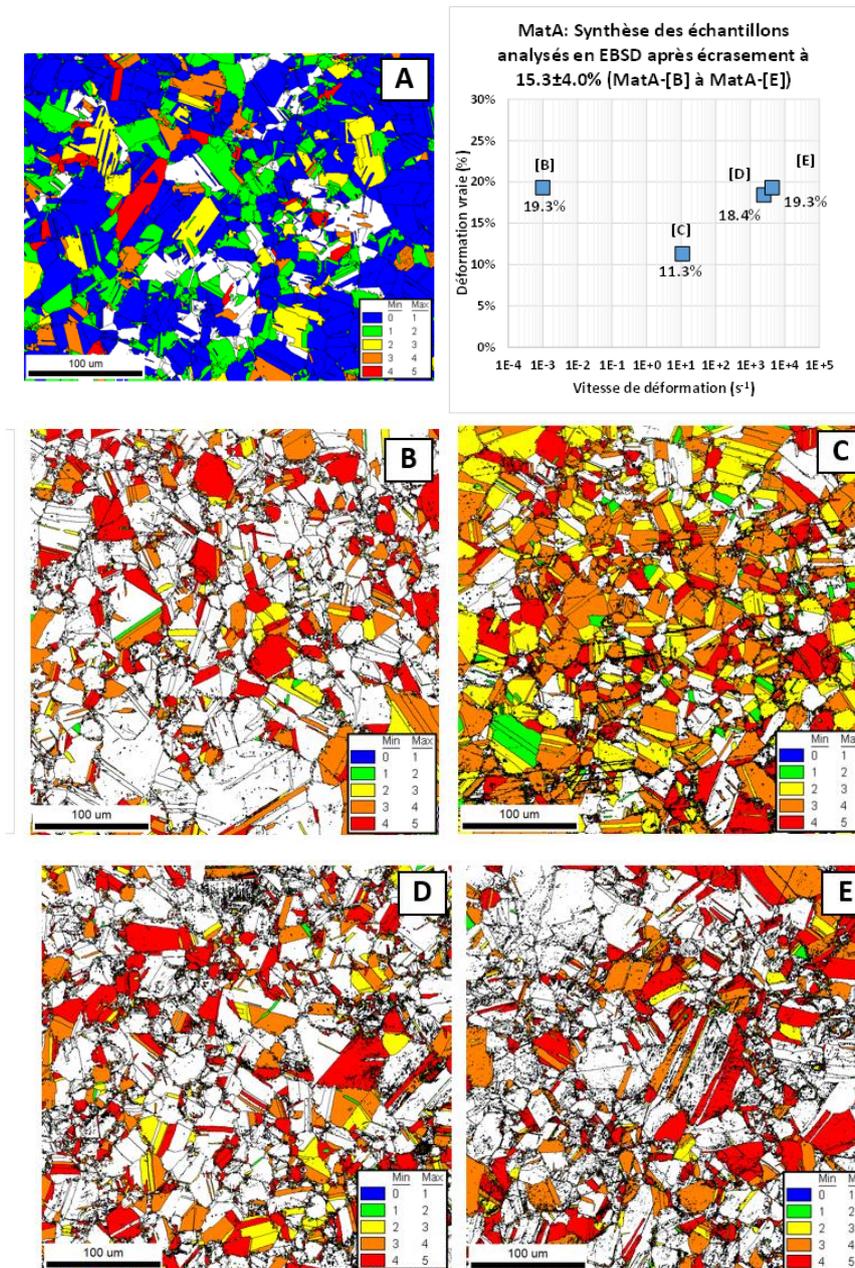


Figure 138 : MatA – Evolution des cartographies GOS en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2500 et $4300s^{-1}$ [C] à [E]) (les zones blanches sur les cartographies ont des valeurs de GOS supérieures à 5°)

La Figure 139 présente les cartographies de figures de pôle inverse (IPF) des états déformés quasi statiques et dynamiques par rapport à l'état initial sur la cartographie au pas large et la Figure 140 ces mêmes figures sur des cartographies détaillées (pas de $0.05\mu\text{m}$ soit 4 fois plus fin sauf pour l'essai quasi statique [B] qui est un détail de la cartographie large). L'ensemble des figures montrent que les grains orientés principalement suivant la direction [220] ne présentent pas de gradients d'orientations à contrario des autres grains. Les différentes vues et plus précisément les détails dévoilent l'apparition de petits grains d'orientations aléatoires en périphérie des grains de plus grandes dimensions sur l'élaboration quasi statique, ces grains pourraient être un signe de recristallisation partielle à ces endroits.

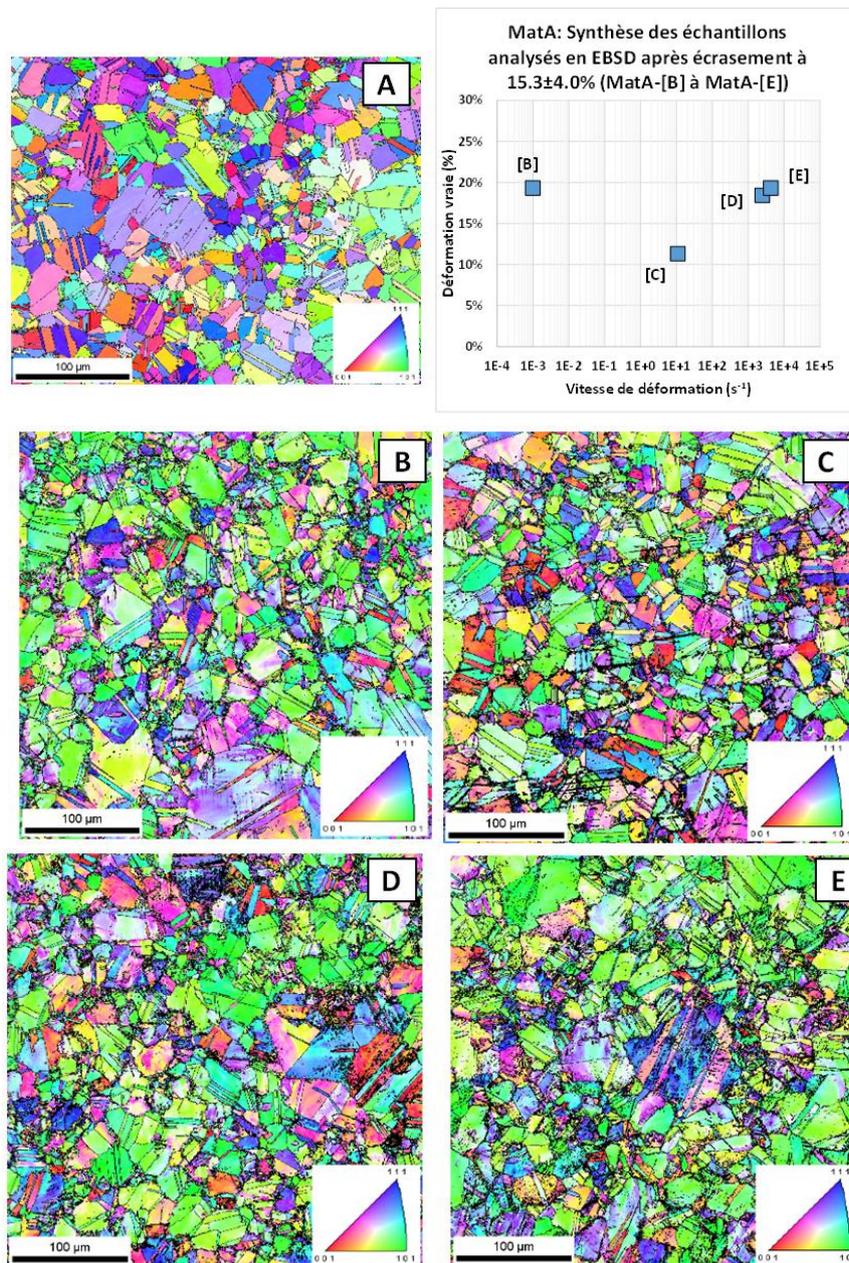


Figure 139 : MatA – Cartographie large $360 \times 360 \mu\text{m}^2$ au pas de $0.2 \mu\text{m}$ – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001s^{-1} [B], déformation dynamique de 11 , 2500 et 4300s^{-1} [C] à [E])

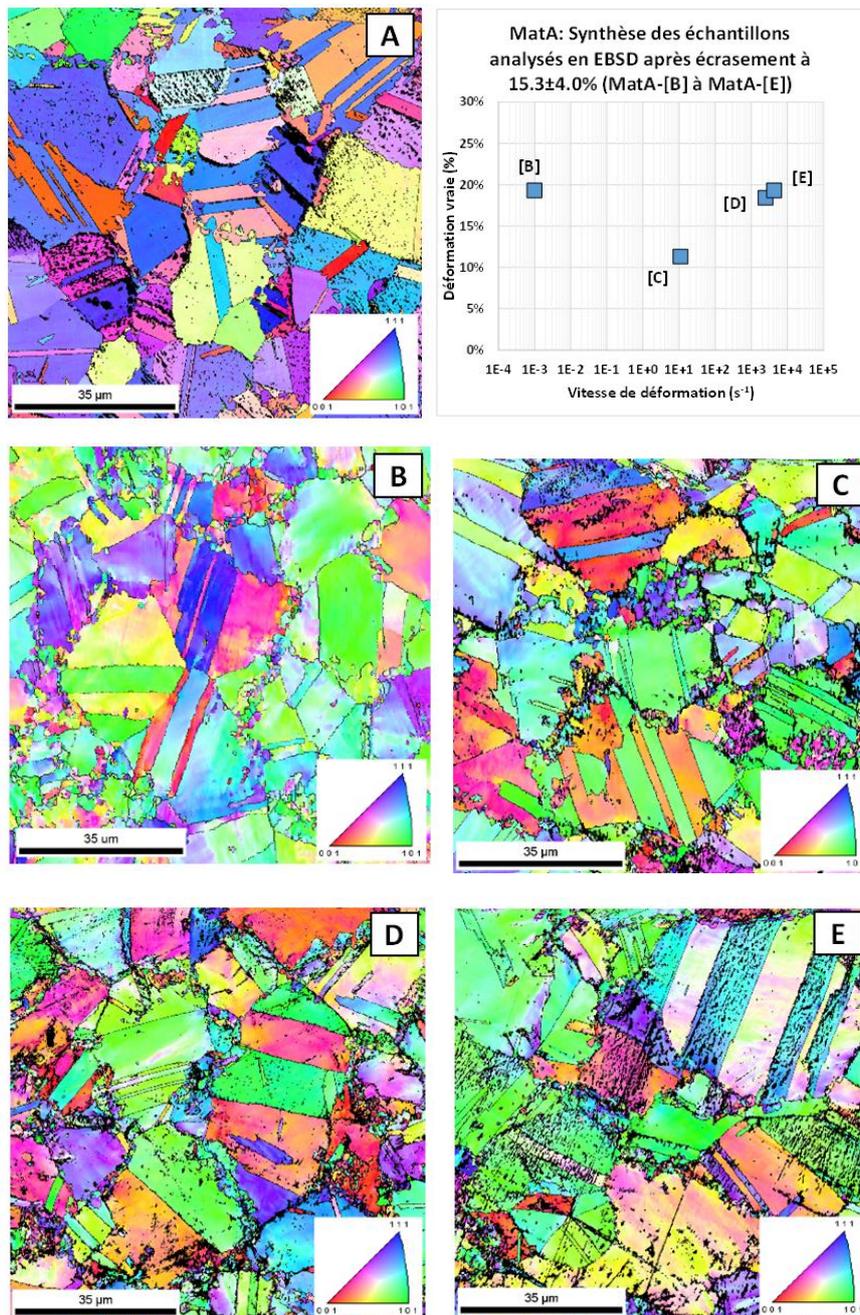


Figure 140 : MatA – Cartographie de détail $90 \times 90 \mu m^2$ au pas de $0.05 \mu m$ * – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001 s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11 , 2500 et $4300 s^{-1}$ [C] à [E])

* toutes les cartographies sont au pas de $0.05 \mu m$ à l'exception de la cartographie [B] qui est un détail de la cartographie large au pas de $0.2 \mu m$

1.2.2. Analyses DRX

La Figure 141 présente une comparaison des textures cristallographiques du MatA entre l'état initial (MatA-[A]) et les états déformés à $11 s^{-1}$ (MatA-[C]) et à $4300 s^{-1}$ (MatA-[E]). Comme on pouvait s'y attendre à l'examen des cartographies IPF, les textures cristallographiques des états déformés montrent une orientation majoritaire dans la direction [220] dans les deux cas avec des intensités maximales de 2.6 et 3.1 pour les élaborations à 11 et à $4300 s^{-1}$. L'élaboration à la vitesse la plus lente présente une seconde orientation, mais d'un niveau beaucoup plus faible ($\sim 1.2-1.4$).

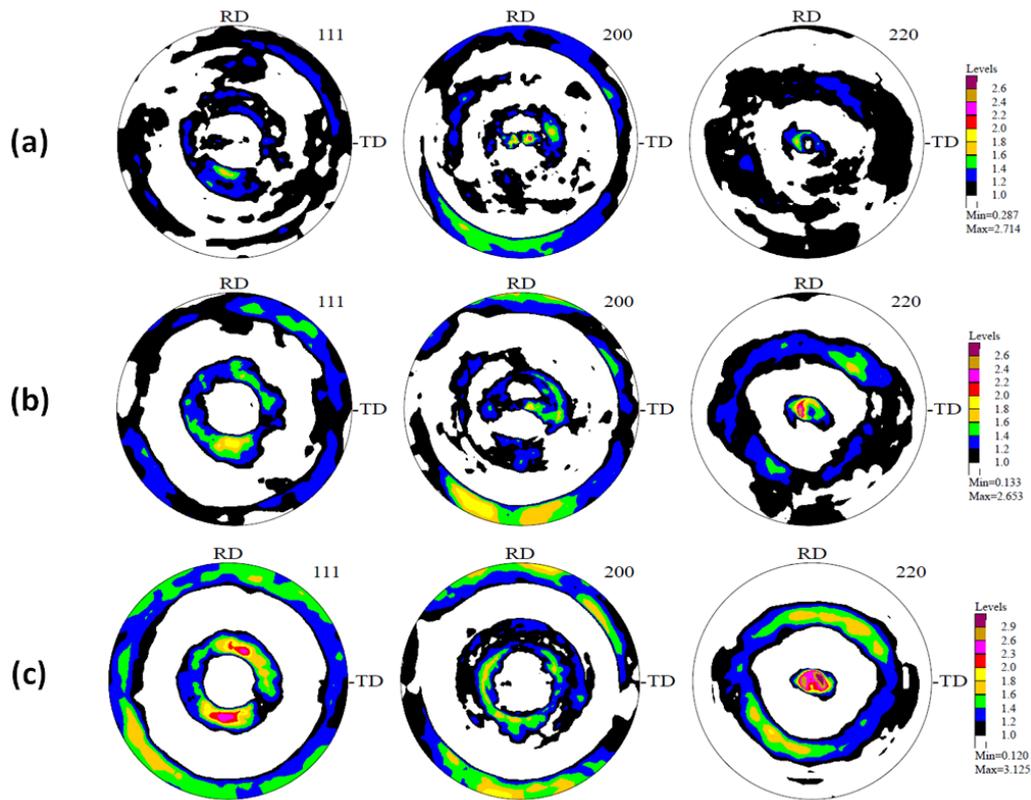


Figure 141 : MatA – Évolution des textures cristallographiques mesurées par DRX entre l'état initial (a), élaboration à la presse dynamique à $11s^{-1}$ (b) et élaboration en impact direct à $4300s^{-1}$ (c)

1.2.3. Synthèse des caractérisations mécaniques et microstructurales du MatA

Les courbes de traction et de compression obtenues post élaborations dynamiques ont toutes montré un gain avec des écarts plus marqués aux faibles niveaux de déformation plastique. Le taux de compression atteint lors de l'élaboration pour ce matériau semble prépondérant par rapport aux effets de vitesses de ces élaborations.

Pour conclure, les essais quasi statiques de compression (même trajet et même sens que les élaborations) présentent des niveaux de contraintes d'écoulement du même ordre de grandeur que la contrainte d'écoulement évaluée par simulation numérique des essais d'impacts directs (cf. Figure 113 du chapitre IV).

La diminution de la taille de grains *per se* pour ce matériau n'a pas pu être démontrée avec la technique expérimentale utilisée (EBSD) même avec des pas de scans de $0.05\mu m$. Les analyses indiquent cependant de fortes déformations du réseau cristallin au sein des grains ce qui suggère la génération d'une certaine sous-structuration en leur sein, certainement sous la forme de cristallites (ou domaines cohérents de diffraction) de tailles nanométriques, qui jouent un rôle important sur les propriétés mécaniques des matériaux élaborés suivant les procédés SPD de type ECAE, HPT ou ARB (cf. [52]). Ceci est cohérent avec les augmentations de contraintes d'écoulement observées post-essais dynamiques. Nous y reviendrons dans le chapitre consacré à la discussion des résultats.

Un autre point intéressant de ces observations concerne la présence de grains de petites tailles ultrafins aux joints de grains initiaux. Leur origine n'est pas complètement élucidée. Cependant, une combinaison complexe entre les cinétiques de précipitation sous impact (redissolution-précipitation, coalescence), incompatibilité aux joints de grains et élévation locale de la température, pourrait contribuer à la nucléation puis à la croissance de cette microstructure.

Enfin, les analyses de textures cristallographiques montrent une orientation majoritaire dans la direction [220].

2. Caractérisation post élaboration en régime dynamique du MatB

Le MatB est (pour rappel) un alliage de cuivre-nickel-étain (Cu-15Ni-8Sn) dont les caractéristiques de l'état métallurgique ont été développées dans le paragraphe 2 du chapitre III.

2.1. Caractérisation mécanique

2.1.1. Essais de compression quasi statique

La Figure 142 propose une comparaison, par rapport à l'état initial, des courbes d'écoulement des essais de compression obtenues après élaboration dynamique du MatB. Ces courbes des états élaborés présentent toutes une augmentation de la limite d'écoulement dès les plus faibles niveaux de plasticité avec un taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) positif jusqu'à 12-23% de déformation plastique vraie (cf. Figure 143). Les gains sont de 300.0 (avec la presse hydraulique) à 380.0MPa (en impact direct) au tout début de la déformation plastique. Ils ne sont plus que de 175 ± 25 MPa à 13.0% de déformation plastique vraie. Les contraintes d'écoulement des états élaborés deviennent par contre inférieures à celles de l'état initial au-delà de $28.0\pm 5\%$ de déformation plastique vraie pour toutes les élaborations dynamiques réalisées.

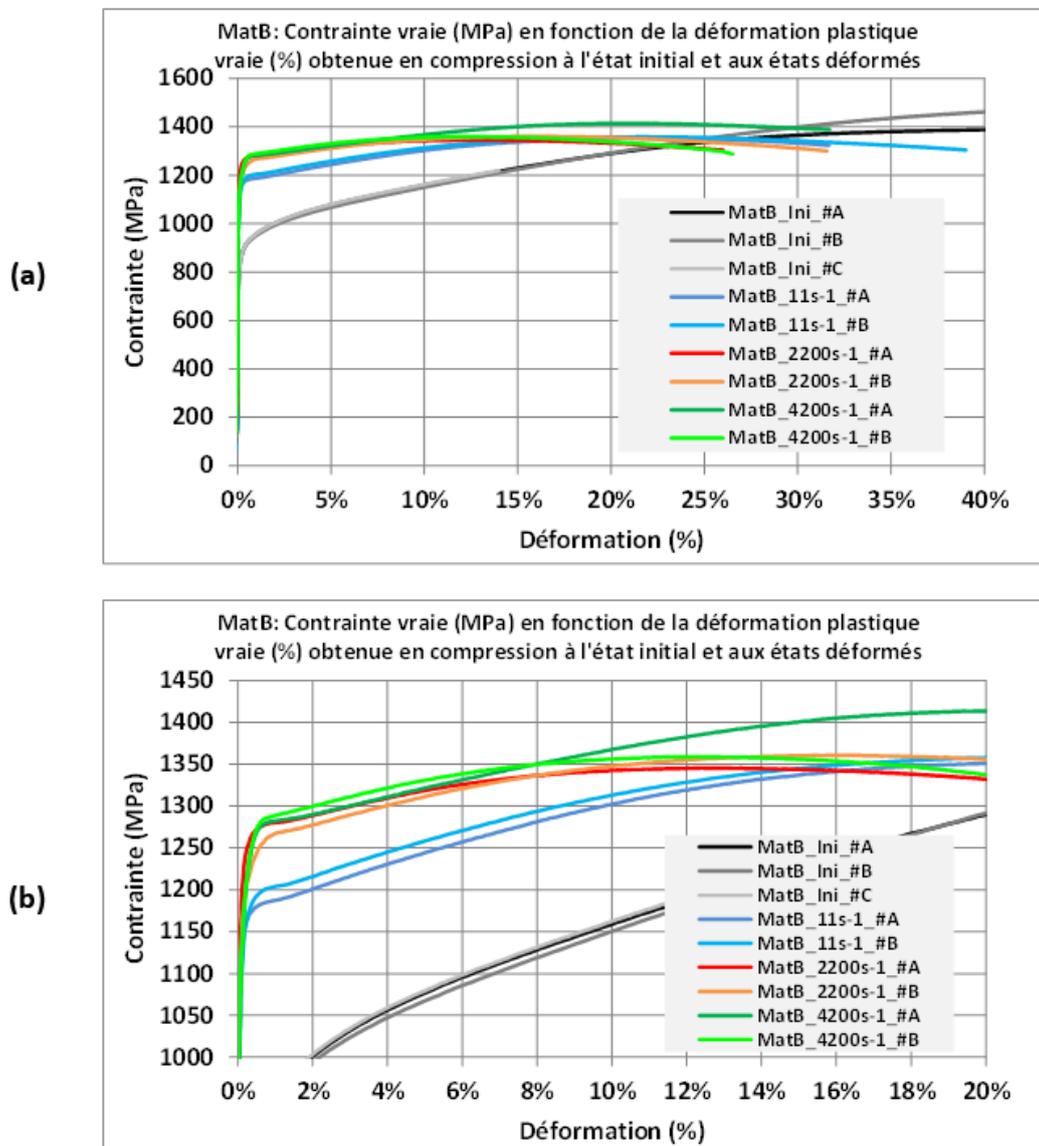


Figure 142 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b)

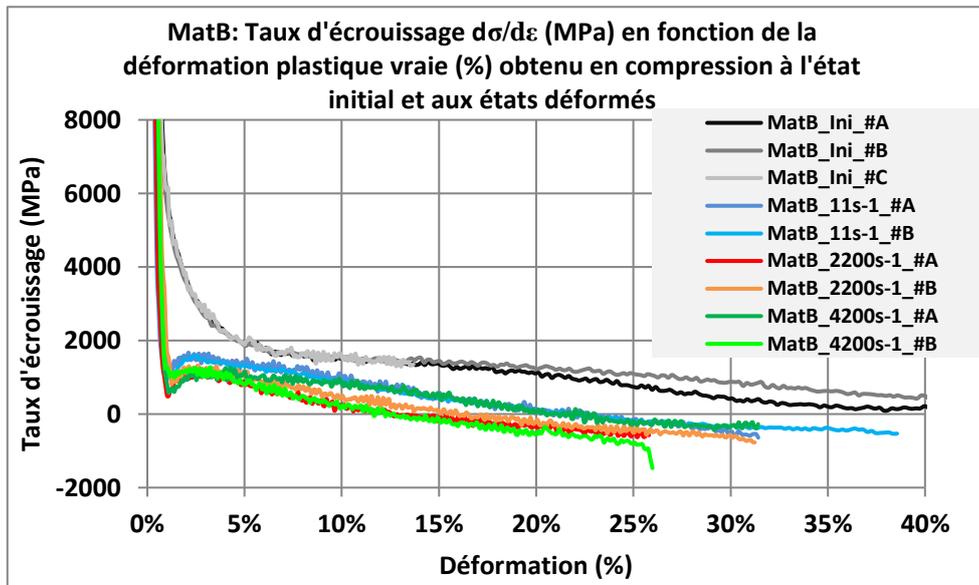


Figure 143 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4200s⁻¹ des taux d'érouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) obtenus en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b)

La Figure 144 propose une comparaison en écarts absolus des contraintes d'écoulement obtenues en compression pour des niveaux de plasticité de 0.5, 1.0 et 2.0% entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation lors d'élaboration. La Figure 145 donne ces mêmes comparaisons en terme de rapports de contrainte d'écoulement entre les états élaborés et l'état initial ($\sigma_{\text{élaboré}} / \sigma_{\text{état initial}}$) à 2.0, 5.0 et 10.0% de déformation plastique vraie pour les 3 vitesses d'élaboration dynamiques investiguées. Comme vu précédemment avec le MatA, les augmentations sont quasi- indépendantes de la vitesse de déformation, l'élaboration à 11 s⁻¹ avec la presse dynamique qui montre des gains inférieurs à celles réalisées en impact direct à 2200 et 4200 s⁻¹ devant plus vraisemblablement être liée au niveau plus faible d'écrasement (13.0%) de cette élaboration comparée à celle effectuée à 2200s⁻¹ (17.0%) et 4200s⁻¹ (20.0%). Pour conclure, les gains obtenus sur ces contraintes d'écoulement sont plus importants aux faibles taux de plasticité (25.3±5.0% à 2.0% de plasticité) qu'au taux de plasticité plus importants (13.5±3.3% à 10.0% de plasticité).

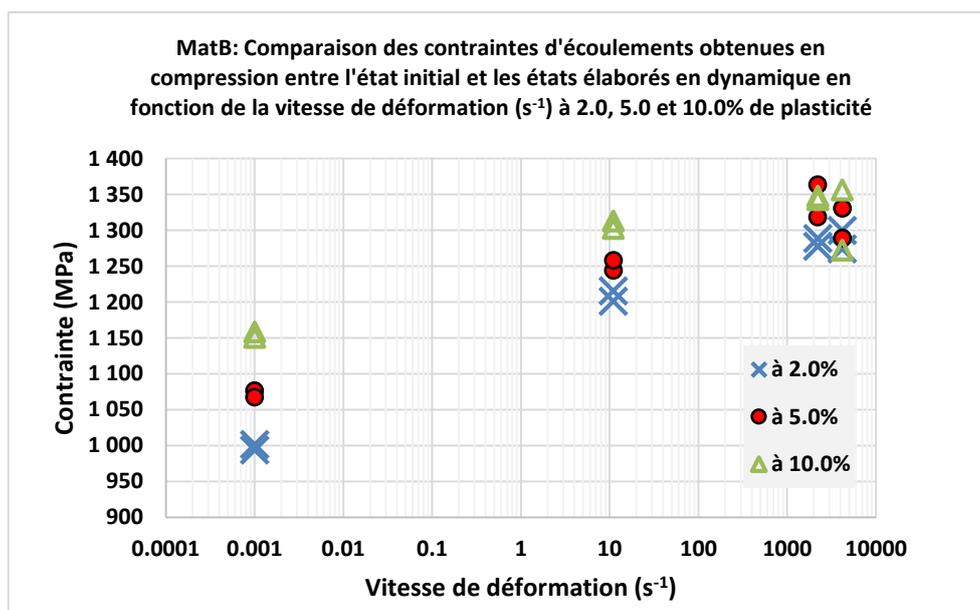


Figure 144 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en écarts absolus

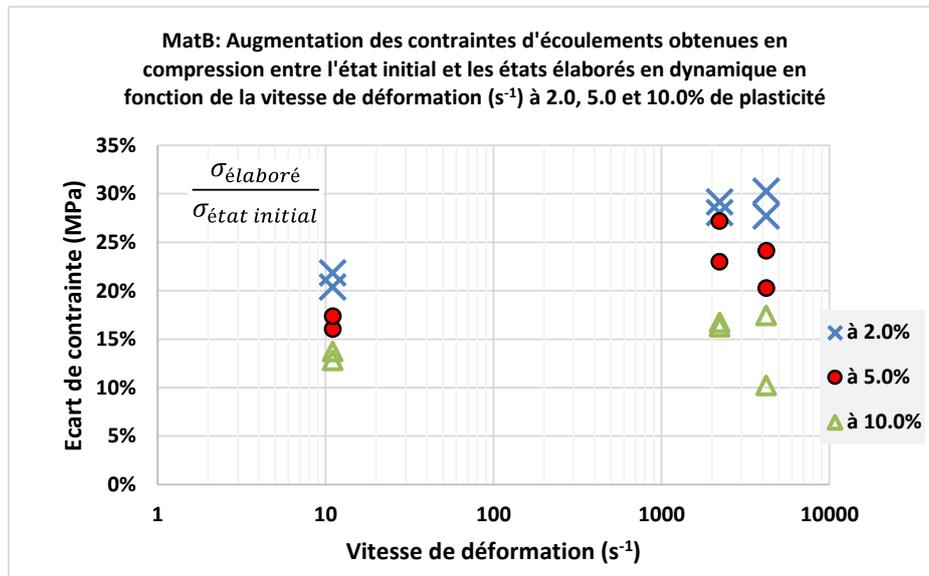


Figure 145 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en écarts relatifs

2.1.2. Essais de micro-traction quasi statique

Pour le MatB, les courbes d'écoulements obtenues à l'état initial et aux états élaborés dynamiquement sont présentées sur la Figure 146. Ces courbes montrent une augmentation significative de la contrainte d'écoulement entre 180 et 250MPa au détriment de la ductilité, se traduisant par une perte de 74% par rapport à l'état initial pour l'élaboration à $4200s^{-1}$ (de 19% à ~5%). Le taux d'érouissage est strictement positif jusqu'à rupture de l'échantillon pour tous les essais (Figure 147).

Les élaborations en impact direct donnent des courbes de traction légèrement supérieures à celles obtenues avec la presse hydraulique (de 70 à 100 MPa), mais ce gain pourrait être également imputé à la différence d'écrasement entre l'élaboration à la presse dynamique (13.0% à $11s^{-1}$) et les deux élaborations en impact direct (17.0% à $2200s^{-1}$ et 20.0% à $4200s^{-1}$).

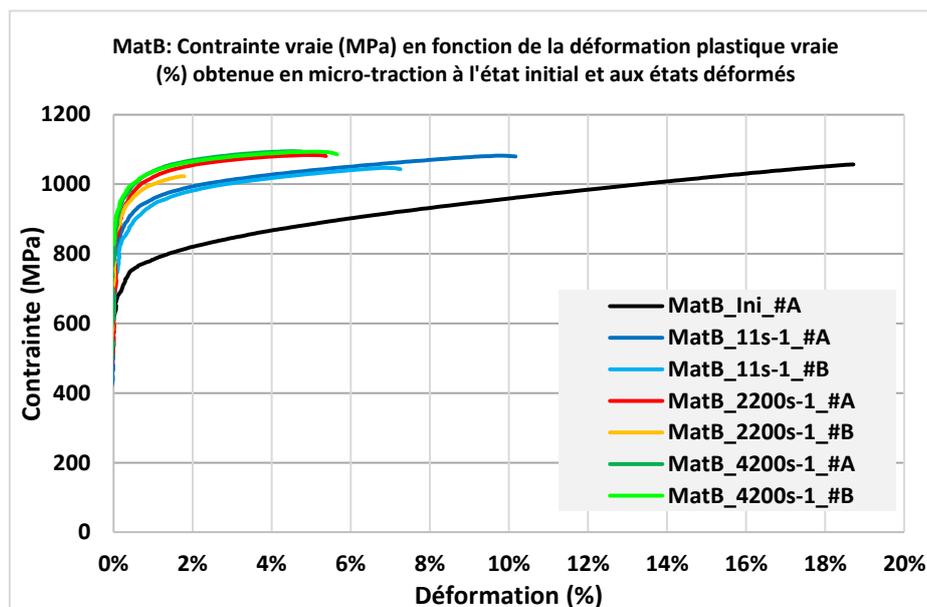


Figure 146 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des courbes d'écoulements obtenues en micro-traction

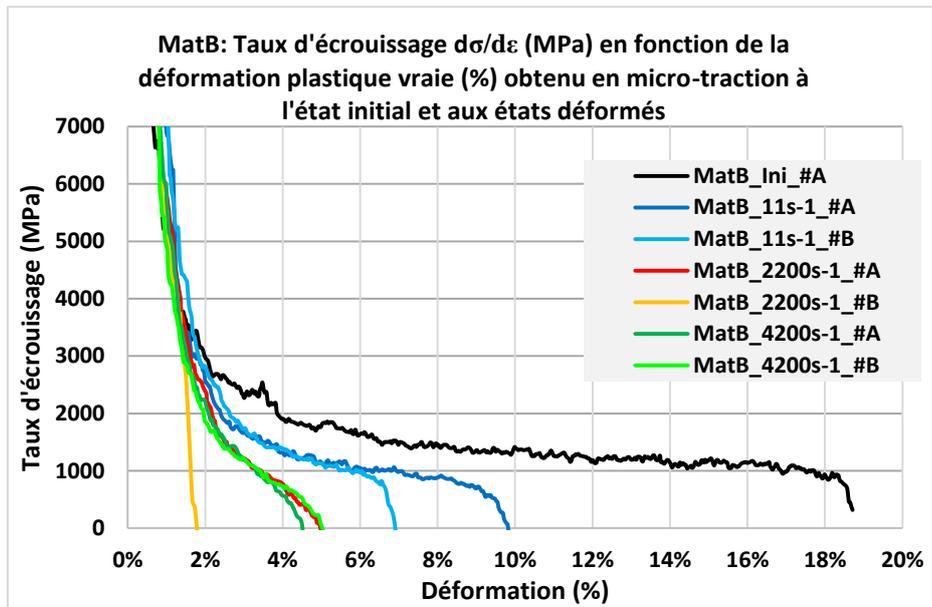


Figure 147 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4200s⁻¹ des taux d'écroutissage ($d\sigma/d\varepsilon$) en micro-traction en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b)

La Figure 149 synthétise les évolutions des contraintes d'écoulement obtenues pour des niveaux de plasticité de 0.5, 1.0 et 2.0% entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation lors d'élaboration en écarts absolus. La Figure 149 présente ces mêmes résultats en écarts relatifs.

Toutes les élaborations indiquent des augmentations significatives de ces contraintes d'écoulement par rapport à l'état initial. Ces augmentations sont croissantes avec la vitesse d'élaboration jusqu'à 4200s⁻¹. Le dernier écart dans le cas de l'impact direct entre 2200 et 4200s⁻¹ est à imputer autant à l'écart d'écrasement de 3% lors de l'élaboration (17% pour le premier et 20% pour le second) qu'à l'effet lié à la vitesse de déformation plus importante.

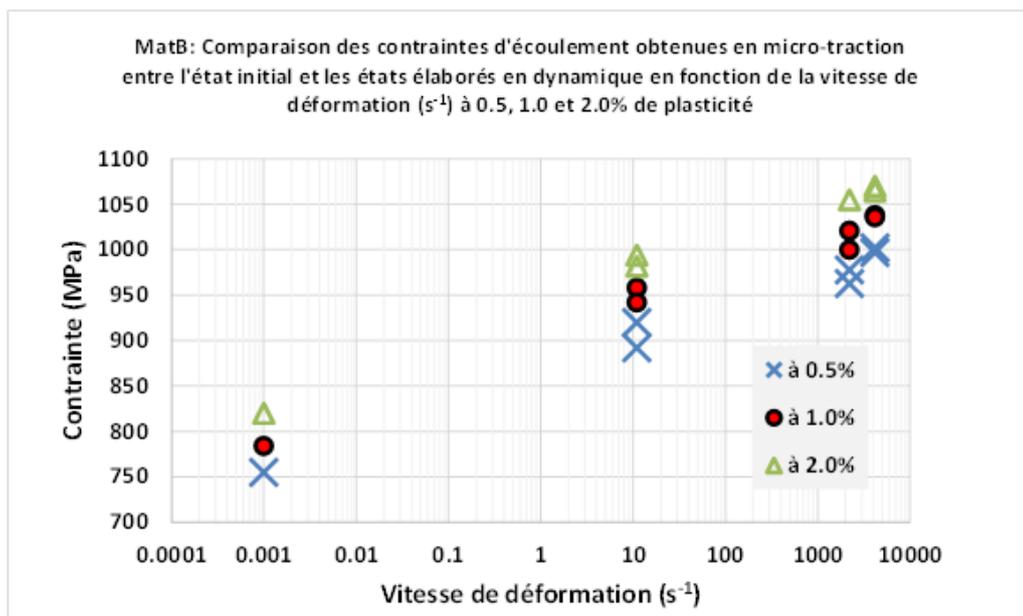


Figure 148: MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues

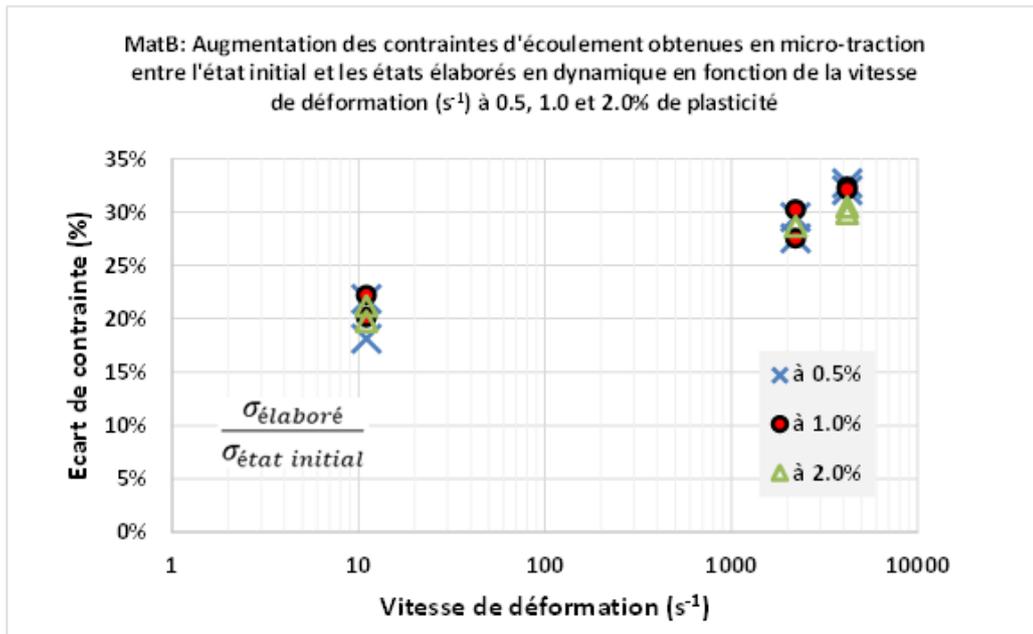


Figure 149 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs en écarts relatifs

2.1.3. Synthèse des caractérisations mécaniques post-élaboration du MatB

Les deux types d'essais réalisés (compression et micro-traction) ont montré une augmentation des limites d'écoulement. Les effets dynamiques aux faibles niveaux de déformations plastiques (entre 0.5 et 2% en micro-traction et entre 2 et 10% en compression) sont peu marqués entre la presse et la méthode par impact direct. Le gain directement lié à cet aspect dynamique est difficilement quantifiable du fait des taux d'écrasement différents générés lors des deux types d'élaborations qui sont respectivement de 13.0% pour la presse et de 17.0 et 20.0% en impact direct.

Les gains les plus importants en termes de contraintes d'écoulement par rapport à l'état initial sont observés aux faibles taux de plasticité aussi bien en traction ($25.4 \pm 7.3\%$ à 0.5% de plasticité) qu'en compression ($25.3 \pm 5.0\%$ à 2.0% de plasticité).

2.2. Caractérisation microstructurale

2.2.1. Analyses EBSD

Pour rappel, toutes les analyses réalisées en EBSD ont été réalisées au cœur des échantillons dans un plan parallèle à la face d'impact (plan R- Θ cf. Figure 67).

Les analyses EBSD ont été effectuées avec deux tailles et des pas de cartographies différents : une cartographie large $360 \times 360 \mu\text{m}^2$ au pas de $0.2 \mu\text{m}$ et une cartographie de détail $90 \times 90 \mu\text{m}^2$ au pas de $0.05 \mu\text{m}$.

Les diamètres moyens des grains après élaboration entre 0.001 et 4200s^{-1} à des niveaux de déformations plastiques vraies compris entre 11.3 et 19.3% sont comparés sur la Figure 150 pour un critère de joints de grains à 15° (a) et à 5° (b) par rapport à l'état initial (en traits pointillés rouges). Ces diamètres à l'état initial sont de $14.9 \mu\text{m}$ à 15° et de $13.7 \mu\text{m}$ à 5° . Toutes les configurations montrent une augmentation du diamètre moyen des grains par rapport à l'état initial, la valeur maximale étant obtenue avec les deux critères avec l'élaboration à 2200s^{-1} .

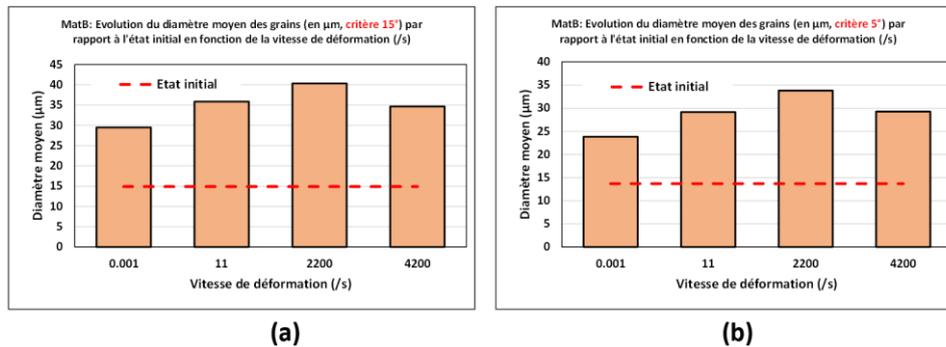


Figure 150 : MatB – Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b)

Les répartitions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) entre l'état initial et les états déformés sont comparées sur la Figure 151. Les joints de grains ($>15^\circ$), prépondérants à l'état initial, décroissent aux profits des sous-joints de grains qui augmentent avec la vitesse de déformation pour se stabiliser aux deux élaborations en impacts directs. Les joints spéciaux de type $\Sigma 3$ présents initialement avec une proportion de 40.8% (recuit final) ont complètement disparu pour tous les états déformés. La Figure 151 propose les cartographies de ces joints (grains, sous-joints et spéciaux de type $\Sigma 3$) qui indiquent distinctement la concentration de ces sous-joints de grains au niveau des joints de grains au détriment du cœur de ces derniers.

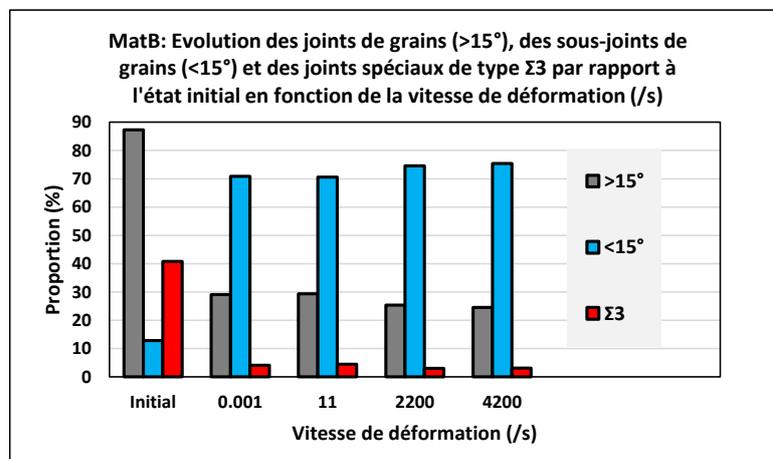


Figure 151 : MatB - Proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de type $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1})

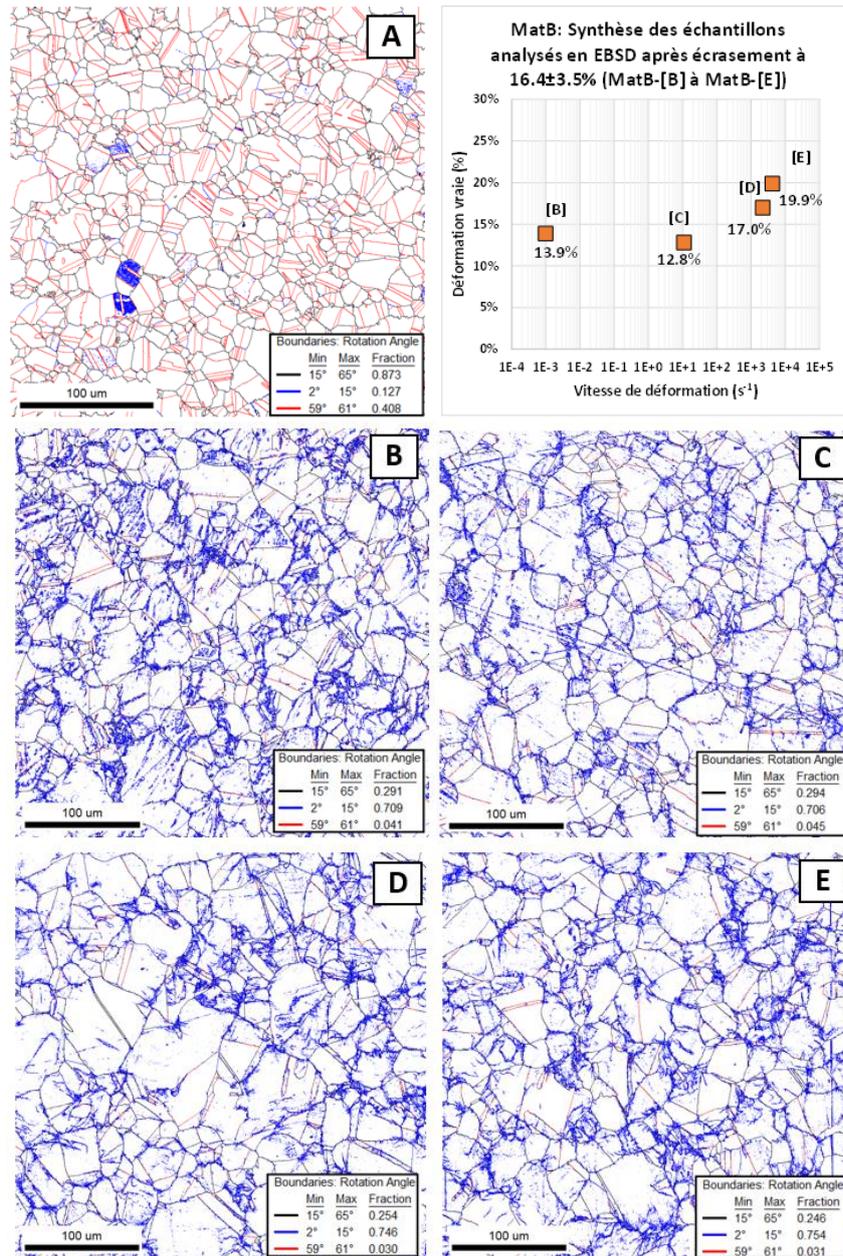


Figure 152 : MatB – Évolution des proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de type $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E])

Les cartographies de KAM5 de la Figure 153 montrent (à l'échelle de l'EBS) que les déformations locales du réseau se localisent quasi exclusivement au niveau des joints de grains pour toutes les vitesses de déformations. Ce phénomène est en accord avec la nature de ce matériau à cet état métallurgique puisqu'il forme des phases incohérentes γ -DO₃ moins dures aux joints de grain ce qui y favorise les déformations tel que décrit par Zhang [127].

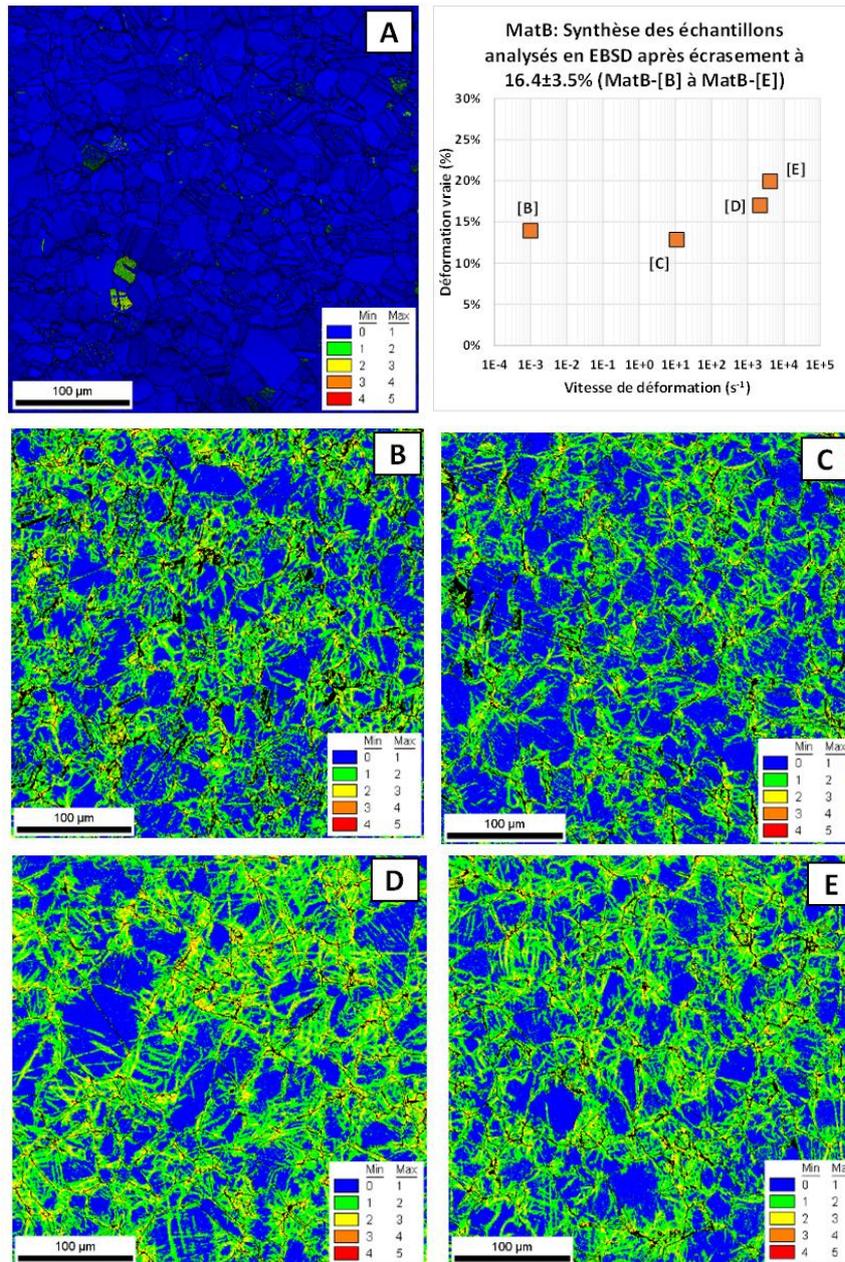


Figure 153 : MatB – Évolution des cartographies KAM5 en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformations dynamiques de 11 , 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E])

Les répartitions du GOS et les cartographies associées sont proposées respectivement sur la Figure 154 et la Figure 155. Sur cette dernière, les grains dont les valeurs de GOS calculées sont supérieures à 5° ne sont pas représentés et laissés en fonds bancs sur la cartographie. Les histogrammes et les cartographies indiquent, à contrario du MatA, une influence de la vitesse d'élaboration sur ce paramètre avec des proportions de GOS plus importantes pour les élaborations dynamiques les plus rapides. Ces différences entre quasi statique ($0.001s^{-1}$) et presse dynamique ($11s^{-1}$) versus impacts directs (2200 et $4200s^{-1}$) ne suggèrent pas l'occurrence de recristallisation dynamique au sein de grains, tout du moins aux vitesses et taux d'écrasement réalisés.

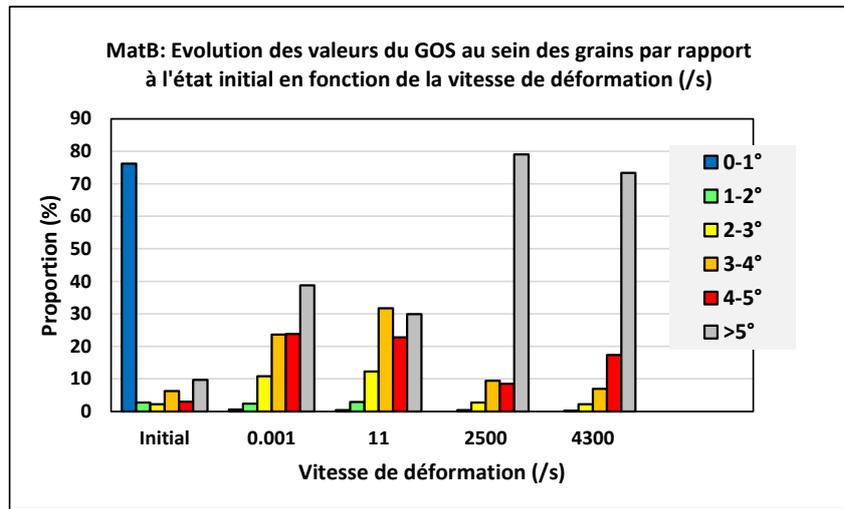


Figure 154 : MatB – Evolution des valeurs du GOS au sein des grains par rapport à l'état initial en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1})

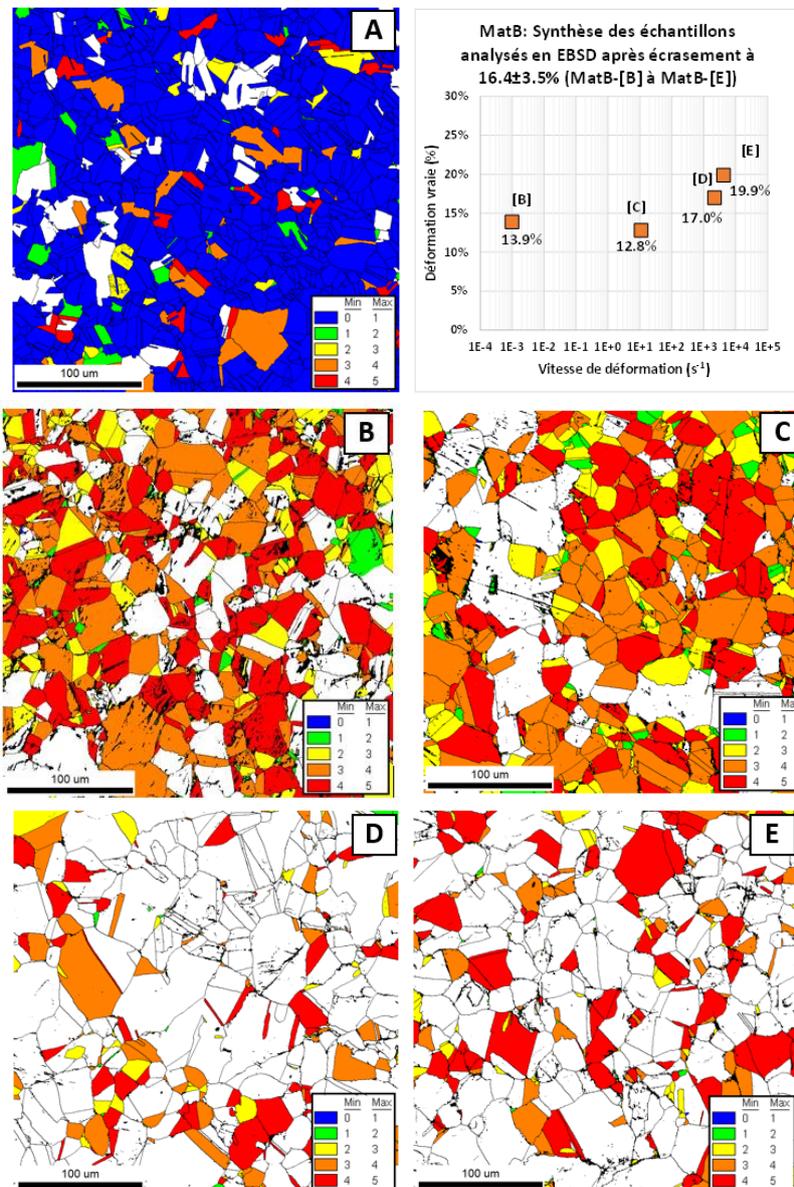


Figure 155 : MatB – Evolution des cartographies GOS en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformations dynamiques de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E]) (les zones blanches sur les cartographies ont des valeurs de GOS supérieures à 5°)

La Figure 156 présente les figures de pôles inverses (IPF) de l'état initial et des états déformés (quasi statique et dynamiques) avec la cartographie large, la Figure 157 propose ces mêmes IPF sur des cartographies détaillées (pas de $0.05\mu\text{m}$ soit 4 fois plus fin, à l'exception de l'essai quasi statique [B] qui est un zoom de la cartographie large). L'ensemble des figures montrent la présence de sous-structurations dans les grains et que les grains orientés principalement suivant la direction [220] ne présentent pas de gradient d'orientations à contrario des autres grains.

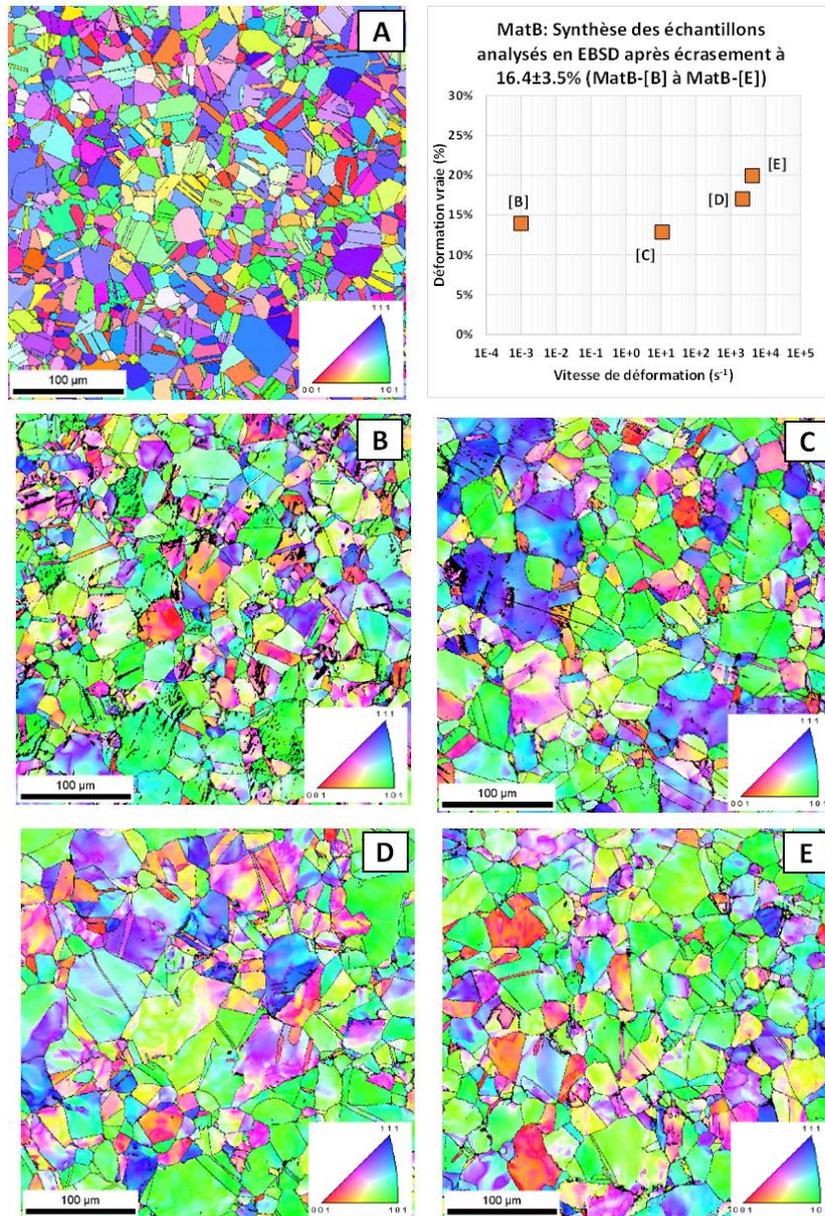


Figure 156 : MatB – Cartographie large $360*360\mu\text{m}^2$ au pas de $0.2\mu\text{m}$ – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001s^{-1} [B], déformations dynamiques de 11 , 2200 et 4200s^{-1} [C] à [E])

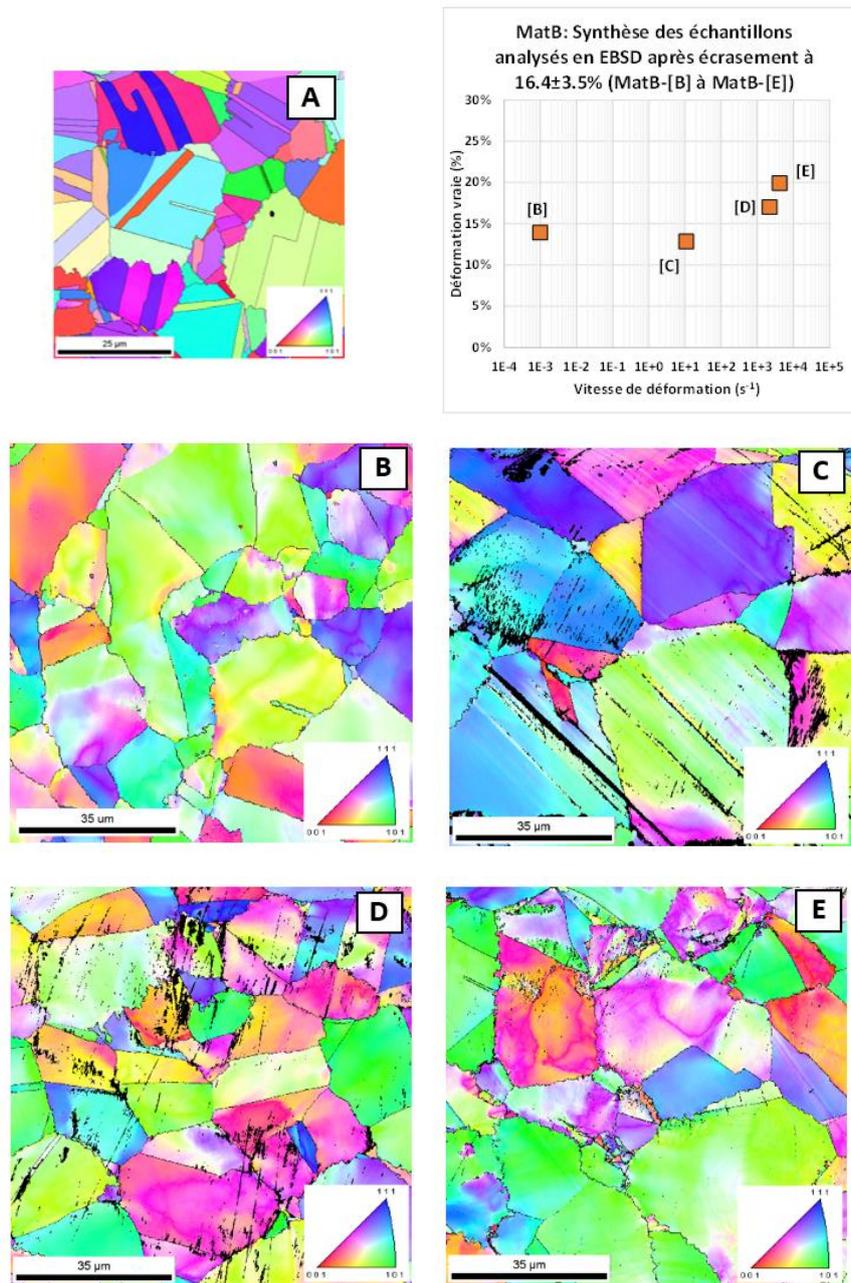


Figure 157 : MatB – Cartographie de détail 90*90μm² au pas de 0.05μm – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001s⁻¹ [B], déformations dynamiques à 11, 2200 et 4200s⁻¹ [C] à [E])

* toutes les cartographies sont au pas de 0.05μm à l'exception de la cartographie [B] qui est une zone réduite de la cartographie large au pas de 0.2μm

2.2.2. Analyses DRX

La Figure 158 compare les textures du MatB entre l'état initial (MatB-[A]) et les états déformés à 11 (MatB-[C]) et à 4200s⁻¹ (MatB-[E]). Ces textures des états déformés indiquent une orientation majoritaire dans la direction [220] dans les deux cas avec des intensités maximales de 2.7 et 3.7 pour les élaborations à 11 et à 4200s⁻¹. L'élaboration à la vitesse la plus lente présente une seconde orientation, mais d'un niveau plus faible (~2.0-2.2) dans la direction [200].

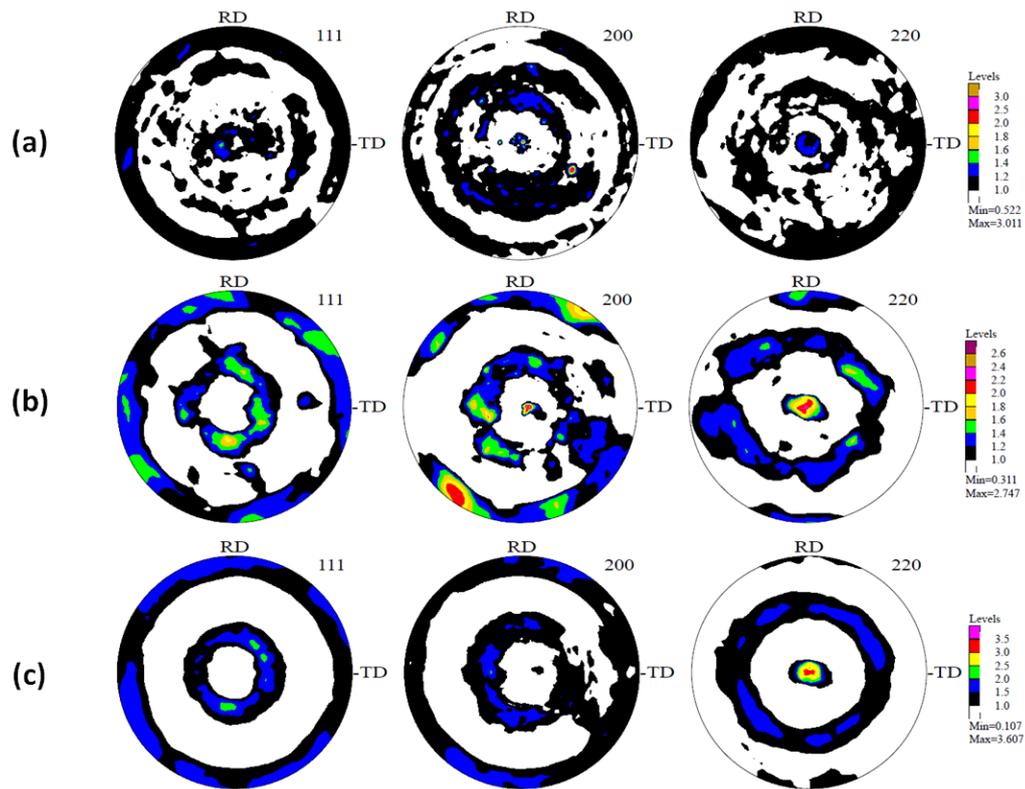


Figure 158 : MatB – Évolution des textures mesurées par DRX entre l'état initial (a), élaboré à la presse dynamique à $11s^{-1}$ (b) et en impact direct à $4200s^{-1}$ (c)

2.2.3. Synthèse des caractérisations mécaniques et microstructurales du MatB

Les deux types d'essais réalisés (compression et micro-traction) ont, à l'instar du MatA, dévoilé une augmentation des limites d'écoulement avec un léger effet de vitesse bénéfique plus marqué que pour le MatA. Les gains sont une nouvelle fois plus importants aux faibles taux de plasticité aussi bien en traction ($25.4 \pm 7.3\%$ à 0.5% de plasticité) qu'en compression ($25.3 \pm 5.0\%$ à 2.0% de plasticité).

Une fragmentation des grains incorporant des joints de grains à fortes désorientations n'a pas pu être également observée. Cependant comme pour le matériau A, une forte sous-structuration en domaines cohérents de diffraction peut être notée sur les cartographies IPF issues des analyses EBSD des matériaux élaborés. Les cartographies KAM5 montrent une activité concentrée au niveau des joints de grains qui pourraient être reliée à la présence de phases incohérentes γ -DO₃ moins dures aux joints de grains inhérentes au procédé d'élaboration et aux multiples incompatibilités associées.

Enfin, les analyses de textures cristallographiques montrent également une orientation majoritaire dans la direction [220].

3. Synthèse et bilan

Les présents travaux de recherche montrent que la méthode d'impact direct a permis d'augmenter les contraintes d'écoulement en régime quasi statique aussi bien en compression (dans la direction de l'élaboration) qu'en traction orthoradiale (changement de trajet et de direction). Le MatA montre cependant une saturation rapide de cette contrainte d'écoulement en compression et à mi-allongement en micro-traction. Le MatB, à contrario, présente un écrouissage positif dans les deux types de sollicitations jusqu'à $\pm 15\%$ en compression et jusqu'à rupture en micro-traction.

Dans le chapitre qui suit, nous essayons de discuter de l'ensemble de ces observations, en relation avec les données de la littérature lorsqu'elles existent.

Bibliographie du chapitre V

- [131] NGK Berylco, “Alliages Cuivre-Béryllium – Guide Technique”, www.ngk-alloys.com
- [132] P.L. Sun et coll., “The effect of grain Size, Strain Rate and Temperature on the Mechanical Behavior of Commercial Purity Aluminum”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 37A, p2983-2989, (2006)
- [133] T. Huang et coll., “The formation of nanograin structures and accelerated room-temperature theta precipitation in a severely Al-4wt.% Cu alloy”, Acta Materiala Vol. 58, p1643-1657, (2010)
- [134] T. Suo et coll., “Strain rate sensitivity and deformation kinetics of ECAPED aluminum over a wide range of strain rates”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 560, p545-551, (2013)

Chapitre VI : Discussion générale

Les alliages à base de cuivre sont largement utilisés pour de nombreuses applications exigeant de bonnes propriétés mécaniques, une bonne conductivité électrique (CE) (Figure 159, [135]) et une facilité de fabrication [135] [136]. Parmi les alliages ayant une bonne combinaison de haute résistance et de conductivité thermique élevée ainsi que de conductivité électrique, les alliages Cu – Be durcissables par vieillissement sont les plus largement utilisés, mais ils ont comme principale limitation leur toxicité [137] et leurs coûts de production restent élevés. Les alliages Cu – Ni – Sn et Cu – Ti parmi bien d’autres ont été développés pour remplacer les alliages toxiques Cu – Be (Figure 159-b). Cependant, leur conductivité électrique est inférieure à bien inférieur à celle des alliages Cu – Be. Dans cette quête, il a été nécessaire de développer de nouveaux alliages avec une meilleure combinaison de résistance et de conductivité électrique. Les alliages à base de Cu – Ni – Si ont suscité un intérêt considérable, car ils ont à la fois une résistance élevée et une conductivité électrique élevée tel que rappelé par Lei [141] (Figure 160). La résistance élevée de ces alliages est due à la grande quantité de précipités nanométriques formés au cours du vieillissement. Ces précipités augmentent considérablement la résistance de l’alliage, sans sacrifier de manière significative la conductivité électrique [138]-[141].

Les alliages de cuivre au béryllium sont toujours classés parmi les alliages les plus « performants » mécaniquement parlant, mais la recherche de nuances alternative au Cu – Be reste toujours d’actualité dans l’aéronautique de défense tel qu’illustré sur la Figure 161.

Le contexte des travaux présentés ici est plutôt celui de l’amélioration des propriétés mécaniques dans le cadre d’une utilisation dans des dispositifs haute pression comme cela a été explicité dans le chapitre introductif. Il s’agissait donc de mettre en œuvre, une méthodologie expérimentale, économique, pour optimiser les propriétés d’alliages existants, à savoir Cu - Be et Cu – Ni - Sn, avec, en filigrane, l’idée d’amener le dernier alliage, au moins au niveau du premier, du point de vue des caractéristiques mécaniques.

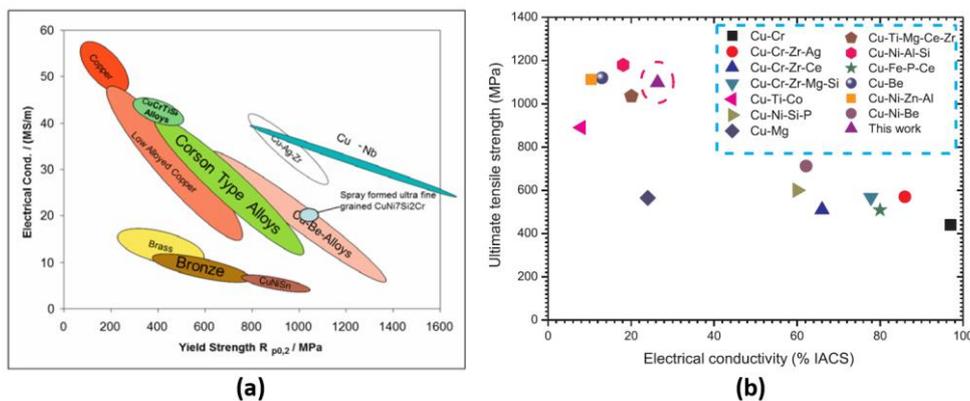


Figure 159 : Synthèse des propriétés de conductivité électrique pour quelques alliages de cuivre en fonction de leurs limites élastiques [137] et comparaison de la contrainte maximale du Cu – Ni - Si (« This work ») par rapport à d’autres alliages de cuivre en fonction de de la conductivité électrique [141]

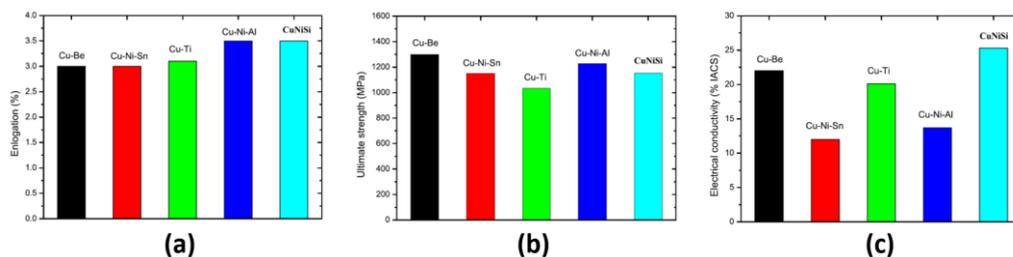


Figure 160 : Comparaison des remplaçants potentiels du Cu - Be faite par Lei [141] lors de son étude sur le Cu - Ni - Si (tiré de [141])

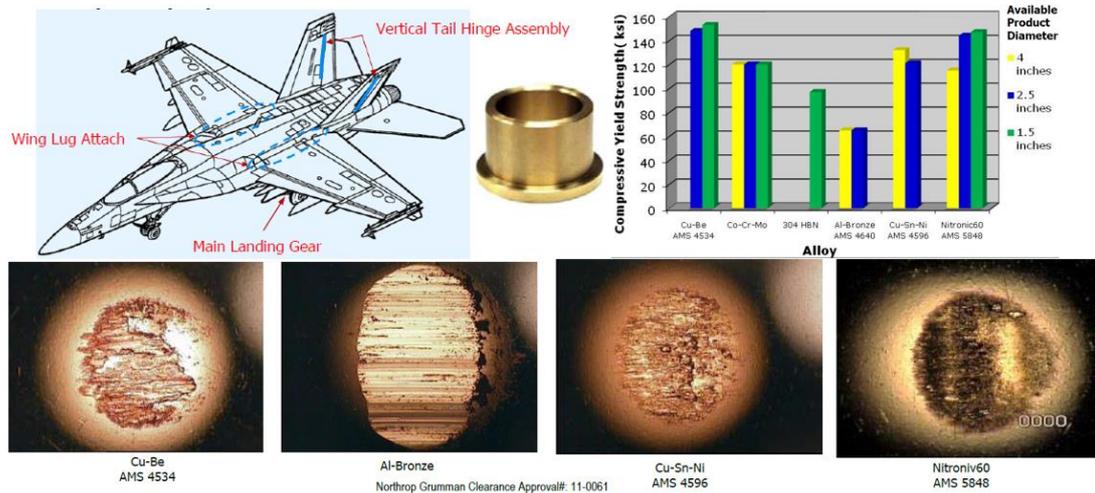


Figure 161 : Développement d'alternatives au Cu - Be pour les pièces d'usure sur les avions de combat [143]

D'une manière générale, comme décrit par G. Saada dans [34], les principes généraux qui sous-tendent l'élaboration des matériaux métalliques ductiles et à haute résistance mécanique ont été compris depuis le début du développement de la théorie des dislocations. La ductilité nécessite une mobilité raisonnable des dislocations, tandis que le durcissement est lié à la construction d'obstacles limitant leur propagation. Ces derniers qui peuvent être (isolés ou combinés) des dislocations, des atomes de soluté, des inclusions de seconde phase et des joints de grains sont introduits par solution solide (alliage), par durcissement structural, par écrouissage ou par affinement de la taille des grains.

De fait, les alliages de cuivre nanostructurés démontrent souvent la combinaison intéressante de conductivité électrique et de résistance mécanique qui en font de bons candidats pour de futures applications d'ingénierie [144]. Un moyen populaire d'obtenir des structures à grains ultrafines ou à l'échelle nanométrique est l'application de processus de déformation plastique sévère (ECAP) ou la torsion haute pression (HPT) qui ont été intensivement étudiées au cours des deux dernières décennies. Il a été rapporté que de tels processus peuvent également conduire à des caractéristiques structurales induites par des contraintes spécifiques, telles que la ségrégation aux joints de grains [145], les transitions de phase [146] ou la précipitation dynamique [147] [148]. De plus, la séquence de précipitation et la cinétique de vieillissement sont souvent significativement affectées dans de telles structures UFG [147] - [151].

Dans le cadre des travaux présentés ici, c'est l'effet cocktail, basé sur un mélange de ces différents états métallurgiques qui a été recherché. Étant donné les états initiaux des alliages étudiés, nous nous sommes concentrés sur l'effet de l'affinement de la microstructure de ces alliages, via l'écrouissage dans le domaine des déformations plastiques, en régime dynamique, en mettant à contribution un ensemble unique de dispositifs expérimentaux et numériques.

- Comportement mécanique et aspects microstructuraux sous sollicitations dynamiques

Signalons que l'utilisation du régime dynamique en impact direct comme moyen d'affinement de la taille des grains et non pas comme moyen de caractérisation du comportement mécanique en régime dynamique des matériaux et alliages métalliques est un concept récent [9]. Les méthodes usuelles en approche « Top-Down » ont été décrites dans les chapitres précédents et s'appliquent surtout aux métaux purs ou des alliages métalliques non durcis structurellement, à l'exception notable des alliages d'aluminium [152] [153].

D'une manière générale, la contrainte d'écoulement évolue en fonction de la vitesse de déformation d'après le diagramme représenté à la Figure 162 qui illustre cette évolution pour

un certain nombre de matériaux, du plus simple au plus complexe, chimiquement parlant. Deux régimes sont généralement observés, avec une transition autour de 10^3s^{-1} . Avec, pour chacun, un paramètre de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation assez marquée. Le premier régime est thermiquement activé (interaction des dislocations avec des obstacles à courte distance) alors que le régime grandes vitesses, au-delà de 10^3s^{-1} est généralement attribué au trainage visqueux des dislocations (interaction avec les phonons qui en ralentit le mouvement). Cette dernière interprétation reste encore controversée. Une autre explication communément avancée est celle basée sur une augmentation de la densité de dislocations [155] [101], pouvant avoir eu lieu via un mécanisme de génération des dislocations thermiquement activé [156].

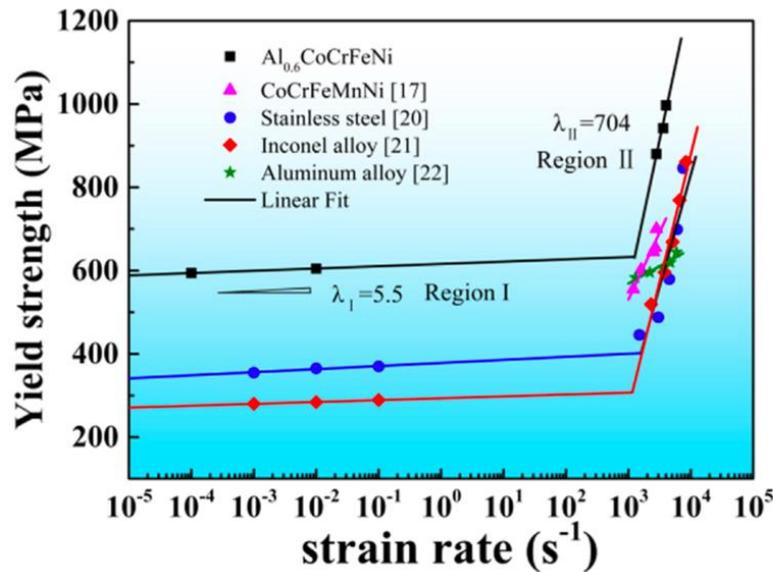


Figure 162 : Illustration de l'évolution de la contrainte d'écoulement (MPa) en fonction de la vitesse de déformation (s^{-1}) pour de s des régimes thermiquement activé et visqueux [154]

Le trainage visqueux implique une augmentation de la température, qui peut in fine se traduire par un adoucissement et conduit en général à la formation des bandes de cisaillement adiabatique voire à la recristallisation dynamique. La Figure 163 résume cette situation pour deux alliages à composition complexe.

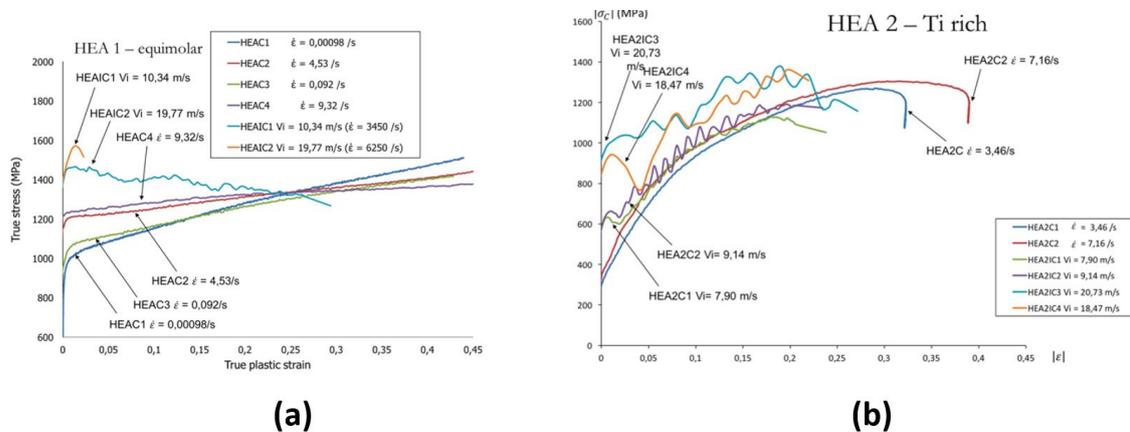


Figure 163 : Effet de la vitesse sur le comportement d'alliages complexes à haute entropie de mélange. (a) adoucissement avec formation de bande de cisaillement adiabatique sous impact direct ; (b) sans formation de bande de cisaillement adiabatique [157]

Dans le cas des deux matériaux de la présente étude, les courbes contrainte-déformation en régime dynamique par impact direct n'ont pas montré un tel adoucissement, comme le montre la Figure 164

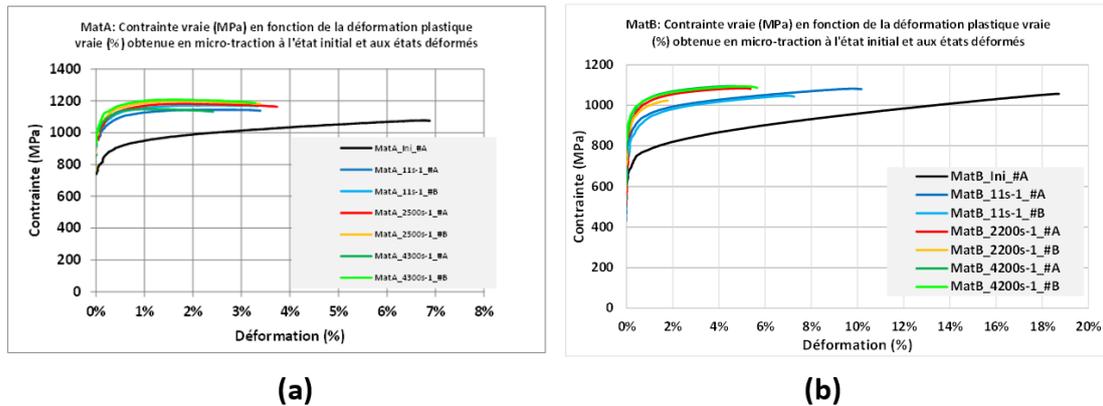


Figure 164 : Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4150±150s⁻¹ des courbes d'écoulements obtenues en micro-traction pour le MatA (a) et le MatB (b)

On peut alors faire l'hypothèse raisonnable que, dans notre cas, l'augmentation de la contrainte d'écoulement serait plutôt le résultat d'une augmentation de la densité de dislocations, comme le montrent les analyses EBSD (Figure 135, page 108 du chapitre V). D'ailleurs, les niveaux de valeurs du GOS n'ont pas permis de suspecter un phénomène de recristallisation (voir Figure 138 page 110 pour le MatA et page 122 pour le MatB). Dans le Nickel par exemple, des densités de l'ordre de 10¹⁴m⁻² ont été reportées [101], conduisant à une diminution drastique de la taille des cristallites.

L'analyse microstructurale post-mortem (post-impact) des alliages semble a priori montrer des résultats mitigés du point de vue de la sous structuration ou de l'affinement de la taille des grains. De fait il n'en est rien. L'essentiel des observations a été réalisé sur la surface impactée, ce qui n'a pas facilité la révélation de la sous structuration par les analyses EBSD. Néanmoins ces dernières (les IPF notamment) ont montré des variations d'orientations au sein d'un même grain, signe d'une sous structuration sous-jacente (Figure 165).

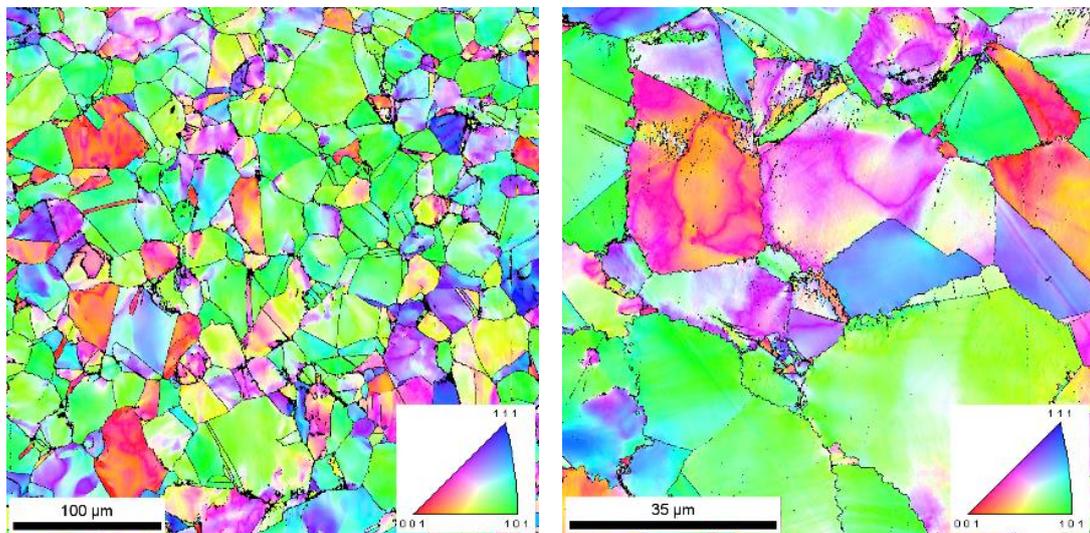


Figure 165 : MatB - Cartographie IPF en vue large (360*360μm² au pas de 0.2μm) et de détail (90*90μm² au pas de 0.05μm) post élaboration dynamique à 4200 s⁻¹

Un résultat similaire a été obtenu au cours du projet MAUDE [3] comme le montre la Figure 166 ci-dessous qui compare deux cartographies EBSD réalisées sur la surface impactée et sur une surface parallèle à la direction de l'impact. L'affinement de la taille des grains est plus visible dans la dernière observation (c). De manière identique, les observations réalisées au MET par Dirras et coll. [10] dans le cas de l'aluminium pur déformé par DPD (poids tombant), montrent que la taille des cristallites est beaucoup plus fine pour des observations réalisées sur la tranche (voir Figure 42, chapitre I).

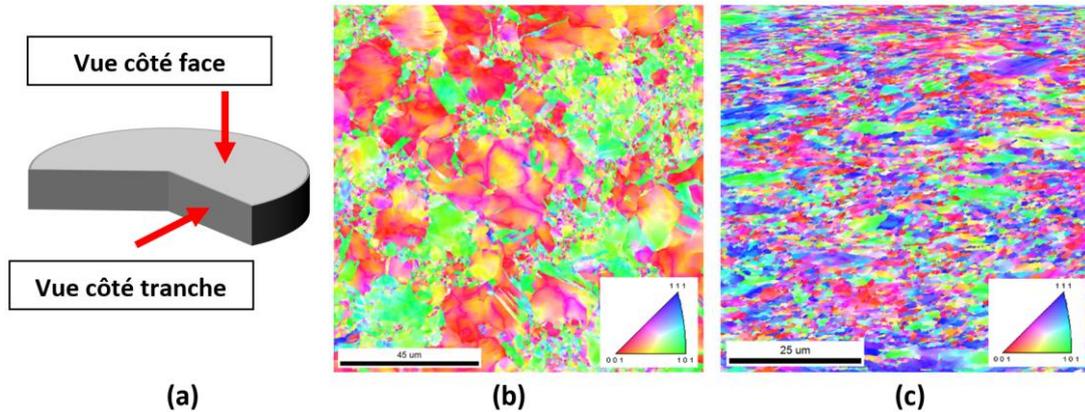


Figure 166 : Cartographies IPF d'un disque en nickel après impact direct suivant les vues définies sur le schéma (a) des côtés face (b) et tranche (c) [3]

Afin de confirmer cette sous-structuration suite aux élaborations en régime dynamique, les tailles des domaines cohérents de diffraction ont été déterminées par diffraction des rayons X. Les résultats sont résumés dans le Tableau 14 pour le MatA et le Tableau 15 pour le MatB.

Tableau 14 : MatA - Taille des Domaines Cohérents de Diffraction (DCD)

MatA - DCD en nm	Cu	Cu-Be
État initial	34.22±1.07	100.00±67.27
Presse dynamique: 11.3% à 11s ⁻¹	22.26±0.21	18.32±5.55
Impact direct: 19.3% à 4350s ⁻¹	38.79±0.50	NA (% de phase trop faible)

Tableau 15 : MatB - Taille des Domaines Cohérents de Diffraction (DCD)

MatB - DCD en nm	Cu	Cu-Ni	Cu-Sn
État initial	164.17±3.75	31.70±1.59	8.66±0.08
Presse dynamique : 12.8% à 11s ⁻¹	253.79±9.40	15.31±0.34	6.87±0.49
Impact direct : 19.9% à 4200s ⁻¹	117.50±0.03	17.76±0.55	12.34±0.77

Ces tableaux donnent les valeurs de la taille des cristallites dans chacune des phases en présence dans chacun des matériaux étudiés, en fonction de l'état métallurgique (vitesse de sollicitation en régime dynamique). On peut constater une variation sensible de la taille des cristallites, en particulier de la phase Cu-Be dans le cas de l'alliage Cu - Be durci structurellement (MatA) et des phases Cu-Ni et Cu-Sn de l'alliage Cu₁₅Ni₈Sn durci par

décomposition spinodale (MatB). La taille de ces entités constitutives, plus que la taille des grains per se déterminée au MEB joue un rôle important sur le comportement mécanique macroscopique.

En effet, d'une manière générale, les méthodes de transformations microstructurales de type SPD (ECAE, HPT ...) induisent un fort affinement de la microstructure comme le montrent les tableaux de la Figure 167 ci-dessous dans le cas de l'alliage Cu-Ni-Si [158]. Cet affinement, s'accompagne d'une augmentation de la dureté du matériau (Figure 167).

Table 1
The median and variance, μ and σ , of the log normal size distribution of subgrains, the area average mean crystallite size D , the average dislocation density ρ , and the twin faulting probability β of the Cu-2.5Ni-0.6Si alloy after processing by HPT.

N	a (nm)	μ (nm)	σ	D (nm)	ρ ($\times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)	β (%)
1/8	0.36256	4.23	0.10	69	3.79	0
1/2	0.36259	3.80	0.16	45	4.93	0.17
1	0.36298	3.70	0.15	41	7.29	0.21
3	0.36282	3.66	0.17	39	7.51	0.21
5	0.36391	3.62	0.18	38	7.58	0.40
10	0.36396	3.64	0.16	38	7.59	0.24

Table 2
The median and variance, μ and σ , of the log normal size distribution of subgrains, the area average mean crystallite size D , the average dislocation density ρ , and the twin faulting probability β of the Cu-2.5Ni-0.6Si alloy after processing by ECAP.

N	a (nm)	μ (nm)	σ	D (nm)	ρ ($\times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)	β (%)
1	0.36122	4.52	0.10	92	2.12	0.11
2	0.36250	4.30	0.11	74	2.53	0.12
3	0.36228	4.23	0.12	69	2.72	0.16
4	0.36137	4.22	0.12	68	3.11	0.16
8	0.36228	3.98	0.14	54	4.11	0.19
12	0.32275	3.78	0.16	44	4.91	0.21

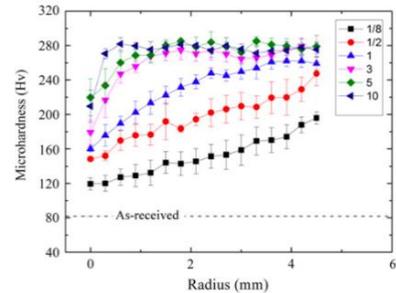


Fig. 1. Evolution of Vickers microhardness with distance from the center of the Cu-2.5Ni-0.6Si alloy disks after HPT.

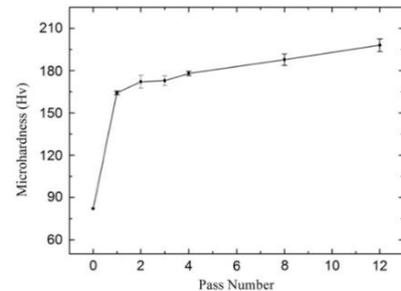


Fig. 2. Microhardness evolution after processing by ECAP.

Figure 167 : Affinement de la microstructure et augmentation de la microdureté d'un Cu-Ni-Si après avoir subi des procédés SPD de type HPT et ECAP (tiré de [158])

Notons à ce propos, que les valeurs de « tailles des grains » mesurées par DRX, MET et MEB (EBSD) sont en général différentes, comme l'ont montré Dirras et coll. [10]. Ainsi en matière d'affinement de la microstructure, il faut toujours préciser la méthode d'investigation. Cette donnée n'est souvent pas décrite complètement dans les études traitant du sujet, en particulier dans les données compilées.

- Comportement mécanique macroscopique post-mortem
 - o Cas du Mat A (alliage Cu – Be)

Le MatA montre un gain de caractéristiques mécaniques par rapport à l'état initial, suite aux élaborations en régime dynamique. Dans le cas d'essais de compression post-impact, les courbes présentent un pic de contrainte d'écoulement aux faibles déformations (~0.75% de déformation plastique) suivi d'un adoucissement (cf. courbes d'écoulement et de durcissement sur la Figure 168 et la Figure 169). Cet adoucissement étant d'autant plus important que la vitesse de déformation lors de l'élaboration est élevée. Ce type de comportement avait déjà été reporté par Abdul-Latif et coll., dans le cas des alliages d'aluminium [9] [10] et avait été attribué en partie par un effet d'instabilité microstructurale, due à un changement de trajet de déformation. Cependant, dans le cas présent, d'autres phénomènes pourraient entrer en jeu. En effet, en cohérence avec les résultats de la DRX qui montrent une diminution de la taille des cristallites, les analyses EBSD indiquent une forte densité de dislocations (Figure 135,

chapitre V). Cela implique que le matériau à la sortie de l'élaboration est déjà saturé en défauts structuraux et perd ainsi toute capacité pour un écrouissage ultérieur. Par ailleurs, dans le cas des matériaux impactés à la vitesse la plus élevée, les analyses DRX n'ont pas permis de mesurer la fraction des précipités durcissants CuBe. Ce résultat suggère qu'une redissolution probable des précipités a pu avoir lieu, à l'instar des précipités Al_2Cu des alliages d'aluminium sous impact [3]. Si tel est le cas, la contribution apportée par ces précipités via le mécanisme de contournement d'Orowan par exemple serait amoindrie par rapport à l'état initial. Cette interprétation nécessiterait certes une analyse fine plus poussée.

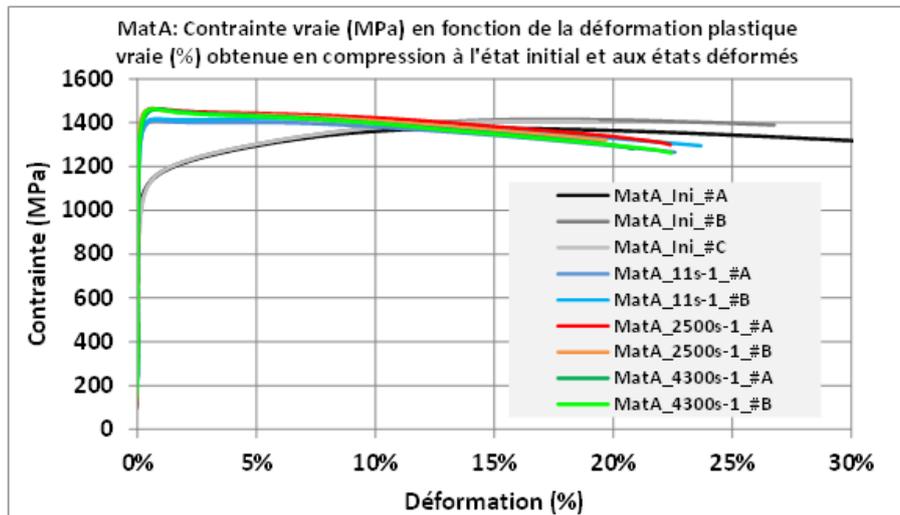


Figure 168 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des courbes d'écoulements obtenues en compression

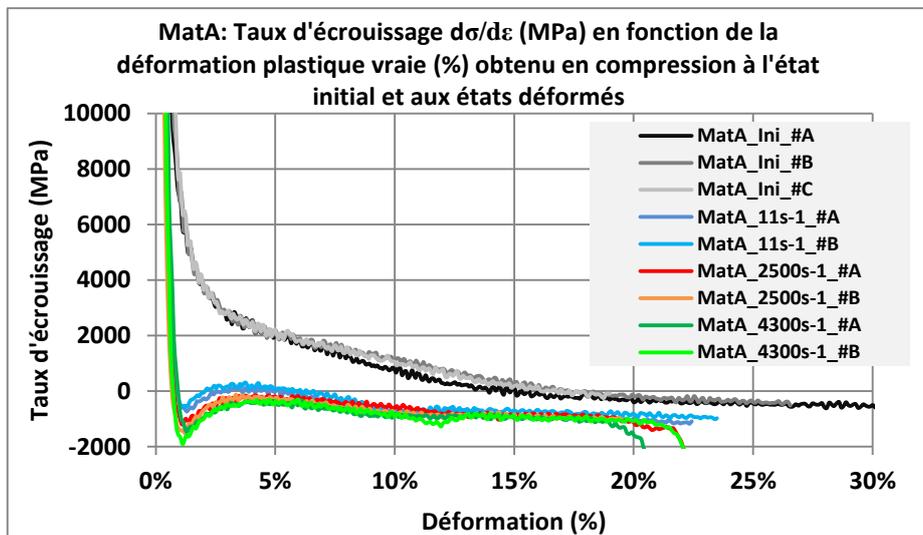


Figure 169 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) obtenus en compression

À l'inverse des essais de compression, les essais post-mortem en traction montrent cependant un tout autre comportement. Si les gains en caractéristiques mécaniques sont au rendez-vous, dans le cas de la micro-traction, aucun adoucissement n'est observé. En terme microstructural, la vraie différence que l'on peut postuler ici pourrait venir d'un effet de texture cristallographique. En effet, les analyses DRX ont montré une texture de fibre très marquée parallèlement à l'impact, ce qui n'est pas le cas dans le plan du disque. Ici encore une étude systématique reste à réaliser.

○ Cas du MatB (alliage Cu - Ni - Sn)

Comme décrit dans le chapitre précédent, l'alliage Cu - Ni - Sn est un alliage durci par décomposition spinodale. C'est sa microstructure particulière composée d'une alternance de trois phases telle qu'illustrée par le Tableau 15 issue des résultats DRX qui en font un alliage à part, comparé aux autres alliages de la série comme par exemple la composition Cu - Ni - Si (eux aussi appelé à remplacer les alliages Cu - Be) qui sont, comme le Cu - Be durcis par précipitation classique [159].

Comme pour le cas du MatA (alliage Cu - Be), le comportement mécanique en régime quasi statique montre un réel gain de caractéristiques mécaniques, **à un niveau encore meilleur que celui atteint pour l'alliage Cu - Be** (cf. Figure 170 ci-dessous). Ce qui était l'un des principaux objectifs de ce travail.

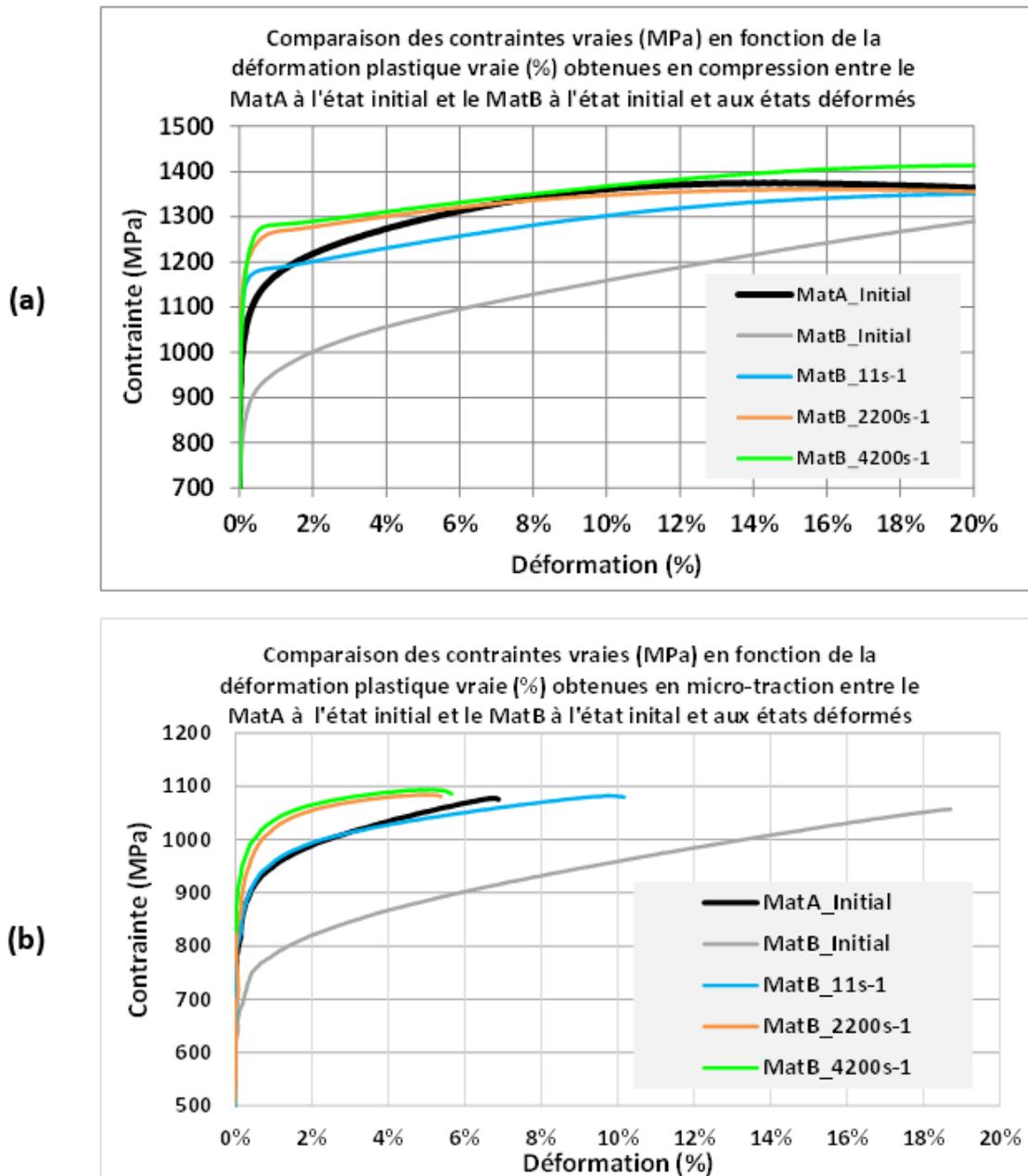


Figure 170 : Comparaison des courbes d'écoulement en compression (a) et en micro-traction (b) entre le MatA à l'état initial et le MatB à l'état initial et après les élaborations en dynamique

Ces essais post-impact montrent, au contraire du MatA, un comportement durcissant que ce soit compression ou en traction, aucun adoucissement n'ayant été observé. L'analyse KAM menée sur les échantillons post-impact indique une concentration des champs élastiques en périphérie des joints de grains, avec par endroit la nucléation de grains ultrafins, avec une texture aléatoire. Ainsi, en plus de la nanostructuration de la microstructure initiale et post-impact dans chaque grain, une première explication pourrait être liée au fort contraste mécanique, lui-même introduit par un contraste chimique des phases en présence. La modulation de composition constitue un type de structure hétérogène, dont la particularité, comme pour la plupart des structures hétérogènes (gradient de composition, de taille des grains ou de phases, etc.) permet de délocaliser la déformation plastique et de retarder ainsi l'instabilité plastique, et donc une ductilité bien meilleure.

D'ailleurs comme le montre la figure de sensibilité ci-après, la sensibilité à la vitesse de déformation est bien meilleure pour l'alliage Cu-Ni-Sn que pour le CuBe. Les analyses EBSD montrent en outre, de manière qualitative, un taux d'accumulation de LAGBs après impact beaucoup plus bas que dans le cas de l'alliage CuBe, ce qui laisse des possibilités d'écroûissage ultérieures.

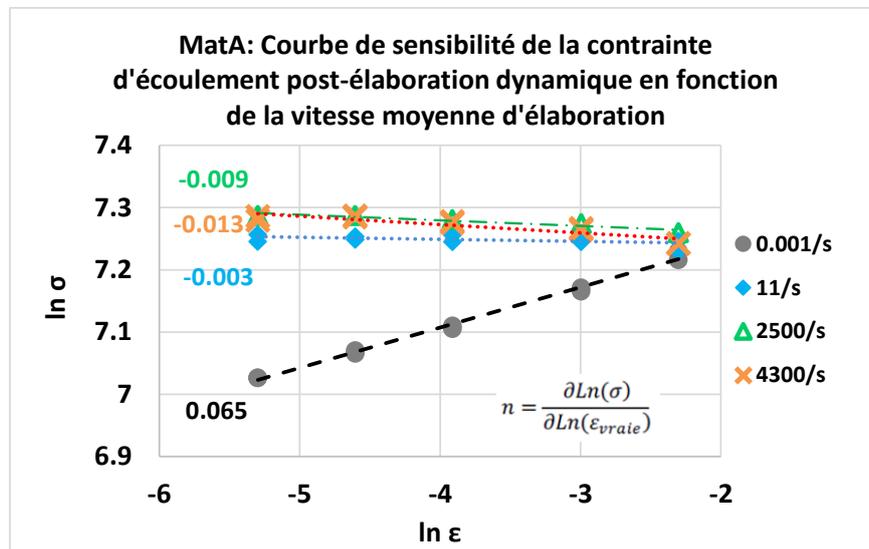


Figure 171 : MatA - Courbe de sensibilité de la contrainte d'écoulement post-élaboration dynamique en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration

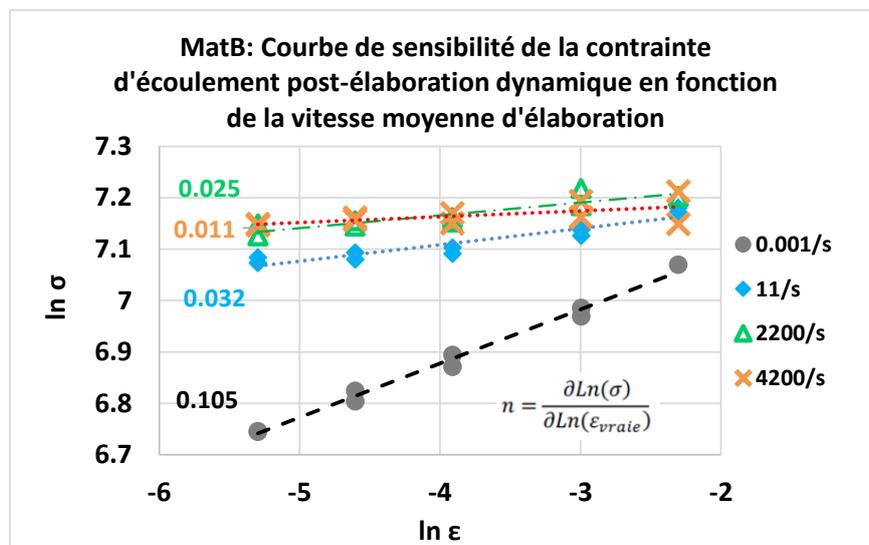


Figure 172 : MatB - Courbe de sensibilité de la contrainte d'écoulement post-élaboration dynamique en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration

En conclusion, les données obtenues suite aux investigations décrites et discutées ici permettent de dire que les premiers objectifs qui concernaient l'optimisation des propriétés mécaniques macroscopiques via la mise en route d'un procédé d'élaboration unique et économique ont été atteints pour les deux alliages, sans ajout d'éléments d'addition réputés rares ou stratégiques pour lesquels le marché mondial est contraint (exemples : Ta, V, Nb ...) comme illustré dans la Figure 173.

Mieux, l'alliage Cu-Ni-Sn qui est appelé à remplacer, pour l'application envisagée, l'alliage Cu - Be a montré de réels espoirs, quant à sa stabilité microstructurale. Certes, la plupart des explications envisagées pour expliquer les comportements mécaniques macroscopiques post-mortem sont pour la plupart assez spéculatives et nécessiteraient des études fines plus poussées, avec des outils d'investigations idoines.

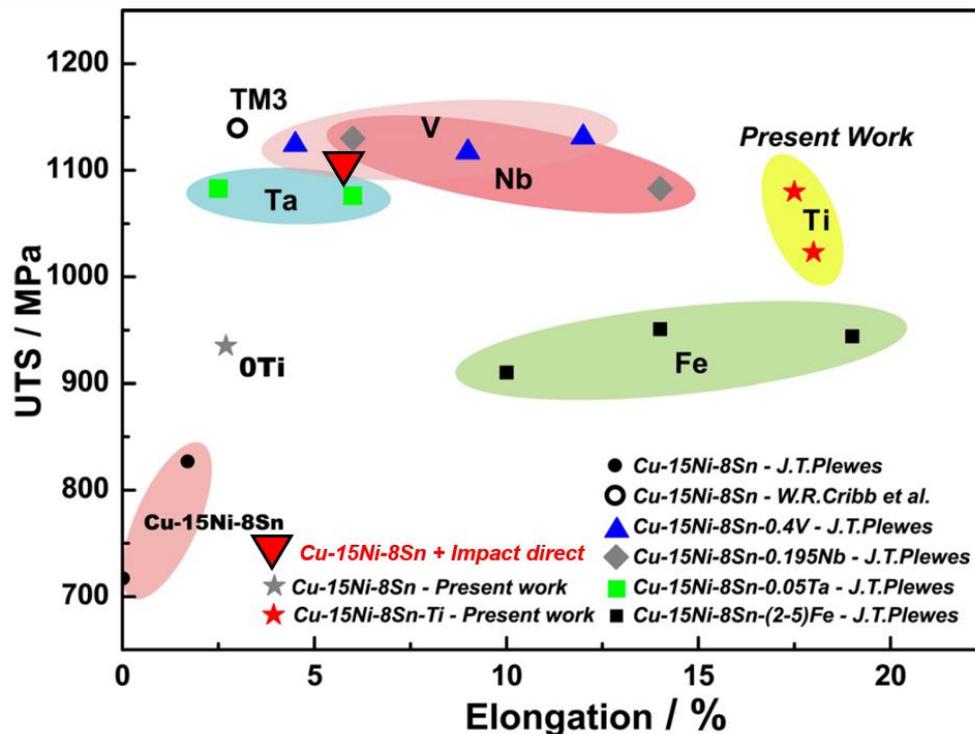


Figure 173 : Positionnement du Cu15Ni8Sn élaboré en impact direct par rapport à l'ajout d'éléments d'addition pour l'augmentation de ses propriétés mécaniques (tiré de Zhao et Coll. [160])

Bibliographie du chapitre VI

- [135] J. Chen et Coll., “Dependence of texture evolution on initial orientation in drawn single crystal copper”, *Mater Charact*, Vol 62, p237-242 (2011)
- [136] H. Xie et Coll., “Microstructure and solidification behavior of Cu-Ni-Si alloys”, *Mater Charact*, Vol 60, p114-118 (2009)
- [137] I. Altenberger, “Materials properties of high-strength beryllium-free copper alloys”, Project Number : WP2138, (2011)
- [138] S. Suzuki et Coll., “Improvement in strength and electrical conductivity of Cu-Ni-Si alloys by aging and cold rolling”, *J. Alloys Compd*, Vol 417, p116-120, (2006)
- [139] H. Nagayoshi et Coll., “Bend formability and microstructure in a Cu-4 mass%Ni-1 mass%Si-0.002 mass%P alloy”, *J. Jpn Inst Met*, Vol 70, p750-755, (2006)
- [140] R. Monzen et Coll., “Microstructure and mechanical properties of Cu-Ni-Si alloys”, *Materials and Science and Engineering A*, Vol483-484, p117-119, (2008)
- [141] Q. Lei et Coll., “Phases transformation behaviors and properties of high strength Cu-Ni-Si ”, *Materials Science and Engineering A*, (2017)
- [142] D.M. Zhao et Coll., “Structure and strength of the age hardened Cu-Ni-Si alloy”, *Mater Chem Phys*, Vol 6, pp 79-81, (2003)
- [143] Dr. Eric Fodran, “New SERDP Project: copper Beryllium Alternatives Alloys Development”, Project Number : WP2138, (2011)
- [144] I. Sabirov et Coll., “Bulk Nanostructured Materials with Multifunctional Properties ”, Springer Briefs in Materials book series, <https://doi.org/10.1007/978-3-319-19599-5>
- [145] X. Sauvage et Coll., “Optimization of electrical conductivity and strength combination by structure design at the nanoscale in Al-Mg-Si alloys”, *Acta Materiala*, Vol 98, p355-366, (2015)
- [146] B.B. Straumal et Coll., “Phase transitions in Cu-based alloys under high pressure torsion”, *Journal of alloys and Compounds*, Vol 707, p20-26, (2017)
- [147] Y. Nasedkina et Coll., “Mechanisms of precipitation induced by large strains in the Al-Cu system”, *Journal of alloys and Compounds*, Vol 710, p736-747, (2017)
- [148] I. Sabirov et Coll., “Formation of W-25%Cu nanocomposite during high pressure torsion”, *Scripta Materiala*, Vol 52, p1293-1298, (2005)
- [149] S. Lee et Coll., “Age-hardening of an Al-Li-Cu-Mg alloy (2091) processed by high pressure torsion”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol 546, p82-89, (2012)
- [150] M.H. Li et Coll., “Influence of equal-channel angular pressing on aging in 7050 Al alloy”, *Intermetallics*, Vol 55, p49-55, (2014)
- [151] I.F. Mohamed et Coll., “Aging Behavior of Al6061 Alloy Processed by High-Pressure Torsion and Subsequent Aging”, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol 46, p2664-2673, (2015)
- [152] X.H. An et Coll., “Significance of stacking fault energy in bulk nanostructured materials: Insights from Cu and its binary alloys as model systems”, *Progress in materials Science*, vol. 101, p1-45, (2019)
- [153] A.A. Mazilkin et Coll., “Softening of nanostructured Al-Zn and Al-Mg alloys after severe plastic deformation”, *Acta Mater.* 54, p3933-3939, (2006)
- [154] L. Wang et Coll., “Mechanical response and deformation of Al_{0.6}CoCrFeNi high-entropy alloys upon dynamic loading”, *Mat. Sci. and Eng. A*, Vol 727, p208-213, (2018)
- [155] M. Huang et Coll., “A constitutive model for high strain rate deformation in FCC metals based on irreversible thermodynamics”, *Mechanics of Materials*, Vol 41, p982-988, (2009)

-
- [156] T.W. Zhang et Coll., “Dynamic deformation behaviors and constitutive relations of an AlCoCr_{1.5}Fe_{1.5}NiTi_{0.5} high-entropy alloy”, *Scripta Materiala*, Vol 136, p15-19, (2017)
- [157] V. Kentheswaran, “Refractory high-entropy alloys: mechanical behavior under complex loadings, implementation of a non-conventional processing route”, Université Paris13, Villetaneuse, thèse de doctorat soutenue en janvier 2019
- [158] A.D. Khereddine et Coll., “An examination of microstructural evolution in a Cu-Ni-Si alloy processed by HPT and ECAP”, *Materials Science & Engineering A*, Vol 576, p149-155, (2013)
- [159] Q. Lei et Coll., “Microstructure and mechanical properties of high strength Cu-Ni-Si alloy treated by combined aging processes”, *Journal of Alloys Compounds*, Vol 695, p2413-2423, (2017)
- [160] C. Zhao et Coll., “Improving the performance Properties of Cu-15Ni-8Sn Alloys by addition of Titanium”, *Materials*, Vol 10, p1038-1048, (2017)
- [161] Z. Li et Coll., “Microstructure and mechanical properties of Cu-Ni-Si alloys”, *Materials and Science and Engineering A*, (2017)

Conclusion générale

Dans la famille des alliages de cuivre, le Cu – Be a longtemps été le matériau au compromis de performances conductivité électrique/résistance mécanique le plus élevé. Néanmoins des efforts permanents sont consacrés à limiter l'utilisation du Béryllium pour des raisons sanitaires (en raison de sa toxicité), économique ou géostratégique. De nombreux travaux de recherche pour s'affranchir du Béryllium ont vu l'avènement d'autres nuances, de type Cu - Ti, Cu – Ni – Si ou encore Cu – Ni – Sn, mais qui, actuellement, ne garantissent pas encore l'élimination complète des alliages Cu - Be, tant la marge de progression en termes de propriétés mécaniques est encore grande.

D'un point de vue mécanique, les techniques de durcissement des métaux qui consistent à ralentir raisonnablement le mouvement des dislocations, reposent principalement sur trois grandes méthodes pouvant être utilisées seules ou de façon combinée. Ces méthodes sont l'ajout d'éléments d'addition (solution solide), la précipitation d'une seconde phase, l'affinement de la taille des grains (des cristallites ou des domaines cohérents de diffraction), ou encore la dispersion, au sein de la matrice, d'oxydes qui vont eux aussi, agir comme obstacles au mouvement des dislocations. Parmi les procédés d'affinement de microstructures, ceux qui utilisent de grandes déformations ou des techniques de type SPD ont été largement employés et ont montrés leur efficacité, voire leur performance dans un contexte industriel. Cependant, leur caractère souvent multiétapes et nécessitant parfois d'être accompagné par des traitements thermiques ajoute un coût économique non négligeable. C'est ainsi que l'idée de réaliser cet affinement microstructural par déformation plastique en régime dynamique, notamment en dynamique rapide s'avère être un procédé d'élaboration intéressant, même si ce procédé, en fonction de la microstructure initiale du matériau, peut s'accompagner de multiples autres phénomènes (transformation de phase, précipitation dynamique, recristallisation, etc.) en plus de l'affinement des grains *per se*.

L'utilisation de cette technique dans le cadre d'une augmentation de performances du Cu – Be est également d'actualité pour en étendre les caractéristiques mécaniques à des niveaux non ou difficilement atteignables autrement. Cette famille de bronze est majoritairement utilisée dans les équipements développés par THIOT INGÉNIERIE pour les applications dans le domaine des hautes pressions. Dans cette famille c'est l'alliage à 2% de Béryllium (en masse), appelé communément CuBe2 qui est privilégié lorsque les pressions de service sont de l'ordre du GPa.

Dans ce contexte, les présents travaux de thèse, qui se sont déroulés dans le cadre du développement de nouvelles microstructures pour répondre aux besoins constants de matériaux performants en conditions hautes pressions fluides (liquide en quasi statique ou gazeux en dynamique), ont permis d'évaluer la capacité du procédé dynamique d'élaboration en impact direct à élaborer des microstructures nouvelles à des vitesses de $2250 \pm 50 \text{s}^{-1}$ et $4250 \pm 50 \text{s}^{-1}$ par rapport à une compression sous presse dynamique à une vitesse d'élaboration de 11s^{-1} . Les deux alliages à base de cuivre qui ont servi de support pour ces travaux de recherche tiennent leurs propriétés, à l'état initial, de deux méthodes de durcissement différentes, l'un à durcissement structural, l'autre à durcissement par décomposition spinodale.

Pour le premier matériau, c'est donc l'alliage au cuivre au Béryllium (2% massique) état trempé revenu (dénommé MatA) qui a été choisi pour en étendre les performances mécaniques en termes de tenue en compression dans le sens de l'élaboration et de tenue en traction orthoradiale. Le matériau initial, à 0.5% de déformation plastique, présentait des limites d'écoulement de 1124MPa en compression et de 915MPa en traction orthoradiale avec dans ce dernier cas, un allongement final à rupture de 6.9%. Les contraintes d'écoulements après impact direct à 4200s^{-1} ont atteint des niveaux respectivement de 1455 (+331MPa) et de 1153MPa (+238MPa) avec un allongement à rupture réduit à 3.3%. Les essais de compression, après un pic de contrainte d'écoulement à $\sim 0.7\%$ de plasticité, ont montré un adoucissement dont les deux causes privilégiées sont d'une part la forte densité de dislocations générée lors de l'impact qui ne permet plus d'écrouissage supplémentaire (confirmé par les analyses EBSD) et d'autre

part la redissolution supposée des précipités, comme le suggère les analyses menées par DRX, contrairement aux élaborations aux plus basses vitesses. Il s'agit là d'un résultat intéressant sur la cinétique de précipitation sous impact, à confirmer par des analyses plus fines (MET, tomographie). Le comportement post-mortem en traction quant à lui n'a présenté aucun adoucissement jusqu'à la rupture. L'ensemble de ces résultats est encourageant dans le sens où cela donne la possibilité pour THIOT INGÉNIERIE d'augmenter les caractéristiques du MatA dans le cadre de ses applications.

Le second matériau (dénommé MatB), est un alliage à décomposition spinodale de type Cu₁₅Ni₈Sn (valeurs en % massique). Dans ce cas, l'objectif de départ était d'atteindre les caractéristiques du MatA à l'état initial. Les limites élastiques à l'état initial du MatB étaient de 1124MPa en compression et de 755MPa en traction orthoradiale à 0.5% de déformation plastique avec pour cette dernière un allongement final à rupture de 18.9%. Les contraintes d'écoulements après impact direct à 4200 s⁻¹ ont atteint des niveaux respectivement de 1271 (+147MPa) et de 1000MPa (+245MPa) avec un allongement à rupture réduit à 5.7%. Ces résultats indiquent clairement un comportement supérieur du MatB élaboré par impact direct par rapport au MatA à l'état trempé revenu initial ce qui, comme dit plus haut, était l'un des objectifs initiaux de ces travaux de recherche. Mieux, les courbes d'écoulement post-élaboration du matériau B présente (en compression et en traction) un écrouissage continu, contrairement à l'adoucissement observé pour le matériau A. D'un point de vue analyse microstructurale, les analyses EBSD et plus particulièrement les données du KAM et les cartographies de joints de grains ont montré la propension du matériau à localiser les champs élastiques en périphérie des joints de grains. Les cartographies IPF indiquent la nucléation de grains ultrafins, d'orientations cristallographiques aléatoires, laissant supposer des phénomènes locaux de recristallisation, qui n'ont cependant pas été confirmés par les données du GOS. Ici encore des études plus fines pourraient être réalisées. Quoiqu'il en soit, il semble, en rapport avec les courbes d'écoulement post-impact, que les effets cumulés de la nanostructuration, de la microstructure initiale et de la structure hétérogène post-impact se traduisant par un gradient de composition, taille des grains ou de phase de cet alliage soient susceptibles de permettre une délocalisation de la déformation plastique, de retarder l'instabilité plastique, et donc d'améliorer la ductilité.

Pour conclure, le principal avantage de la méthode DPD support de ces travaux de thèse réside dans sa capacité à améliorer les performances d'un matériau sans avoir à recourir systématiquement à des éléments d'additions ou des traitements thermomécaniques multiples. Cette alternative développable industriellement répond donc aux problématiques en devenir de type géostratégique développées dans l'introduction par rapport à certains éléments d'addition.

Perspectives

L'objectif recherché de cette thèse était de confirmer le développement d'un nouveau moyen/concept d'optimisation de matériaux métalliques et plus précisément d'alliage de cuivre par Déformation Plastique Dynamique (DPD) en vue d'améliorer leurs performances pour les applications où ces derniers sont fortement sollicités en haute pression. L'amélioration de matériaux par cette technique DPD offre des perspectives nouvelles dans ce domaine avec la diminution des temps et des coûts de maintenance sur les enceintes ou les multiplicateurs de pression par exemple.

Néanmoins, que ce soit dans le domaine civil comme militaire, les gains de masses associés aux résistances mécaniques élevées trouvent des applications dans toutes les structures et composants aéronautiques et spatiales et ceci pour de multiples familles de matériaux métalliques (aluminium, acier, titane, nickel ...). L'intérêt permanent de trouver des solutions de gains de masses à iso-performances est un impératif.

Ces travaux de recherche vont contribuer à ce que la société THIOT INGÉNIERIE acquière un nouveau domaine de compétence qui est celui de l'optimisation des propriétés via la modification des microstructures. La compréhension fine du matériau basée sur les connaissances acquises au cours de cette thèse et les compétences permanentes du LSPM avec qui la société souhaite maintenir des liens étroits ouvrent de réelles opportunités en termes de potentiel économique.

À terme, la possibilité de la société THIOT INGÉNIERIE de proposer des matériaux standardisés et fiables, associés à la capacité de la simulation numérique dotée du modèle de comportement adapté, ne pourrait que positionner l'entreprise comme expert reconnu dans un domaine allant de l'expertise des dispositifs de grandes vitesses (son cœur de métier) à l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux de structures via l'optimisation microstructurale pour les produits à fortes valeurs ajoutées.

Si les résultats permettent de dire que les objectifs macroscopiques sont atteints, il n'en demeure pas moins que les mécanismes sous-jacents sont loin d'avoir été compris ou expliqués de manière irréfutable. Certaines explications peuvent paraître spéculatives et il faut donc mener des analyses microstructurales plus fines pour expliquer les comportements observés à l'échelle macroscopique (analyse MET, en l'occurrence)

Il est fort possible qu'il y ait un gradient de microstructure et de texture cristallographique dans l'épaisseur du disque après DPD, ce qui pourrait influencer le comportement macroscopique. Il serait donc intéressant de faire une analyse de la microstructure par observation de la tranche (coupe parallèle à la direction de l'impact).

Dans le cas du Cu - Be, un essai dynamique à chaud à la température à laquelle se fait habituellement le durcissement structural permettrait de réaliser une reprecipitation sous sollicitation dynamique et récupérer ainsi un écrouissage post-mortem.

D'un point de vue comportements mécaniques, les évaluations des effets de l'impact direct sur la limite d'endurance en fatigue dans la direction orthoradiale et sur la tenue à la fissuration dans la direction radiale seraient dans un premier temps des compléments d'études particulièrement intéressants. Des illustrations CAO du plan de prélèvement dans les disques élaborés sont proposées sur la Figure 174.

Pour la limite d'endurance, et au vu de la quantité restreinte de matière à disposition, la méthode dite par auto échauffement (éprouvettes bleues) est à privilégier puisqu'un seul essai est nécessaire pour évaluer la limite d'endurance pour un rapport de charge r donné (r est le rapport entre la contrainte maximale divisée par la contrainte minimale).

Pour la fissuration, des essais d'ouverture de fissure sur éprouvette de type DSCT (Disc Shaped Compact Tension, éprouvettes vertes sur la figure) permettraient d'évaluer les effets de cette phase d'élaboration dynamique sur le mode de propagation dans la direction radiale.

Même si les pièces finales (bagues ou joints HP) ne sont pas assujetties à de la traction radiale (selon l'axe R de la Figure 175-c) des prélèvements d'éprouvettes de micro-traction avec une

direction principale dans le sens radial permettraient d'évaluer l'orthotropie en termes de comportement mécanique du matériau une fois élaboré (éprouvette rose).

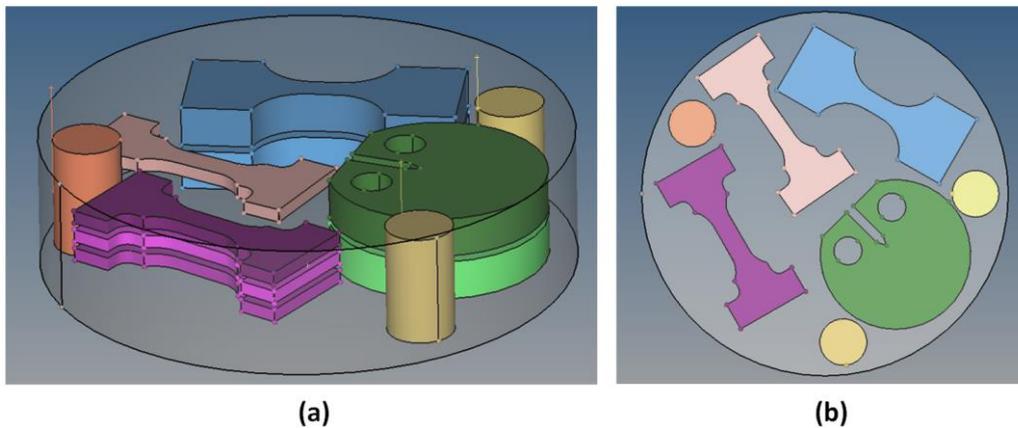


Figure 174 : Vue isométrique (a) et de dessus (b) des prélèvements d'éprouvettes complémentaires de traction radiale (rose), fatigue d'autoéchauffement (verte) et d'ouverture de fissure DSCT (verte)

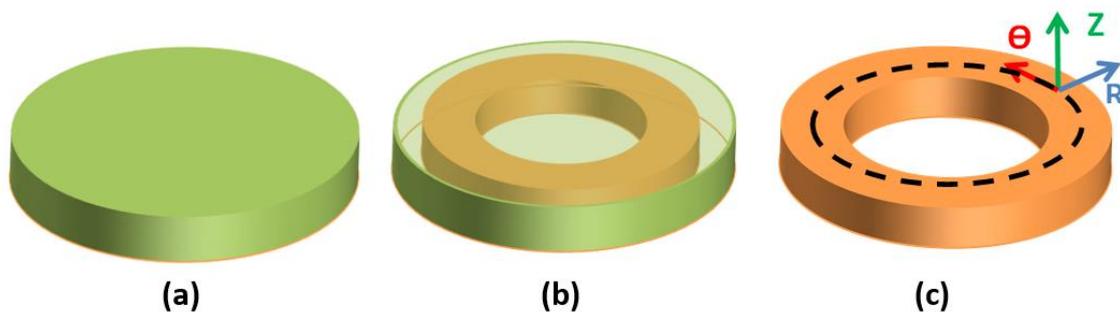


Figure 175 : Illustrations du produit semi-fini (disque élaboré en impact direct) à l'anneau fini : disque élaboré (a) ; prélèvement d'un anneau au cœur d'un échantillon élaboré (b) ; rappel des directions radiale, orthoradiale et axiale en coordonnées cylindriques sur l'anneau contenant la pièce finie (c)

En ce qui concerne les simulations, la reproduction numérique de toutes les étapes n'a pas pu être développée dans le cadre de la thèse et seule l'étape d'élaboration a fait l'objet de travaux spécifiques pour déterminer les lois de comportement de ces matériaux et permettre d'ajuster les paramètres d'une loi de comportement de type Johnson-Cook. Ces simulations multi-étapes nécessiteraient l'utilisation de lois plus complexes (semi-physiques à physiques), mais permettraient d'anticiper le comportement post-élaboration dynamique et donc guideraient les conditions d'élaboration en fonction des performances finales souhaitées. Dans ce sens, il serait intéressant d'évaluer les effets de la vitesse de déformation, de la température et de la triaxialité des contraintes sur la limite d'écoulement de ces matériaux pour alimenter des modèles de comportement macroscopiques plus élaborés que le modèle simple de Johnson-Cook.

Pour analyser l'incidence de ces paramètres sur l'écoulement plastique en dynamique, des moyens de caractérisation de types barres d'Hopkinson pourraient être mis en œuvre avec des moyens de métrologie adaptés : caméra thermique à très haute vitesse d'acquisition dans le visible et l'infrarouge, interférométrie VH, pyrométrie IR. Ces différents outils conduiraient à une meilleure connaissance de l'état de la matière au cours des déformations rapides ce qui déboucherait sur des données exploitables pour alimenter de nouvelles formulations de modèles de comportement.

Une autre voie de l'aspect numérique concerne le calcul à différentes échelles de représentation de la matière, notamment à l'échelle du grain pour déterminer les hétérogénéités de températures liées aux hétérogénéités de déformations. Les élévations de températures issues des simulations réalisées dans ces conditions dynamiques d'échauffement adiabatique, ont été déterminées avec une loi de comportement isotrope et des maillages de $200\mu\text{m}$. Ces élévations de températures sont comprises entre 75 et 101K sous impact direct avec les écrasements d'environ 20.0% à 2350 et $4350\pm 150\text{s}^{-1}$. Ces températures ne sont certes pas élevées, mais elles restent « macroscopiques » en regard des dimensions des grains et encore plus par rapport aux alternances de phases dans le cas du Cu15Ni8Sn. Ces déformations localisées peuvent faire l'objet de « points chauds » liés aux hétérogénéités de déformations (et de contraintes) observées lors des caractérisations microstructurales. Le compromis dimensions de maillage / temps de simulation, mais aussi la prise en compte de comportements mécaniques différents entre le cœur et en périphérie de grains par exemple constitueraient un challenge intéressant à relever dans le domaine dynamique avec comme garde-fou que ces travaux devront être à terme, utilisés en milieu industriel et donc avec des ressources informatiques implicitement limitées.

Index des figures

Figure 1 : Criticité d’approvisionnement en Béryllium (flèche rouge) basé sur le critère HHI [12]	3
Figure 2 : Rappel des 3 principaux mécanismes de durcissement (a) et exemples de résistance électrique / limite élastique pour quelques nuances cuivre et alliages utilisant ces mécanismes (b) [18]	9
Figure 3 : Influence du pourcentage de Ni dans un alliage Cu-Ni sur la courbe d’écoulement et les évolutions en termes de limite élastique, de contrainte à rupture et d’allongement uniforme [19].....	10
Figure 4 : Diagramme de phases de l’alliage Cu - Zn pour les fortes teneurs en Cu qui montre la présence de Zn en solution solide dans Cu (Phase1) et des précipités Cu_5Zn_8 (phase2) pour des proportions de Zn supérieurs à 30% (a) [17] et principe de fonctionnement du durcissement par précipitation (b) [18]	11
Figure 5 : Images MEB des précipités fins intra granulaire et gros aux joints de grains d’un alliage Cu3Ti après laminage à chaud [20](a) et de siliciure de nickel Ni_2Si dans un alliage de cuivre $CuNi_3Si_1Mg$ [21](b).....	11
Figure 6 : Méthodes de durcissement par écrouissage : laminage (a), forgeage (b) et extrusion cylindrique (c) [18].....	12
Figure 7 : Évolution de la taille des grains et des propriétés mécaniques en fonction du durcissement par écrouissage d’un alliage Cu-30Zn (retranscrit de [16]) (a) et diamètre moyen des grains (en μm) en fonction de la déformation et de la température de recuit pendant 6h d’un alliage Cu-33Zn [22](b) ...	12
Figure 8 : Illustrations des stades de restauration d’un matériau écroui [23] (tirées de [22])	13
Figure 9 : Micrographies de recristallisation après un recuit post durcissement par écrouissage sur un laiton Cu - 30Zn (a) et dans des bandes de cisaillement dans un bronze CuSn7P (b) [22]	13
Figure 10 : Illustrations des stades de recristallisation d’un matériau écroui [23] (tirées de [22])	14
Figure 11 : Différences de formation de structures biphasées entre une croissance par germination-croissance et une décomposition spinodale [26] – influence des conditions de revenu (température – temps) sur la période d’alternance de phases d’un $Cu_{45}Ni_{15}Cr$ [27].....	15
Figure 12 : Illustrations MET d’un $Cu_{15}Ni_8Sn$ recuit 1000s à 775K (les flèches indiquent la direction de progression de la décomposition) (a) et détail de la structure périodique [28] (b). La matrice de base α est en blanc, les lamelles de la phase $\gamma-DO_3 (Cu_xNi_{1-x})_3Sn$ sont en noir [28]	15
Figure 13 : Cartographie EDX d’un $Cu_{15}Ni_8Sn$ recuit 1000s à 775K (a) et analyse de concentration de chaque élément le long du segment A-A’ (b) [28].....	16
Figure 14 : Microstructure d’un Glicop™ Al25 par microscopie ionique à balayage (la flèche noire pointe un précipité) [28] et comparaison avec des nuances à haute conductivité électrique de la tenue au fluage de cette nuance aux hautes températures (retranscrit de [16]).....	16
Figure 15 : Exemples de couple “allongement - limite d’écoulement” obtenus avec les méthodes de durcissement conventionnelles pour le cuivre pur et deux types d’alliages [18]	17
Figure 16 : Loi de Hall-Petch pour le cuivre pour des grains inférieurs à 10nm [6] (d’après [33])(a) et classification des domaines du mécanisme de déformation des matériaux CFC appliqué au cuivre (b) [32]	18
Figure 17 : Rupture puis inversion de la loi de Hall-Petch dans l’évolution de la contrainte en fonction de la taille moyenne des grains [6] (d’après [36]) (a) et synthèse de résultats obtenus sur du cuivre [37] (b)	19
Figure 18 : Reproduction par simulation avec un modèle discret de dynamique de dislocations à deux dimensions (2D DDD, Discrete Dislocation Dynamics model) des trois domaines d’évolution de la limite élastique versus taille des grains incluant glissement et émission de dislocations aux joints de grains [38]	19
Figure 19 : Synthèse des différents paramètres, effets, conditions d’essais et moyens utilisés en régime dynamique par ordre croissant de vitesse de déformation [39]	20
Figure 20 : Dispositif de mesures d’impulsion développée par B. Hopkinson [40] (a) et Moyens expérimentaux recensés par Curran pour la détermination du comportement en traction et à la rupture dans un trièdre déformation – vitesse de déformation – triaxialité (σ_m/σ_y) [43] (b).....	20

Figure 21 : Détermination dynamique de l'effet Bauschinger $\sigma_{YUL\sigma_{YL}}$ [42] : a : Configuration d'impact direct avec le matériau à caractériser (1), la barre instrumentée (2), la jauge de mesure (3) et l'impacteur (4), b : signaux enregistrés sur la jauge (3)	21
Figure 22 : Barres d'Hopkinson en compression miniaturisées (Desktop Kolsky bar) Ø3mm-76cm (a) et limites d'écoulements obtenues pour un alliage d'aluminium de type 6061-T6 entre 10^4 et 5.10^4 s^{-1} (b) [44].....	21
Figure 23 : Illustration des résultats de Follansbee [49] sur l'évolution de la contrainte vraie d'un cuivre non allié [49] (a) et position des 3 régimes de vitesse de déformation sur un graphique vitesse moyenne des dislocations en fonction de la contrainte appliquée [46] (b)	22
Figure 24 : Images TEM de microstructures d'un cuivre déformé comprimé à $\epsilon=2.0$ [11] (illustrations d'après [51]) : (a ₁) 10^{-1} s^{-1} à température ambiante; (a ₂) à (a ₄) essai dynamique respectivement à température ambiante, à -78°C et sous azote liquide	23
Figure 25 : Synthèse des modes de déformations et des microstructures générées (grains ultrafins UFG, nanomacles NT et nanograins NG) dans un espace énergie de faute d'empilement / $\ln Z$ pour du cuivre pur et quelques alliages (Cu-Al, Cu-Ge, Cu-Mn, Cu-Ni, Cu-Si, Cu-Sn, Cu-Zn) [52]	23
Figure 26 : Images prises en ombroscopie avec une caméra rapide de l'impact d'une bille en polymère en régime hypervélocité (au-delà de sa vitesse du son) dans une plaque métallique avec génération de débris [39]	25
Figure 27 : Évolution de la perforation d'une charge creuse en fonction de la taille moyenne de grains (a) – Configuration du dispositif de choc par propulsion de plaque par explosif utilisée par Meyers (b) [53]	26
Figure 28 : Comparaisons du comportement en compression quasi statique (10^3 s^{-1}) de cuivres non alliés à grains fins ($9.5\mu\text{m}$) et gros ($315\mu\text{m}$) après un choc de 50GPa sur leur évolution de comportement entre [53]	26
Figure 29 : Comparaisons de l'influence d'un choc de 50GPa sur des cuivres non alliés à grains fins ($9.5\mu\text{m}$) et gros ($315\mu\text{m}$) sur leur évolution de comportement entre 10^{-4} et 8000 s^{-1} [53].....	26
Figure 30 : Synthèse partielle de siliciure de Niobium (NbSi ₂) sous choc à partir de poudres de Niobium et de Silicium : état initial (a) et final (b) [46]	27
Figure 31 : Types de dislocations et transferts dans le modèle KM (a) ; schéma des trois types de dislocations ρ_w , ρ_i et ρ_m (b) et transferts d'un type à un autre dans le modèle de Gottstein (c) (illustrations issues de [54])	31
Figure 32 : Principe de l'extrusion-compression cyclique de tube ou TCEC (Tube Cyclic Extrusion-compression) – Comportement en traction d'un cuivre non allié en fonction du nombre de cycles de TCEC [86].....	32
Figure 33 : Illustration du DCAP (a) [87]; Contrainte de cisaillement lors du passage dans la filière d'un cuivre non allié (b) et contrainte d'écoulement à l'état initial (1) et après 2 (2) et 4 passes (3) (c)[88].....	33
Figure 34 : Procédé DCAP (a) avec une plaque métallique (4) propulsée par lanceur à gaz (1) pour mettre en mouvement un piston (6) qui comprime l'échantillon (7) dans une double filière à 90° (8) et morphologies de grains obtenues sur un AA6061 avec une pseudo-carte 3D d'orientation de pôle inverse (b) [89].....	33
Figure 35 : Dimensions et vue isométrique du projectile DTE en cuivre OFHC (a) et photographies des fragments recueillis post DTE (b) [90].....	34
Figure 36 : Illustrations des simulations numériques des tests et des fragments générés avec un modèle de type Johnson - Cook modifié (a) et Zerilli - Armstrong modifié (b) [91]	34
Figure 37 : Positions des points de mesures sélectionnés dans un cuivre OFHC après test DTE (a), courbes de contraintes d'écoulement déterminées en ces points par simulation numérique (b) et analyses EBSD de l'évolution des grains et des sous-joints de grains(c) [91].....	35
Figure 38 : Procédé EDPD: Configuration initiale (a) [93], schéma de l'échantillon post-EDPD avec formalisme d'orientation des vues MET (b), clichés MET dans la direction radiale (c) et longitudinale (d) [92].....	36

Figure 39 : Procédé EDPD: Évolution de la taille moyenne des grains en fonction de l'épaisseur d'explosif (a) [93] et influence de cette taille moyenne sur les courbes d'écoulement post-EDPD en compression entre 1800 et 6300s ⁻¹ réalisés sur barres d'Hopkinson (b) (retranscrit de [92]).....	36
Figure 40 : Configuration utilisée par Dharan [94]; Synthèse des limites d'écoulement en compression (0-620MPa) à $\epsilon=20\%$ obtenues entre 5.0×10 ³ et 1.2×10 ⁵ s ⁻¹ pour un aluminium recuit à haute pureté (99.999%).....	37
Figure 41 : Illustrations MET des échantillons produits à partir de poudres d'aluminium agglomérées par HIP (a) puis post DSPD à 280s ⁻¹ dans le sens de l'impact (b) et dans la direction orthogonale (c) [9]	37
Figure 42 : Illustrations MET des 3 types de microstructures dans un échantillon d'aluminium post impact dynamique : (a) Structures en cellules de dislocations (b), structures de grains et sous-grains équiaxes avec désorientations croissantes au niveau des joints et (c) et structures à grains ultrafins avec recristallisation dynamique partielle [10].....	38
Figure 43 : Illustrations MET des microstructures dans un échantillon de cuivre post impact dynamique : (a) paquets de cellules en microbandes et microbandes de cisaillement, (b) structure en cellules dans des microbandes larges et (c) et structure à grains ultrafins avec recristallisation dynamique partielle [98]	38
Figure 44 : Images MET d'un cuivre soumis à un DPD sous azote liquide à $\epsilon=2$ après recuit avec présence d'amas de nanomacles résiduelles (a) et effet d'une SDX après un DPD sur du cuivre (b) [100]	39
Figure 45 :Influence des paramètres d'un recuit post-DPD sous azote liquide à $\epsilon=2$ sur la courbe d'écoulement d'un cuivre (a) et synthèse des couples limite élastique / déformation uniforme atteints avec DPD sous azote liquide (nanograins)+ recuit et quasi statique (grains ultrafins) (b) [100].....	39
Figure 46 : Illustration des deux configurations d'impact direct sur barres d'Hopkinson avec inertie d'impacteur très importante par rapport à la réponse élastoplastique de l'échantillon (a) et impacteur de masse réduite dont l'inertie est de l'ordre de grandeur du travail plastique (b) [42].....	40
Figure 47 : Courbe d'écoulement et évolution de la vitesse de déformation déduite de deux essais de compression en impact direct sur barre d'Hopkinson sur un cuivre impacté à deux vitesses différentes (18.7 et 50.7m/s) dans une configuration de type inertiel [65].....	40
Figure 48 : Illustration de la configuration d'impact direct sur barre d'Hopkinson utilisée [8] [103]..	40
Figure 49 : Carte EBSD de figures de pôle inverse des grains dans les échantillons de nickel à l'état initial (a) et impactés à 10.9 (b), 28.2 (c) et 70.9m/s (d) [101]	41
Figure 50 : Évolution des désorientations (a) et de nanoduretés (b) mesurées à l'état initial et aux trois vitesses d'impact réalisées [101].....	41
Figure 51 : Cartographie des grains (traits noirs, $\Theta>15^\circ$) et sous-joints de grains ($5^\circ>\Theta>15^\circ$ en traits verts et $\Theta<5^\circ$ en traits rouges) à l'état initial (a) et vue à la frontière entre les deux microstructures du centre et de la périphérie de l'échantillon après l'impact dynamique (b) [103].....	42
Figure 52: Images MET du Zn après impact direct à 28.9m/s en périphérie (a), à un rayon intermédiaire (b) et au centre (c) et (d) [103].....	42
Figure 53 : Images MET et distribution statistique des tailles de grains obtenus un alliage de cuivre à 8% d'aluminium (en masse) par ECAP 8 passes (a), multi impacts DPD à température ambiante pour $\epsilon_{cumul\acute{e}}=1.8$ (b) et 5 tours HPT (c) (retranscrit de [104]).....	43
Figure 54 : Comparaison ECAP (4 et 8 passes sur $\varnothing 20\times 100$ mm), HPT (5 tours sur $\varnothing 10\times 0.8$ mm) et multi impacts DPD à température ambiante ($\varnothing 17.1\times 21.6$ mm initial) sur un alliage biphasique Cuivre-Argent Cu8%Ag après forgeage à 450°C et recuit 10h à 450°C [104].....	43
Figure 55 : Fonctionnement (a) à (e), échantillon en cuivre élaboré par procédé FSREB (Friction Stir Radial Back Extrusion) (f) et déformations plastiques pendant le procédé calculées avec DEFORM (g) [105]	44
Figure 56 : Simulation d'un procédé d'extrusion torsadée sur un alliage Al1100 pour l'optimisation des conditions d'opérations frottement et contre-pression (BP sur les illustrations) et analyse de l'homogénéité de l'état des contraintes (angle de Lode et triaxialité) dans les différentes sections de la filière (S-S à M-M) [106].....	45

Figure 57 : Simulation d'EDCAP [93] avec le maillage utilisé (a), Champs de température calculés dans les grains (b) et Évolution des Températures moyennes des grains (T_G) et de la température théorique de grossissement des grains déterminée à $0.28T_M$ d'après l'auteur [93] en fonction de l'épaisseur d'explosif (c).....	45
Figure 58 : Simulation EDCAP : Champ de contrainte (a) et de déformation (b) pris à deux instants de la phase de compression dynamique [93].....	46
Figure 59 : Simulations d'un procédé ECAP avec une approche multiéchelles (a), et illustrations des sous-cycles de calculs pour les calculs méso-micro (b) et évolution de la taille des grains dans l'échantillon à mi-parcours et en fin de cycle (c) [107]	46
Figure 60 : Position de la méthode d'élaboration dynamique par impact direct par rapport aux autres méthodes d'élaboration [108] [109].....	53
Figure 61 : Transposition du système vertical entre le vérin de de la presse et le capteur d'effort dynamique (a) en configuration horizontale pour les élaborations en impact direct (b).....	54
Figure 62 : Presse dynamique : Vue d'ensemble de la configuration (a), détail du capteur d'effort (b) et échantillon mis en place sur l'enclume (c).....	54
Figure 63 : MatA – Illustrations d'un disque élaboré à la presse JUPITER pour l'essai JUH0024 (a) et contraintes de Von Mises (en MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrée lors de l'élaboration réalisée à la presse dynamique avec le MatA $13\pm 2s^{-1}$ (b)	55
Figure 64 : Schéma de principe de la configuration d'impact direct réalisée (a) et photographie du lanceur pneumatique THOR en version Ø140mm utilisé pendant les élaborations dynamiques (b)....	56
Figure 65 : Photographies du montage expérimental en impact direct coté échantillon (a) et d'un échantillon électrolytique Ø50.0*8.0mm posé sur l'enclume avant déformation à 58% de déformation plastique vraie en impact direct à $6000 s^{-1}$ (essai TH044) (b).....	56
Figure 66 : MatA – Illustrations d'un disque élaboré en impact direct pour l'essai TH0042 (a) et contraintes de Von Mises (en MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déduites des deux élaborations réalisées en impact direct avec le MatA à 2500 et $4300s^{-1}$ (b).....	56
Figure 67 : Illustrations du produit semi-fini (disque élaboré en impact direct) à l'anneau fini : disque élaboré (a) ; prélèvement d'un anneau au cœur d'un échantillon élaboré (b) ; rappel des directions radiale, orthoradiale et axiale en coordonnées cylindriques sur cet anneau (c).....	57
Figure 68 : Illustration de la proportion entre les grains de surface et les grains à cœur sur une éprouvette cylindrique et influence de l'épaisseur d'une éprouvette d'un alliage de cuivre CuNi18Zn20 sur la courbe d'écoulement [190].....	58
Figure 69 : Illustration schématique du profil des contraintes selon l'épaisseur en fonction du rapport nombre de grains/épaisseur [202] (a) ; Courbes d'écoulement en micro-traction d'un cuivre à 99.99% pour des épaisseurs entre 10 et $500\mu m$ ($d_{moyen}=30\mu m$ pour $e<100\mu m$ et $d_{moyen}=20\mu m$ pour $e>100\mu m$) [110] (b).....	58
Figure 70 : Vues CAO du plan de prélèvement des éprouvettes quasi statiques de compression (en jaune et orange) et des éprouvettes de micro-traction (en violet) dans les disques en MatA ou MatB.	59
Figure 71 : Machine de compression 100kN du LSPM : vue d'ensemble (a), détail avec un échantillon Ø5.0× 8.33 mm entre les enclumes (b) et photographies de l'échantillon E-EC003 avant (c) et après essai (d)	59
Figure 72 : Illustration de la micromachine de marque DEBEN équipée avec les mors de traction (a) et illustration de l'échantillon de microtraction E-EMT031 en place sur la machine DEBEN en fin d'essai (b).....	60
Figure 73 : Photographies d'une éprouvette de micro-traction aux différentes étapes : initiale après électroérosion (a), polie et préparée avant essai (b), post-essai (c)	60
Figure 74 : Illustrations de la "poire d'interaction" générée dans la matière étudiée (a) [112] et des principales émissions produites par l'impact du faisceau d'électrons [113]	61
Figure 75 : MEB-FEG SUPRA 40VP du LSPM (a), détail des détecteurs (b) et vue intérieure de la platine support et du bout du canon d'électrons au-dessus de l'échantillon (c).....	62
Figure 76 : Images MEB d'un Cu15Ni8Sn observé en électrons secondaires (a) et rétrodiffusés (b)..	62

Figure 77 : Vue intérieure d'un MEB avec échantillon en position pour l'analyse EBSD (a) et principe des lignes de Kikuchi (b) [116], et illustration d'indexation du logiciel OIM dans la phase de calibration sur un cuivre électrolytique recuit	63
Figure 78 : Exemples de résultats EBSD sur un Cu15Ni8Sn après durcissement par décomposition spinodale : Figure de pôle inverse (a), distribution des désorientations (b) et cartographie des joints de types σ_3	64
Figure 79 : Illustrations (en convention TSL) des désorientations autour d'un pixel (a) [117] et des pixels pris en compte au 1 ^{er} , 2 ^e et 3 ^e voisin (b) [118]	64
Figure 80 : Illustration du diffractomètre 4 cercles INEL source Cobalt utilisé au LSPM [119]	65
Figure 81 : Textures cristallographiques obtenues par DRX d'un alliage de cuivre au béryllium état trempé revenu à durcissement structural après impact direct à 4350s ⁻¹	65
Figure 82 : Évolution temporelle de la contrainte d'écoulement macroscopique évaluée avec le modèle numérique LSDYNA et cartographies des contraintes de Von Mises entre 0 et 500 MPa obtenues avec un cuivre électrolytique lors de l'essai TH0053: Illustrations des différentes phases de compression lors de la simulation de l'impact direct (de 10 à 450 μ s)	67
Figure 83 : MatA : Comparaison de la décélération du projectile entre le modèle analytique et LSDYNA (cale d'arrêt impactée au niveau de la flèche bleue) pour les deux élaborations en impact direct.....	68
Figure 84 : Vue générale du modèle numérique (a) et vues détaillées du montage (b) (c) avec l'impacteur (gris foncé), l'échantillon (orange) et l'enclume (gris clair).....	68
Figure 85 : Présentation des trois types de projectiles de l'élaboration en impact direct avec les deux impacteurs montés sur sabots de 5.56kg (a) et 7.32kg (b) et l'un des deux projectiles à 17.2kg (c)	69
Figure 86 : Illustration des maillages quadrangulaires utilisés avec un vue centrée sur l'échantillon (a) et détail du maillage au niveau de la cale d'arrêt [A] (b) et de l'échantillon [B] (c).....	69
Figure 87 : Comparaison de la vitesse moyenne du projectile et la vitesse matérielle au niveau du point mesuré avec la VH issues de la simulation LSDYNA pour l'élaboration en impact direct à 2500s ⁻¹ ...	70
Figure 88 : Illustration avec l'impacteur le plus fin (a-c) et le plus épais (d-f) de la flexion au droit de l'échantillon (a) et (d) puis du retour élastique dans tout l'impacteur après impact de la cale d'arrêt (b) et (e) et jusqu'en fin de compression (c) et (f) par visualisation du champ de déplacement (en mm) ..	71
Figure 89 : Comparaison pour l'essai TH0052 entre les mesures (VH1 & VH2), LSDYNA et le modèle analytique de la vitesse de l'impacteur et de l'évolution de la vitesse de déformation au cours du temps	72
Figure 90 : Cartographies finales des déformations plastiques entre 68 et 72% obtenues par simulation numérique dans un échantillon de cuivre électrolytique (impacteur en gris foncé, enclume en gris clair)	72
Figure 91 : Diagramme d'équilibre binaire Cu – Be [120] et illustrations des différentes phases [120] [122]	76
Figure 92 : Images MEB obtenues suivant trois grossissements (300 – 1000 – 5000) du MatA illustrant la ségrégation de la phase γ aux joints de grains de la matrice α	76
Figure 93 : Images MEB d'une structure duplex $\alpha + \gamma$ (zone riche en Béryllium en noir) [121] (a) et images MET des précipités γ d'un CuBe ₂ laminé à 40% puis revenu 60min à 330°C [123] (b) et (c)	76
Figure 94 : MatA - État initial : Éprouvette post-mortem (a)(b), comportement en micro traction et détermination du couple déformation plastique vraie / contrainte vraie finale à partir de la mesure de la section de l'éprouvette post-mortem (c).....	77
Figure 95 : MatA - état initial : Courbes d'écoulements issues des essais de compression pour les pions cylindriques Ø5.0*8.33mm (E-ECC045 à E-ECC047).....	77
Figure 96 : Mat A - État initial – cartographie large (pas de 0.2 μ m): cartographie en noir des joints de grains (>15°) et en rouge des joints de type Sigma3 (entre 59 et 61°) (a) et cartographie KAM5 à 5 voisins (b).....	78
Figure 97 : Mat A- État initial : Figures de pôle inverse avec une cartographie large avec un pas de 0.2 μ m (a) et détail avec un pas de 0.05 μ m (b).....	79
Figure 98 : Mat A - Texture cristallographique à l'état initial obtenue par DRX	79

Figure 99 : Diagramme TTT du Cu-15Ni-8Sn [124] et illustrations des différentes phases (retranscrit de Caris [126]).....	80
Figure 100 : Illustrations MEB du développement de la phase γ -(Cu _x Ni _{1-x}) ₃ Sn à structure DO ₃ incohérente au dépens de la matrice γ' -(Cu _x Ni _{1-x}) ₃ Sn à structure DO ₂₂ aux joints de grains d'un alliage Cu-15Ni-8Sn en fonction du temps du recuit à 400°C : 0min (a), 120min (b), 240min (c) et 420min [127]	81
Figure 101 : Évolutions de la transformation de la matrice $\alpha+\gamma'$ en cellule $\alpha+\gamma$ (a) et de la microdureté dans la matrice et les cellules aux joints de grains [127] lors d'un recuit à 400°C d'un alliage Cu-15Ni-8Sn (b).....	81
Figure 102 : Images MEB du MatB obtenues suivant trois grossissements (300 – 500 – 1000).....	81
Figure 103 : MatB - État initial : Éprouvette post-mortem (a), comportement en micro-traction et détermination du couple déformation plastique vraie / contrainte vraie finale à partir de la mesure de la section de l'éprouvette post-mortem (E-EMT014 & E-EMT015)	82
Figure 104 : MatB - État initial ; Courbes d'écoulements issues des essais de compression à l'état initial pour les pions cylindriques Ø5.0*8.33mm (E-ECC016 à E-E-ECC018)	82
Figure 105 : Mat B - État initial - cartographie large (pas de 200nm): cartographie en noir des joints de grains (>15°) et en rouge des joints spéciaux de type Σ 3 (entre 59 et 61°) (a) et cartographie KAM5 (b)	83
Figure 106 : MatB - État initial : Figures de pôle inverse avec une cartographie large avec un pas de 0.2 μ m (a) et de détail avec un pas de 0.05 μ m (b)	84
Figure 107 : Mat B - État initial : Texture cristallographique obtenue par DRX.....	84
Figure 108 : Position de l'élément choisi (S468327 pour cette simulation) pour les tracés de contraintes de Von Mises et de vitesse de déformation au sein des échantillons en vue d'ensemble (a) et détaillé (b).....	87
Figure 109 : Illustrations des disques élaborés du MatA avec des vues de la tranche, coté vérin et coté enclume pour l'essai JUH0024 (a) et l'essai TH0042 (b)	88
Figure 110 : MatA – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (en /s) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrée lors de l'élaboration à la presse dynamique à ~11s ⁻¹ (JUH0024).....	89
Figure 111 : MatA – Contrainte de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (en /s) en fonction de la déformation plastique vraie (%) évaluées à l'aide du modèle analytique et la loi de Ludwick après recalage des signaux VH enregistrés lors des élaborations à 2500 et 4300s ⁻¹	89
Figure 112 : MatA – Comparaison des contraintes de Von Mises (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déduites des élaborations entre 11 et 4300s ⁻¹ par rapport à l'état initial à 0.001s ⁻¹ 90	
Figure 113: MatA – Courbe d'écoulement (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déterminée par LSDYNA au sein de l'échantillon pour les élaborations à 2500 et 4300s ⁻¹	91
Figure 114 : MatA - Comparaison des profils de décélération de l'impacteur (en m/s) en fonction du temps (en μ s) entre les mesures VH (en noir et gris), les simulations LSDYNA aux droits de ces points de mesures (bleu) et les diagrammes déterminés avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0032 (a) et TH0042 (b)	91
Figure 115 : MatA - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μ s) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0032 (a) et TH0042 (b).....	92
Figure 116 : Déformations plastiques finales obtenues pour le MatA avec LSDYNA de l'essai TH0032 (a) et TH0042 (b) (axe de révolution vertical, impacteur en gris foncé, enclume en gris clair, les géométries initiales sont symbolisées en traits rouges).....	92
Figure 117 : Illustrations des disques élaborés du MatB avec des vues de la tranche, côté vérin en côté enclume pour l'essai JUH0023 (a) et l'essai TH0043 (b)	93
Figure 118 : MatB – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (s ⁻¹) en fonction de la déformation plastique vraie (%) enregistrées lors de l'élaboration réalisée à la presse dynamique..	94

Figure 119 : MatB – Contraintes de Von Mises (en MPa) et vitesse de déformation (s^{-1}) en fonction de la déformation plastique vraie (%) évaluées avec le modèle analytique et la loi de Ludwick par recalage des signaux de vitesses obtenues lors de l'élaboration réalisée en impact direct.....	94
Figure 120 : MatB – Comparaison des lois d'écoulement déduites des élaborations entre 11 et 4200 s^{-1} par rapport à l'état initial à 0.001 s^{-1} en termes de contrainte de Von Mises (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%).....	95
Figure 121 : MatB – Courbe d'écoulement (MPa) en fonction de la déformation plastique vraie (%) déterminée par LSDYNA au sein de l'échantillon pour les élaborations à 2200 et 4200 s^{-1}	96
Figure 122 : MatB - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μs) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0039 (a) et TH0043 (b).....	96
Figure 123 : MatB - Comparaison des vitesses de déformation (en /s) en fonction du temps (en μs) déduites des mesures VH (en noir et gris), calculées par LSDYNA au cœur de l'échantillon et déterminées macroscopiquement avec le modèle analytique final (rouge) pour les essais TH0039 (a) et TH0043 (b).....	97
Figure 124 : Déformations plastiques finales obtenues pour le MatB avec LSDYNA de l'essai TH0039 (a) et TH0043 (b) (axe de révolution vertical, impacteur en gris foncé, enclume en gris clair, les géométries initiales sont symbolisées en traits rouges).....	97
Figure 125 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300 s^{-1} des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large	101
Figure 126 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300 s^{-1} des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b).....	102
Figure 127 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300 s^{-1} des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) obtenus en compression.....	102
Figure 128 : MatA – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues (a) et en écarts relatifs (b)	103
Figure 129 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300 s^{-1} des courbes d'écoulements obtenues en micro-traction en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b).....	104
Figure 130 : MatA - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300 s^{-1} des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) en micro-traction.....	104
Figure 131 : MatA – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues (a) et en écarts relatifs (b)	105
Figure 132 : MatA – Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b).....	106
Figure 133 : Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b) pour un cuivre électrolytique recuit, comprimé à 50% de déformation vraie	107
Figure 134: MatA - Proportions des joints de grains (>15°) et des sous-joints de grains (<15°) ainsi que des joints spéciaux de types $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1}).....	107
Figure 135 : MatA – Évolution des proportions des joints de grains (>15°) et des sous-joints de grains (<15°) ainsi que des joints spéciaux de types $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001 s^{-1} [B], déformation dynamique de 11, 2500 et 4300 s^{-1} [C] à [E])..	108
Figure 136 : MatA – Évolution des cartographies KAM5 en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001 s^{-1} [B], déformation dynamique de 11, 2500 et 4300 s^{-1} [C] à [E]).....	109
Figure 137 : MatA – Evolution des valeurs du GOS au sein des grains par rapport à l'état initial en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1}).....	110

Figure 138 : MatA – Évolution des cartographies GOS en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2500 et $4300s^{-1}$ [C] à [E]) (les zones blanches sur les cartographies ont des valeurs de GOS supérieures à 5°)	110
Figure 139 : MatA – Cartographie large $360*360\mu m^2$ au pas de $0.2\mu m$ – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2500 et $4300s^{-1}$ [C] à [E]).....	111
Figure 140 : MatA – Cartographie de détail $90*90\mu m^2$ au pas de $0.05\mu m$ * – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2500 et $4300s^{-1}$ [C] à [E])..	112
Figure 141 : MatA – Évolution des textures cristallographiques mesurées par DRX entre l'état initial (a), élaboration à la presse dynamique à $11s^{-1}$ (b) et élaboration en impact direct à $4300s^{-1}$ (c).....	113
Figure 142 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des courbes d'écoulements obtenues en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b).....	114
Figure 143 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) obtenus en compression en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b).....	115
Figure 144 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en écarts absolus	115
Figure 145 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en compression entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en écarts relatifs	116
Figure 146 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des courbes d'écoulements obtenues en micro-traction	116
Figure 147 : MatB - Comparaison entre l'état initial et après élaboration dynamique entre 11 et $4200s^{-1}$ des taux d'écrouissage ($d\sigma/d\varepsilon$) en micro-traction en vue large (a) et détail aux faibles niveaux de plasticité (b).....	117
Figure 148: MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs absolues	117
Figure 149 : MatB – Comparaison des contraintes d'écoulements à 2.0, 5.0 et 10.0% obtenues en micro-traction entre l'état initial et les états élaborés dynamiquement en fonction de la vitesse de déformation en valeurs en écarts relatifs	118
Figure 150 : MatB – Évolution du diamètre moyen des grains calculé en aire en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration pour un seuil de joint de grains à 15° (a) et à 5° (b)	119
Figure 151 : MatB - Proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de type $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1})	119
Figure 152 : MatB – Évolution des proportions des joints de grains ($>15^\circ$) et des sous-joints de grains ($<15^\circ$) ainsi que des joints spéciaux de type $\Sigma 3$ en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformation dynamique de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E])..	120
Figure 153 : MatB – Évolution des cartographies KAM5 en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformations dynamiques de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E]).....	121
Figure 154 : MatB – Evolution des valeurs du GOS au sein des grains par rapport à l'état initial en fonction de la vitesse d'élaboration (en s^{-1}).....	122
Figure 155 : MatB– Évolution des cartographies GOS en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformations dynamiques de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E]) (les zones blanches sur les cartographies ont des valeurs de GOS supérieures à 5°)	122
Figure 156 : MatB – Cartographie large $360*360\mu m^2$ au pas de $0.2\mu m$ – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d'élaboration (état initial [A], quasi statique à $0.001s^{-1}$ [B], déformations dynamiques de 11, 2200 et $4200s^{-1}$ [C] à [E]).....	123

Figure 157 : MatB – Cartographie de détail 90*90µm² au pas de 0.05µm – Évolution des cartographies de figure de pôle inverse (IPF) en fonction de la vitesse moyenne d’élaboration (état initial [A], quasi statique à 0.001s⁻¹ [B], déformations dynamiques à 11, 2200 et 4200s⁻¹ [C] à [E]). 124

Figure 158 : MatB – Évolution des textures mesurées par DRX entre l’état initial (a), élaboré à la presse dynamique à 11s⁻¹ (b) et en impact direct à 4200s⁻¹ (c)..... 125

Figure 159 : Synthèse des propriétés de conductivité électrique pour quelques alliages de cuivre en fonction de leurs limites élastiques [137] et comparaison de la contrainte maximale du Cu – Ni - Si (« This work ») par rapport à d’autres alliages de cuivre en fonction de de la conductivité électrique [141] 127

Figure 160 : Comparaison des remplaçants potentiels du Cu - Be faite par Lei [141] lors de son étude sur le Cu - Ni - Si (tiré de [141]) 127

Figure 161 : Développement d’alternatives au Cu - Be pour les pièces d’usure sur les avions de combat [143] 128

Figure 162 : Illustration de l’évolution de la contrainte d’écoulement (MPa) en fonction de la vitesse de déformation (s⁻¹) pour de s des régimes thermiquement activé et visqueux [154] 129

Figure 163 : Effet de la vitesse sur le comportement d’alliages complexes à haute entropie de mélange. (a) adoucissement avec formation de bande de cisaillement adiabatique sous impact direct ; (b) sans formation de bande de cisaillement adiabatique [157]..... 129

Figure 164 : Comparaison entre l’état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4150±150s⁻¹ des courbes d’écoulements obtenues en micro-traction pour le MatA (a) et le MatB (b)..... 130

Figure 165 : MatB - Cartographie IPF en vue large (360*360µm² au pas de 0.2µm) et de détail (90*90µm² au pas de 0.05µm) post élaboration dynamique à 4200 s⁻¹ 130

Figure 166 : Cartographies IPF d’un disque en nickel après impact direct suivant les vues définies sur le schéma (a) des côtés face (b) et tranche (c) [3] 131

Figure 167 : Affinement de la microstructure et augmentation de la microdureté d’un Cu-Ni-Si après avoir subi des procédés SPD de type HPT et ECAP (tiré de [158])..... 132

Figure 168 : MatA - Comparaison entre l’état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des courbes d’écoulements obtenues en compression..... 133

Figure 169 : MatA - Comparaison entre l’état initial et après élaboration dynamique entre 11 et 4300s⁻¹ des taux d’écrouissage (dσ/dε) obtenus en compression..... 133

Figure 170 : Comparaison des courbes d’écoulement en compression (a) et en micro-traction (b) entre le MatA à l’état initial et le MatB à l’état initial et après les élaborations en dynamique..... 134

Figure 171 : MatA - Courbe de sensibilité de la contrainte d’écoulement post-élaboration dynamique en fonction de la vitesse moyenne d’élaboration 135

Figure 172 : MatB - Courbe de sensibilité de la contrainte d’écoulement post-élaboration dynamique en fonction de la vitesse moyenne d’élaboration 135

Figure 173 : Positionnement du Cu₁₅Ni₈Sn élaboré en impact direct par rapport à l’ajout d’éléments d’addition pour l’augmentation de ses propriétés mécaniques (tiré de Zhao et Coll. [160]) 136

Figure 174 : Vue isométrique (a) et de dessus (b) des prélèvements d’éprouvettes complémentaires de traction radiale (rose), fatigue d’autoéchauffement (verte) et d’ouverture de fissure DSCT (verte) .. 142

Figure 175 : Illustrations du produit semi-fini (disque élaboré en impact direct) à l’anneau fini : disque élaboré (a) ; prélèvement d’un anneau au cœur d’un échantillon élaboré (b) ; rappel des directions radiale, orthoradiale et axiale en coordonnées cylindriques sur l’anneau contenant la pièce finie (c) 142

Figure 176 : Illustration des procédés SPD de type ECAE (a), HPT (b), MDF (c)et ARB (d) [162][163] et micrographies d’un cuivre non allié à l’état recuit (e) et après 2 (f), 3 (g) et 4 (d) cycles d’ARB préchauffé à 400°C [164]..... 159

Figure 177 : Illustrations de quelques « routes » possibles avec rotation de l’échantillon entre chaque cycle d’ECAP successif [165] [166] 160

Figure 178 : Exemples d’autres procédés SPD basés sur de l’extrusion avec leurs principes (a)-(c) et vues de l’échantillon ou des courbes obtenues (d)-(f): Extrusion à aires elliptiques torsadées égales / ECSSE (a)(c) [167], Extrusion avec cisaillement simple / SSE [168] (b)(e) et laminage angulaire à aires égales avec φ=90° ECAR [169] (c)(f) 160

Figure 179 : Influence du nombre de tours de HPT avec 1/4 (a)-(c), 1 (g)-(h) et 5 (j)-(l) sur l'homogénéité de raffinement de microstructure entre le centre, le milieu et le diamètre extérieur d'un cuivre non allié ;lignes grises angles de faibles désorientation, noires angles de grandes désorientations, rouges joint de type σ_3 [170] 161

Figure 180 : Évolution de la microstructure en périphérie d'un cuivre non-allié (\emptyset grain moyen initial 15 μ m), de la taille moyenne des grains (μ m) et de la contrainte maximale (MPa) après 2 (a), 4 (b), 6 (c), 10 (d) et 20 (e) cycles de MAF(18 compression de 20-25% /cycle soit $\epsilon \sim 250\%$) (retranscrit de [171])..... 161

Figure 181 : Procédé d'extrusion inverse cyclique ou ABE pour Accumulative Back Extrusion (a) – Application sur du cuivre non allié à 99.99% avec vue microscopique d'une coupe d'un échantillon et évolution de la dureté mesurée dans cette coupe après 1, 2 et 4 cycles [172](b)..... 162

Figure 182 : Illustration enchaînement ECAP+CR ; Micrographie et comparaison des propriétés mécaniques d'un cuivre après 4 cycles d'ECAP et 4 cycles d'ECAP + Cold Rolling sur un cuivre non allié [173] 163

Figure 183 : Évolution de la loi d'écoulement d'un cuivre durci par dispersion d'oxydes (Glycop-Al25) et comparaison des contraintes à rupture, de limite d'écoulement et d'allongement total de deux nuances de Glycop en fonction du nombre de passes d'ECAE [28]..... 163

Figure 184 : Influence de la température d'un recuit sur un cuivre non allié après 8 cycles d'ECAR à chaud [174] : Micrographies et évolution de la microdureté en fonction de la température (a) et évolution de la contrainte d'écoulement après un recuit à 200°C pendant 20min (b) (retranscrit de [174])..... 164

Figure 185 : Effet d'un recuit post-SPD sur du cuivre non allié durci : machine d'extrusion quasi statique par usinage de copeau [175], Laminage sous N₂ liquide (Ref [13]), ECAP (Ref [14]-[15]) et HPT (Ref [16]) [175]..... 165

Figure 186 : Analyses EBSD des échantillons de cuivre post-SPD après un recuit à 293K (a), 523K (b), 573K (c) et 1073K (d) (ligne rouge : joint de macles ; ES : Sous-structures allongées ; RX : grain recristallisé) [175] 165

Figure 187 : Illustrations MET des sous-structures allongées (a) et des grains recristallisés (b) dans l'échantillon recuit à 573K [175] 165

Figure 188 : Exemples de systèmes de glissement (plan + directions) dans les structures CC, CFC et HC (adapté de [23])..... 168

Figure 189 : Illustration des différentes étapes de formation d'une macle dans un réseau cristallin (retranscrit de [178][177]): A : réseau initial sans défaut ; B : glissement dû à un effort de cisaillement dans un plan de maclage et une direction de macle avec un vecteur de Burger b ; C : Début de formation de la macle ; D : Macle formée..... 169

Figure 190 : Formation progressive d'une variante de martensite dans un alliage de cuivre [179].... 170

Figure 191 : Illustration des domaines d'influence des différents types de défauts (retranscrit de [180]) 170

Figure 192 : Illustrations des défauts cristallins dans un réseau régulier : lacune d'un atome (a), substitution avec un atome plus gros (b) ou plus petit (c) et atome plus petit en position interstitielle (d) 171

Figure 193 : Effets d'un élément d'alliage par substitution dans une matrice de cuivre (a) et limite de solubilité du zinc dans le cuivre avec formation d'un intermétallique CuZn au-delà de 30% de Zn à 0°C (b) (tiré de [181])..... 172

Figure 194 : Dislocations de type coin (a), vis (b) et mixte (c) (retranscrit de [190])..... 173

Figure 195 : Détermination du vecteur de Burger sur une dislocation coin (a) et vis (b) (retranscrit de [190]) et mise en évidence de ce vecteur sur une image MET (adapté de [180]) 173

Figure 196 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation coin (retranscrit de [190])..... 174

Figure 197 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation vis (retranscrit de [190]) 174

Figure 198 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation mixte (retranscrit de [190])..... 174

Figure 199 : Illustration de l'émergence des dislocations et apparition des marches en surface du matériau [178] (a) et bandes de glissement d'une éprouvette d'aluminium en traction [179] (b) 176

Figure 200 : Illustrations pour un matériau de type CFC des deux types de défauts d'empilement par retrait / défaut intrinsèque (a) ou par ajout / défaut extrinsèque (b) d'une portion de plan dense [191] 176

Figure 201 : Structure d'empilement CFC normale en couches A-B-C (a), illustration d'un défaut d'empilement avec l'absence d'une séquence C (b) et micrographie électronique en transmission en fond clair d'un défaut d'empilement dans un alliage 718 à base nickel [178] (c)..... 176

Figure 202 : Images MET et énergie de défaut d'empilement correspondant pour des échantillons déformés de cuivre, de nickel, et de l'aluminium illustrant les différentes morphologies d'arrangement des dislocations en fonction de cette énergie [11]..... 177

Figure 203 : Comparaison des courbes conventionnelles d'un cuivre non allié à grains micrométriques et nanométriques (a) et illustration de la loi de Hall-Petch (b) (tiré de [180][180])..... 178

Figure 204 : Visualisation dans une lame de cuivre mince étirée in situ sous MET de la propagation d'une dislocation dans un joint de macle [192]..... 178

Figure 205 : Visualisation dans une lame de cuivre mince étirée in situ sous MET (a) de l'empilement de 8 dislocations dans un joint de macle et émission de nouvelles dislocations (en bas à droite du joint de macle) ; Représentation schématique de l'empilement des 8 dislocations (b) [192]..... 179

Figure 206 : Illustration de l'écart entre la solubilité complète de la solution solide nickel dans le cuivre avec occupation aléatoire du nickel (a) avec la solubilité partielle du zinc dans le cuivre et la génération d'un composé intermétallique (CuZn) (b) (tiré de [181])..... 179

Figure 207 : Règles générales d'influence de certains paramètres matrice – précipités sur le comportement d'un alliage métallique pour l'augmentation de sa résistance mécanique [181] : Matrice molle et précipités durs (a), précipités petits et nombreux (b), précipités de formes arrondies (c), précipités nombreux (d) (tiré de [181]) 180

Figure 208 : Illustration de formation des précipités semi-cohérents et cohérents dans la matrice (tiré de [181]) 180

Figure 209 : Évolution de la contrainte de cisaillement τ (a) et de l'énergie et de la contrainte de Peierls-Nabarro sur les intervalles de courtes distances en fonction du déplacement x d'une ligne d'atome (b) [15] et somme des contraintes générées à petit et à long intervalle [193] 181

Figure 210 : Illustration de l'arrêt d'une dislocation à la rencontre d'un atome interstitiel (a) ou d'un atome substitutionnel plus gros (b) 182

Figure 211 : Illustration d'un champ de dislocations piégées dans un nuage de Cottrell et des dislocations ancrées dans un monocristal Cu4%Al déformé à 48K [197] (a) et effet Poitevin-Le Chatellier sur des essais en température d'un inconel 718 [198](b)..... 182

Figure 212 : Répartitions aléatoires des dislocations et des forêts de dislocations (adapté de [193]). 183

Figure 213 : Étapes de génération d'une paire de dislocations de signes opposés lors de la déformation homogène d'un réseau (a) et image MET d'une source de dislocations à un joint de grain (b) (tiré de [180])..... 183

Figure 214 : Image MET haute résolution d'un empilement de dislocations coins avec génération d'une désorientation de 10° entre les deux réseaux (a) et illustration schématique de cette image avec mise en avant de l'espacement $D \sim b/\Theta$ entre deux dislocations (b) (tiré de [180]) 184

Figure 215 : Modes de franchissement des précipités d'une dislocation par cisaillement et par contournement [193] 184

Figure 216 : Images MET du phénomène de contournement avec génération de boucles d'Orowan autour de précipité γ' Ni₃Al dans un superalliage de base nickel [199]..... 185

Figure 217 : Images MET du phénomène de cisaillement simple et multiple de précipités γ' Ni₃Al dans un superalliage de base nickel [200] 185

Figure 218 : Illustration de l'influence de la taille moyenne des particules (ou précipités, d_m) sur l'effort qui conditionne le cisaillement ou le contournement des dislocations à leurs passages (adapté de [180]) 185

Figure 219 : Cinétiques de formation du mécanisme de multiplication de dislocations de Franck et Read [201] (illustrations reprises de [193])..... 186

Figure 220 : Illustrations obtenues par microscope du mécanisme de multiplication des dislocations par le mécanisme de Franck et Read [201] (Photos de J.M. Marchon, G. Wyon [190])	186
Figure 221 : Illustration de la contrainte de session τ dans le plan de glissement via la loi de Schmid sur un essai de traction pour un monocristal [190] [202]	187
Figure 222 : Illustration des 3 stades d'évolution de la contrainte dans monocristal [203] et évolution du taux d'écroutissage dans un cuivre en fonction de la contrainte de scission [204]	188
Figure 223 : Continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains avec les dislocations géométriques nécessaires du modèle d'Ashby [206]	189
Figure 224 : Évolution en 3 stades du taux d'écroutissage en fonction de la déformation vraie d'un polycristal de nickel (a) et comparaison de l'évolution de ce taux d'écroutissage entre un monocristal (en fonction de la scission τ) et un polycristal (en fonction de la contrainte σ) pour un cuivre (b) (retranscrit de [202]).....	190
Figure 225 : Illustrations schématiques des trois types de cellules rencontrées en stade III d'écroutissage d'un polycristallin (retranscrit de [202]) et orientation de celles –ci par rapport à l'orientation dans le cas d'un nickel avec une taille moyenne de grains de 168 μ m (retranscrit de [207])	191
Figure 226 : Illustrations MET des trois types de cellules (I, II et III respectivement sur les images a, b et c) obtenues au stade III de déformation en traction à 30% pour un acier de type 316L [207].....	191
Figure 227 : Presse JUPITER en version hydraulique (a), cycle de chargement en version pneumatique (b) et Presse JUPITER en version pneumatique (c)	195
Figure 228 : Lanceur à gaz pneumatique simple étage THOR en version 140 mm	196
Figure 229 : Photographies du lanceur TITAN et du dispositif de mesure de vitesse de projectile VMS600	196
Figure 230 : Système de mesure de Vélocimétrie Hétérodyne (VH) Thiot Ingenierie (a) ; exemple de signal obtenu avant et après traitement (b).....	197
Figure 231 : Exemples d'évolutions de la décélération du projectile déterminées avec le modèle analytique avec la loi de Johnson-Cook [61] et trois jeux de paramètres différents (#1 à #3).....	199
Figure 232 : Comparaison de la loi de type Johnson-Cook après recalage du set de paramètres avec le modèle analytique pour l'essai d'élaborations dynamique en impact direct TH0052 avec un cuivre électrolytique (vue large et détail au premiers instants)	200
Figure 233 : Comparaisons essai - modèle analytique – simulation après recalage du set de paramètres unique d'une loi de type Johnson-Cook pour trois essais d'élaborations dynamiques en impacts direct avec un cuivre électrolytique (essai #TH0041, TH0049, TH0052)	200

Index des tableaux

Tableau 1 : Tableau de correspondances des normes ISO, européenne et UNS pour le cuivre [16]	8
Tableau 2 : Seuil maximal individuel des éléments d'addition (en %) pour les cuivres alliés [17].....	8
Tableau 3 : Tableau comparatif entre la dynamique rapide et la physique des chocs.....	24
Tableau 4 : Lois élémentaires d'écroutissage.....	28
Tableau 5 : Lois élémentaires de prise en compte de la vitesse de déformation.....	29
Tableau 6 : Lois élémentaires de prise en compte de l'adoucissement thermique (issues de [54])	29
Tableau 7 : Types d'informations recueillies au MEB en fonction de la source d'émission récoltée [114]	62
Tableau 8 : Déflexions maximales et minimales de l'impacteur obtenues par simulation numérique avec le MatA avec un projectile léger et un projectile lourd.....	71
Tableau 9 : Synthèse des caractéristiques mécaniques en compression et en traction uniaxiales quasi statiques des matériaux étudiés	85
Tableau 10 : MatA - Synthèse des essais d'élaboration dynamique entre 11 et 4350s ⁻¹	88
Tableau 11 : MatA - Comparaison essais- simulations pour les élaborations à 2500 et 4300 s ⁻¹	90
Tableau 12 : MatB - Synthèse des essais d'élaboration dynamique entre 11 et 4200s ⁻¹	93
Tableau 13 : MatB - Comparaison essais- simulations pour les élaborations à 2200 et 4200 s ⁻¹	95
Tableau 14 : MatA - Taille des Domaines Cohérents de Diffraction (DCD).....	131
Tableau 15 : MatB - Taille des Domaines Cohérents de Diffraction (DCD)	131
Tableau 16 : Déformation obtenue avec les quatre méthodes SPD les plus utilisées [86] [162] [163].....	162
Tableau 17 : Représentations, compacité et exemples de matériaux des structures cristallines CC, CFC et HC	167
Tableau 18 : Systèmes de glissements des structures cristallines CC, CFC et HC (tiré de [23]).....	168
Tableau 19 : Systèmes de maclage des structures cristallines CC, CFC et HC (tiré de [23])	169
Tableau 20 : Représentations et dimensions des sites interstitiels des structures CC, CFC et HC (tirées de [180] [183])	172

Annexes

1. Annexe A : Méthodes d'élaboration par déformation plastique en régime sévère quasi statique mono et multi étapes

Les quatre méthodes SPD les plus employées sont l'ECAE (ou ECAP pour Equal Channel Angular Pressing), l'HPT, le forgeage cyclique multidirectionnel (MAF pour Multi Axial Forging) ou le laminage cumulatif (ARB pour Accumulative Roll-Bonding). Une illustration du fonctionnement de ces quatre procédés est proposée sur la Figure 176 ainsi que des micrographies d'un cuivre non allié après différents nombres de cycles d'ARB.

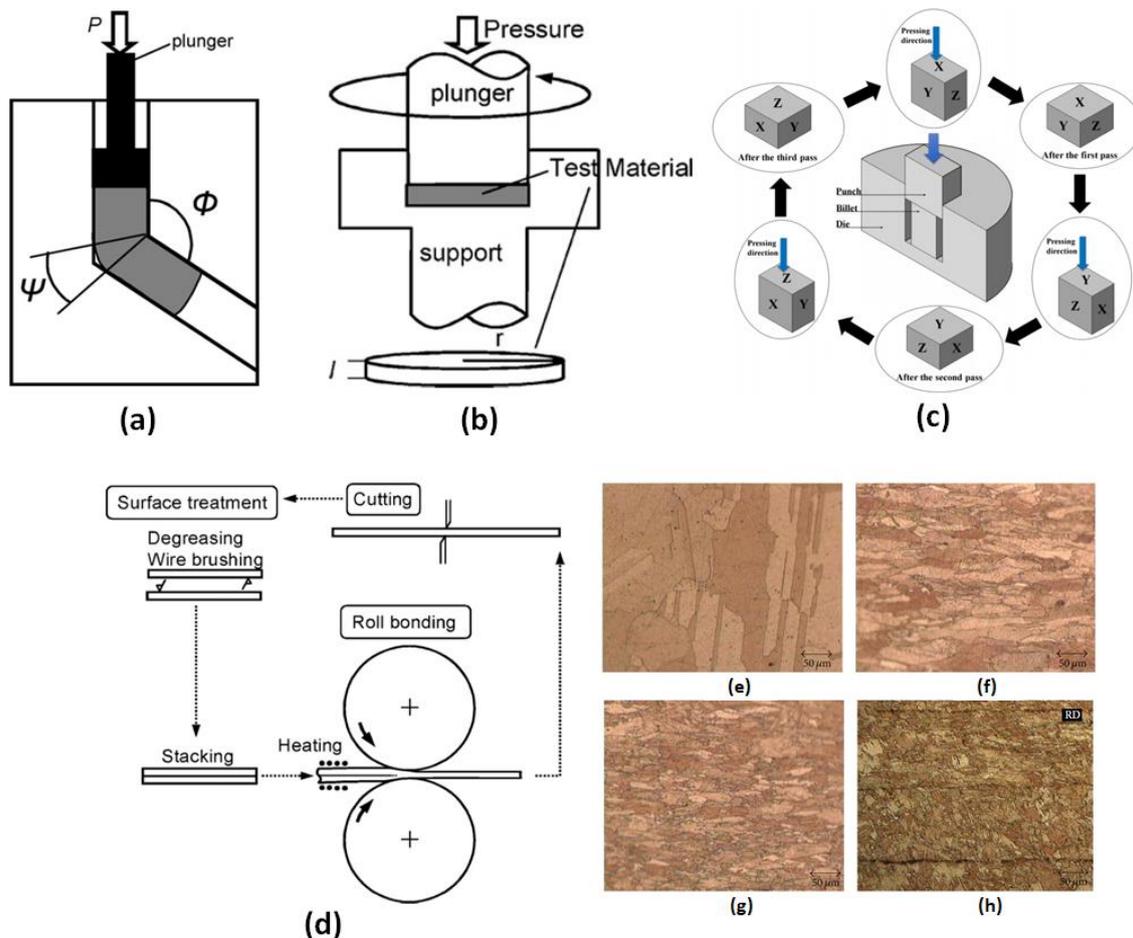


Figure 176 : Illustration des procédés SPD de type ECAE (a), HPT (b), MDF (c) et ARB (d) [162][163] et micrographies d'un cuivre non allié à l'état recuit (e) et après 2 (f), 3 (g) et 4 (d) cycles d'ARB préchauffé à 400°C [164]

L'affinement de grains et de microstructure de l'ECAE repose sur le passage d'un échantillon à travers une filière de section de passage constante, mais dotée d'un coude en son milieu. Le cisaillement imposé à la matière en passant ce coude dépend de deux angles à savoir l'angle principal entre les axes d'entrée et de sortie de l'échantillon (ϕ), mais aussi de l'angle que forme la courbure externe entre ces deux axes (ψ) comme illustrés sur le schéma de la Figure 177. Même si les effets de l'ECAE sont significatifs à partir d'une seule passe sur la microstructure et le comportement mécanique post-SPD, cette méthode est utilisée majoritairement de manière répétitive et l'évolution des propriétés pour un même échantillon s'avère différente selon la façon dont l'échantillon est réintroduit dans la filière. Ces séquences de passages dans la filière sont dénommées « route » et une illustration des cisaillements

générés dans un échantillon de section carrée selon le type de route sont proposés sur la Figure 177.

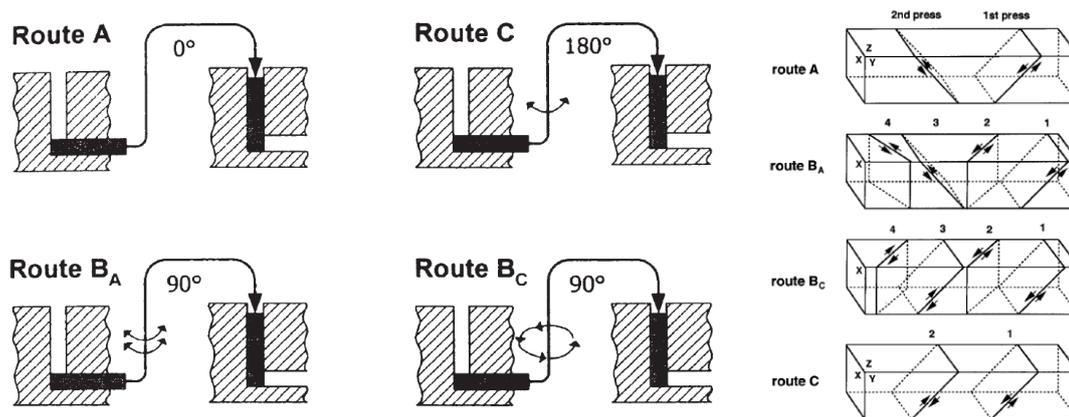


Figure 177 : Illustrations de quelques « routes » possibles avec rotation de l'échantillon entre chaque cycle d'ECAP successif [165] [166]

Des variantes d'extrusion/compression autres que l'ECAE qui imposent également une condition de cisaillement au sein de l'échantillon en traversant une filière sont proposées sur la Figure 178 avec l'extrusion à aires elliptiques égales torsadées (Elliptical Cross-Section Spiral Equal-channel Extrusion, ECSEE [167]), l'extrusion avec cisaillement simple (Simple Shear Extrusion SSE [168]) ECAR (Equal Channel Angular Rolling [169]).

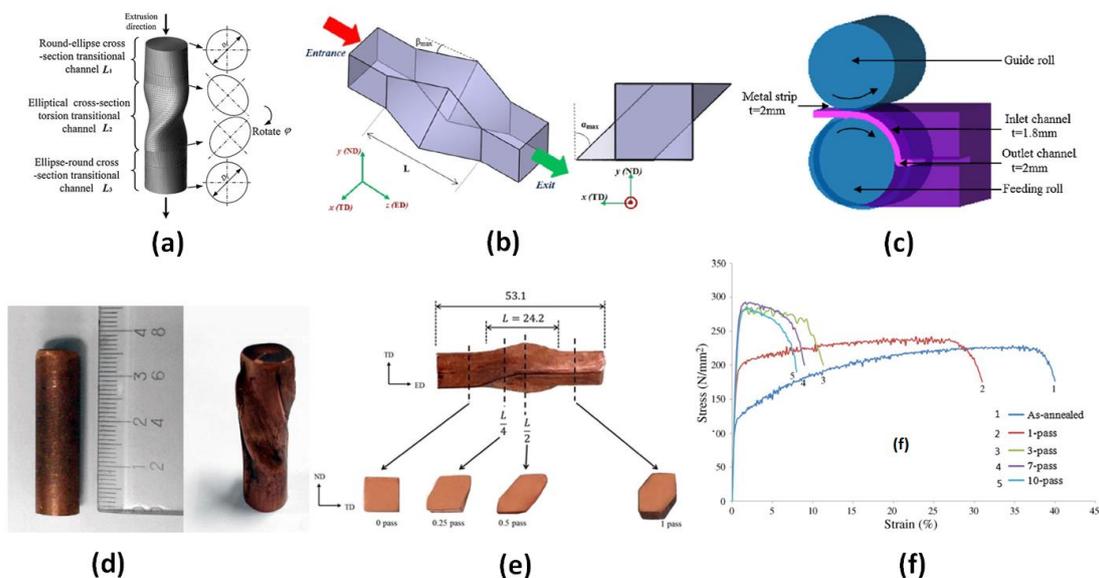


Figure 178 : Exemples d'autres procédés SPD basés sur de l'extrusion avec leurs principes (a)-(c) et vues de l'échantillon ou des courbes obtenues (d)-(f): Extrusion à aires elliptiques torsadées égales / ECSEE (a)(c) [167], Extrusion avec cisaillement simple / SSE [168] (b)(e) et laminage angulaire à aires égales avec $\phi=90^\circ$ ECAR [169] (c)(f)

L'HPT se caractérise par son aspect mono étape qui permet d'atteindre de grands niveaux de déformation directement proportionnelle au nombre de tour. Par contre le cisaillement imposé à l'échantillon est plus important à l'extérieur qu'au centre ce qui signifie que l'homogénéité de la microstructure avec le procédé HPT n'est obtenue que pour des déformations élevées tel qu'illustré sur la Figure 179 ([170]). Les différents travaux réalisés avec cette technique montrent qu'outre le nombre de rotations, la température et/ou la pression appliquée sur l'échantillon pendant le procédé modifie également la microstructure générée en changeant les conditions de triaxialité dans l'échantillon.

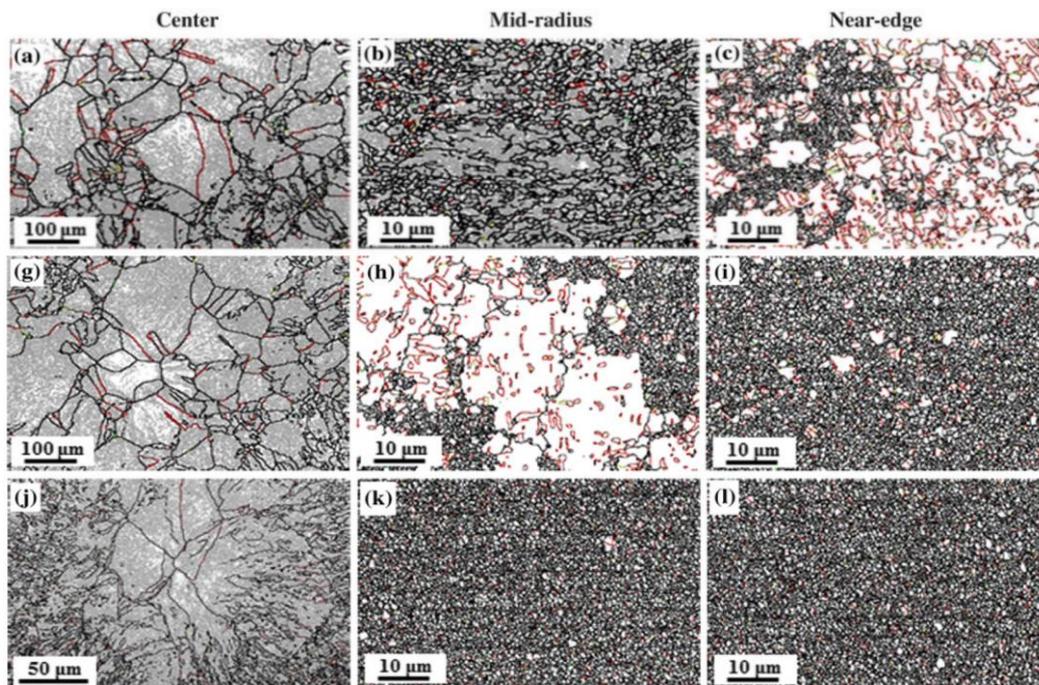


Figure 179 : Influence du nombre de tours de HPT avec 1/4 (a)-(c), 1 (g)-(h) et 5 (j)-(l) sur l'homogénéité de raffinement de microstructure entre le centre, le milieu et le diamètre extérieur d'un cuivre non allié ;lignes grises angles de faibles désorientation, noires angles de grandes désorientations, rouges joint de type $\sigma_3[170]$

La Figure 180 montre pour un cuivre non-allié des illustrations de l'évolution de la microstructure ainsi que de taille moyenne des grains et de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles MAF complet (retranscrit de [171]). Chaque cycle MAF est constitué de 18 incréments de compression à 20 à 25% ce qui génère une déformation cumulée par cycle $\sim 250\%$. Les différentes illustrations montrent que l'homogénéité croît avec le nombre de cycles. La dernière figure à 20 cycles MAF ($\epsilon_{\text{cumulée}} = 50$) présente une population de grains de formes relativement homogènes et d'orientations équiaxes.

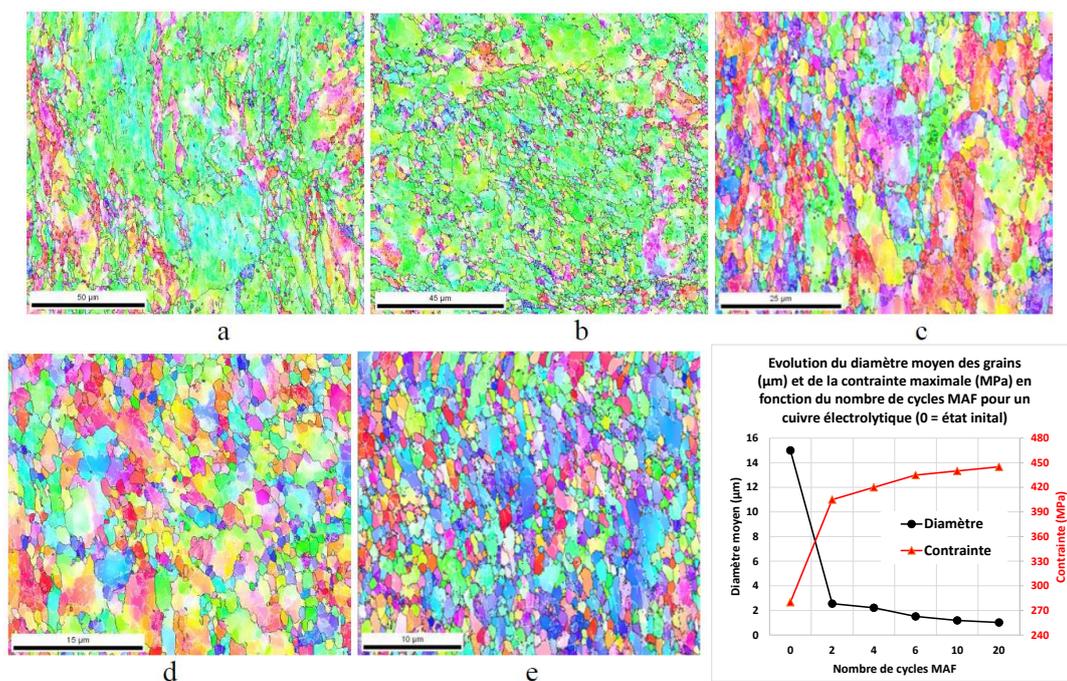
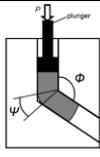
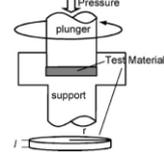
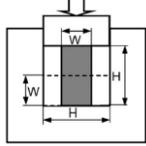
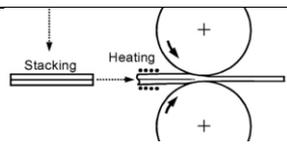


Figure 180 : Évolution de la microstructure en périphérie d'un cuivre non-allié (\emptyset grain moyen initial $15\mu\text{m}$), de la taille moyenne des grains (μm) et de la contrainte maximale (MPa) après 2 (a), 4 (b), 6 (c), 10 (d) et 20 (e) cycles de MAF(18 compression de 20-25%/cycle soit $\epsilon\sim 250\%$) (retranscrit de [171])

Le Tableau 16 propose une synthèse des déformations cumulées dans les échantillons en fonction des différents procédés SPD présentés précédemment.

Tableau 16 : Déformation obtenue avec les quatre méthodes SPD les plus utilisées [86] [162] [163]

Procédé	Déformation	Schéma
ECAE	$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right) \right\}$ pour chaque cycle	
HPT	$\varepsilon(r) = \frac{2 \pi n r}{\sqrt{3} l}$ avec n le nombre de tours l l'épaisseur du disque	
MDF	$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{H}{W} \right)$ avec H et W la hauteur et la largeur de la pièce déformée à chaque compression	
ARB	$\varepsilon = \frac{\sqrt{3}}{2} \ln(r)$ avec $r = 1 - \frac{1}{2^n}$ n le nombre de cycles	

Pour la production de disques épais (rapport Diamètre/Épaisseur <10), un autre procédé SPD, qui permet de réaliser des disques et dénommé extrusion inverse cyclique, est proposé sur la Figure 181-a ainsi que des cartographies de mesures de dureté suivant une coupe verticale d'un disque en cuivre non allié après 1, 2 et 4 cycles [172]. Les photographies ainsi que les mesures de dureté montrent les cisaillements en forme de M dans l'échantillon générés lors du procédé. Les travaux montrent que le retournement de l'échantillon entre deux cycles permet d'homogénéiser les niveaux de déformations et de dureté et annihile ces localisations prononcées de textures visibles sur les micrographies de la Figure 181-b.

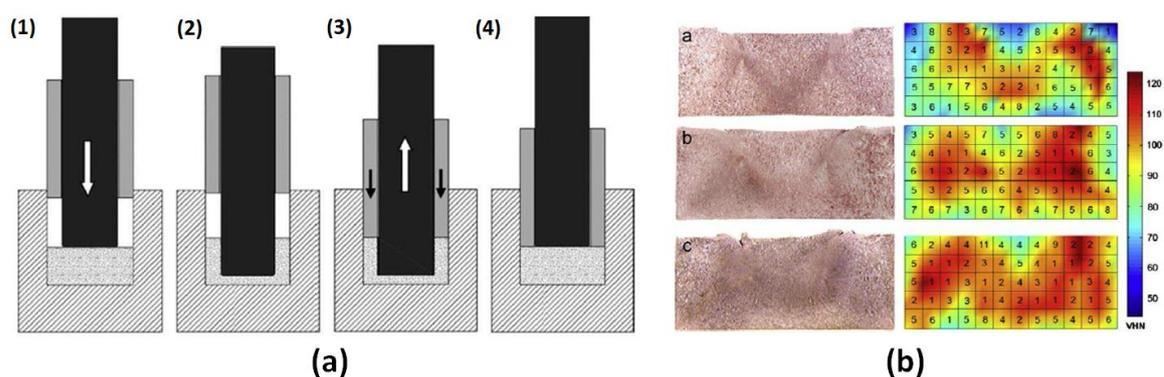


Figure 181 : Procédé d'extrusion inverse cyclique ou ABE pour Accumulative Back Extrusion (a) – Application sur du cuivre non allié à 99.99% avec vue microscopique d'une coupe d'un échantillon et évolution de la dureté mesurée dans cette coupe après 1, 2 et 4 cycles [172](b)

Les pages précédentes ont montré les capacités de chaque procédé, lorsqu'utilisé de manière unique, mais des investigations ont également été menées pour les cumuler successivement. La Figure 182 présente un exemple d'enchaînement de procédés SPD tels qu'ECAE + laminage à froid. Les courbes d'écoulement d'éprouvettes de traction dans le sens du laminage à froid (CR pour Cold Rolling) prélevées du côté de l'arc interne, au milieu et du côté externe de l'ECAP

montrent dans les deux configurations (avec et sans CR additionnel) des niveaux de contraintes supérieures côté intérieur par rapport à l'arc externe. Cet écart est lié aux déformations plus importantes, tailles de cristallites plus petites et microdéformations plus importantes du côté intérieur du coude de l'ECAP.

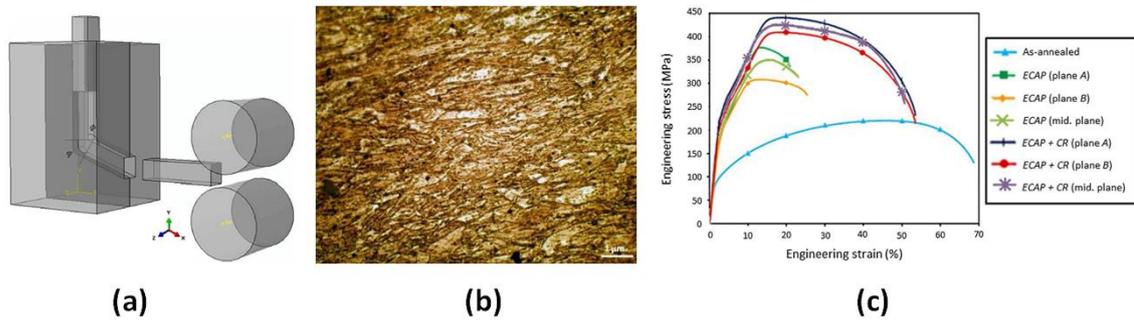


Figure 182 : Illustration enchaînement ECAP+CR ; Micrographie et comparaison des propriétés mécaniques d'un cuivre après 4 cycles d'ECAP et 4 cycles d'ECAP + Cold Rolling sur un cuivre non allié [173]

L'aspect cumulatif en associant plusieurs phénomènes d'augmentation de la résistance mécanique peut également être une voie intéressante d'exploration. Dans le cas du Glycop™ qui utilise une méthode de durcissement par dispersion d'oxydes, une étude menée par Need [28] a consisté à faire subir un procédé d'ECAE post-insertion de nanoparticules et à évaluer ses propriétés mécaniques post SPD. Les courbes d'écoulements complètes obtenues pour une nuance (AL-25) ainsi que les évolutions, en fonction du nombre de cycles d'ECAE, des contraintes d'écoulement et maximale ainsi que d'allongement total avec une autre nuance (AL-60) sont proposées sur la Figure 183. Les courbes ainsi que les conclusions de l'auteur sur cette étude indiquent que l'ECAE permet d'augmenter les contraintes sans diminution drastique de l'allongement, mais ces gains sont limités de par les localisations rapides des champs de déformations et de l'apparition de fissures générées par la présence de vide entre la matrice cuivre et les oxydes de durcissement.

Le dernier point concerne les traitements thermiques de recuit qui sont utilisés dans certains cas pour permettre au matériau de retrouver de la ductilité quitte à amoindrir les gains obtenus en termes de contrainte d'écoulement lors des phases SPD. Ces traitements thermiques postérieurs permettront selon le cas une simple restauration tandis que d'autres pourront générer localement de la recristallisation.

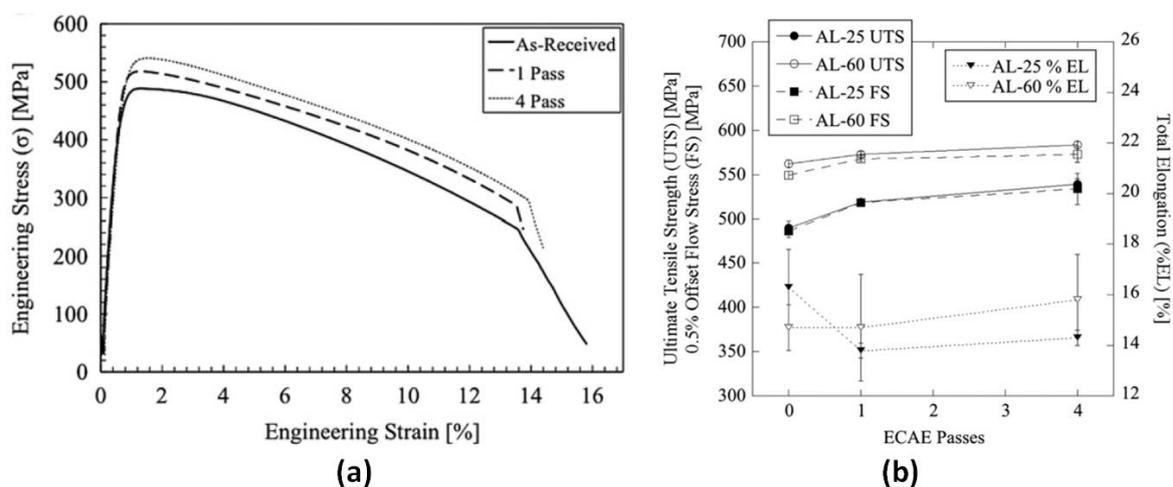


Figure 183 : Évolution de la loi d'écoulement d'un cuivre durci par dispersion d'oxydes (Glycop-Al25) et comparaison des contraintes à rupture, de limite d'écoulement et d'allongement total de deux nuances de Glycop en fonction du nombre de passes d'ECAE [28]

Une illustration de l'effet de ce recuit est proposée sur la Figure 184 avec des vues de microstructures ainsi que l'évolution de la microdureté sur des échantillons de cuivres non alliés déformés par 8 cycles d'ECAR à chaud puis recuits à différentes températures [174]. Cette évolution présente une chute importante de la microdureté entre 210 et 250°C. Les courbes d'écoulement entre l'état initial (CG Copper) et après les 8 cycles d'ECAR présentent une augmentation de la contrainte d'écoulement au détriment de la ductilité, mais le traitement de recuit à 200°C pendant 20min post-SPD indique des gains simultanés en contrainte et déformation qui sont atypiques des effets d'un traitement de recuit. L'explication du phénomène serait, d'après son auteur, lié à la formation de petits grains recristallisés moins pourvus de dislocations que les grains initiaux, mais dont la petite taille contribuerait à augmenter macroscopiquement la contrainte d'écoulement.

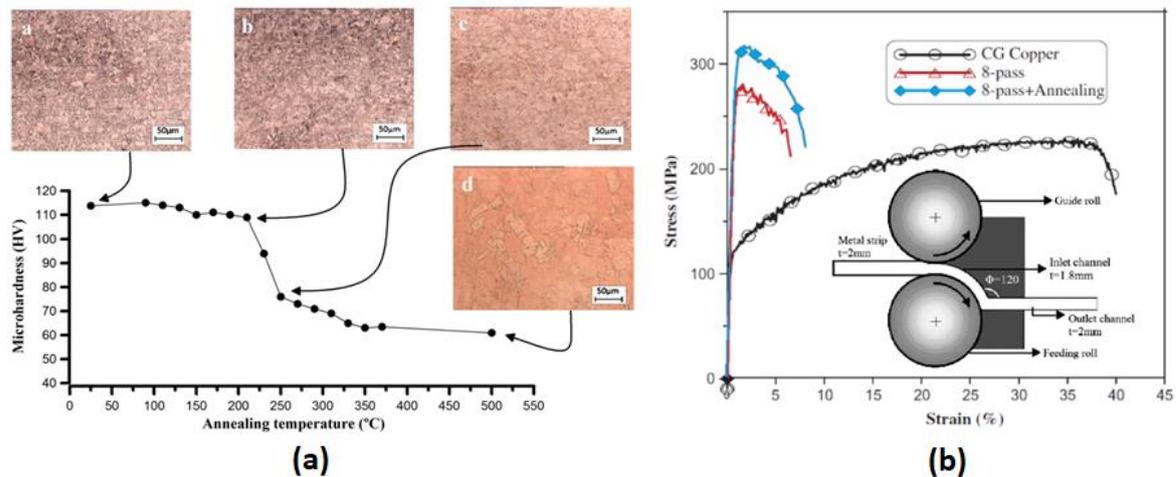


Figure 184 : Influence de la température d'un recuit sur un cuivre non allié après 8 cycles d'ECAR à chaud [174] : Micrographies et évolution de la microdureté en fonction de la température (a) et évolution de la contrainte d'écoulement après un recuit à 200°C pendant 20min (b) (retranscrit de [174])

Les courbes de la Figure 185 issues de [175] montrent l'influence de la température d'un recuit sur des cuivres non alliés déformés par différentes techniques SPD. Les procédés supports de cette étude d'influence sont les suivants : *Present data* : machine d'extrusion quasi statique par usinage de copeau ; *Ref [13]* : Laminage sous azote liquide ; *Ref [14] & Ref [15]* : ECAP ; *Ref [16]* : HPT. Les deux graphiques montrent l'évolution du couple déformation uniforme / contrainte maximale (a) ainsi que la densité d'énergie de rupture en fonction de cette température. Les deux graphiques montrent 3 zones distinctes :

- Zone 1 : températures de recuit les plus faibles qui maintiennent des niveaux de contrainte maximales élevées avec des déformations uniformes faibles et des niveaux d'énergies de rupture en traction faibles ce qui privilégiera des ruptures fragiles en fin de traction,
- Zone 2 : températures de $523K \pm 50K$ qui correspond sur les deux graphiques à une zone de transition aussi bien en termes de couple contrainte maximale / allongement uniforme qu'en termes d'énergie rupture. Pour cette dernière, l'amplitude est grande pour une faible variation en température : cette zone est également une zone de transition du comportement ductile/fragile en rupture,
- Zone 3 : températures de recuit les plus élevées ($>573K$) qui induisent un abaissement significatif des niveaux de contraintes maximales, mais avec un gain important de déformation uniforme. Les niveaux d'énergies de rupture en traction sont d'autant plus importants que la température de recuit est élevée ce qui favorisera une rupture avec un caractère de plus en plus ductile en fin de traction.

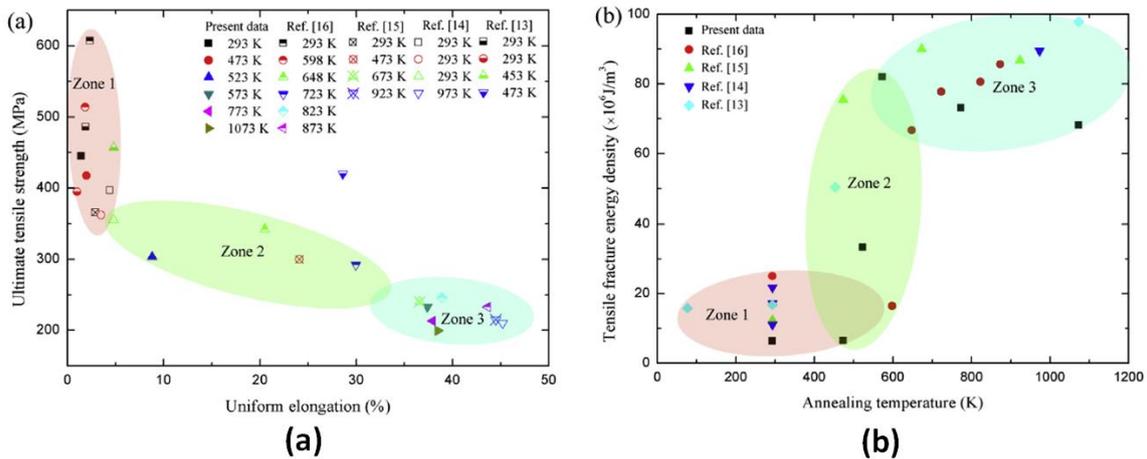


Figure 185 : Effet d'un recuit post-SPD sur du cuivre non allié durci : machine d'extrusion quasi statique par usinage de copeau [175], Laminage sous N_2 liquide (Ref [13]), ECAP (Ref [14]-[15]) et HPT (Ref [16]) [175]

Les analyses EBSD de Liu [175] montrent sur la Figure 186 l'évolution de la microstructure en fonction de la température de recuit. Initialement, post SPD, la microstructure ne présente que des sous-structures allongées (a). Quelques grains recrystallisés apparaissent à 573K puis, au fur et à mesure que la température de recuit augmente, le nombre de joints de macles et de grains recrystallisés augmente (c) jusqu'à ne comporter que de gros grains recrystallisés (d). Des vues MET des sous-structures allongées ainsi que des grains recrystallisés obtenus à 573K sont proposées sur la Figure 187.

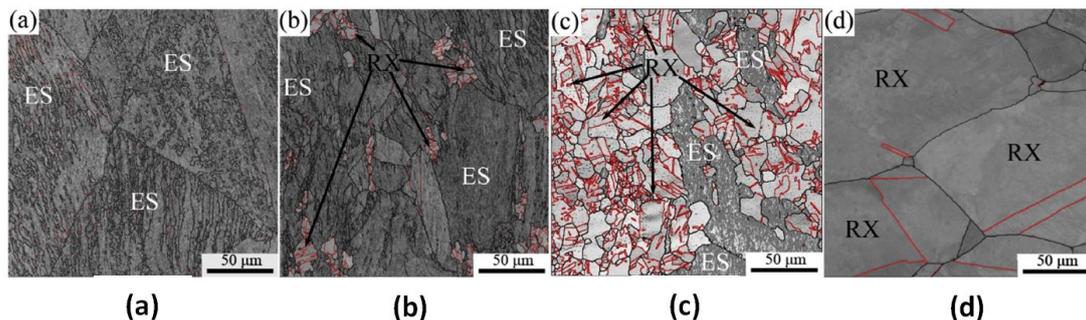


Figure 186 : Analyses EBSD des échantillons de cuivre post-SPD après un recuit à 293K (a), 523K (b), 573K (c) et 1073K (d) (ligne rouge : joint de macles ; ES : Sous-structures allongées ; RX : grain recrystallisé) [175]

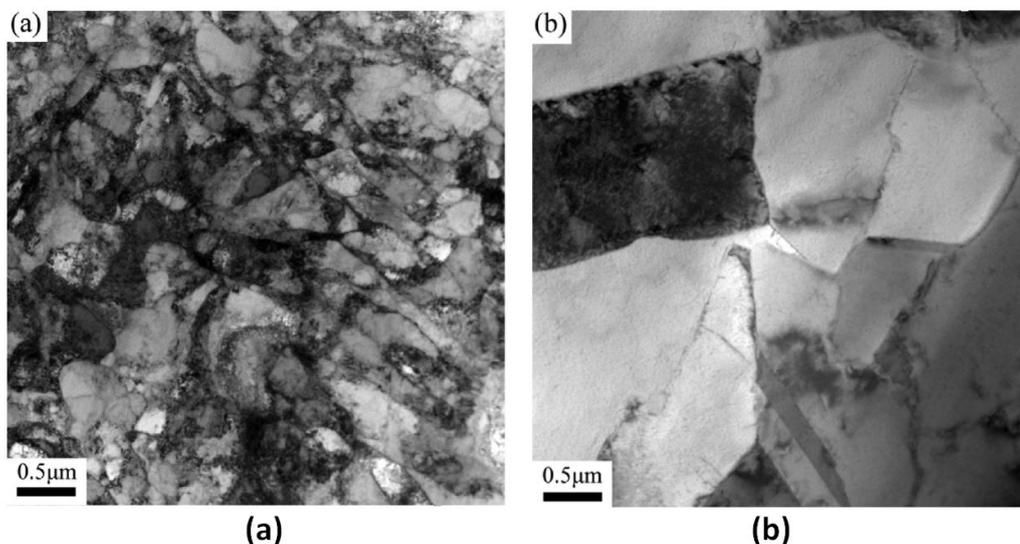


Figure 187 : Illustrations MET des sous-structures allongées (a) et des grains recrystallisés (b) dans l'échantillon recuit à 573K [175]

Bibliographie de l'annexe A

- [162] A. Azhushima et coll., "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals", CIRP Annuals Manufacturing 57 (2008)
- [163] F. Djavanroodi et coll., "Tribological and mechanical investigation of multi-directional forged nickel", Scientific Reports, volume 9, Article number: 241 (2019)
- [164] S. Tamimi et coll., "Accumulative Roll Bonding of Pure Copper and IF Steel", Hindawi Publishing Corporation, International Journal of Metals, vol 2014, p1-9, (2014)
- [165] J. Zrnik et coll., "Processing of metals by severe plastic Deformation (SPD) – Structure and mechanical properties respond", MetalurGija, Vol. 47, Issue 3, p11-216, (2008)
- [166] J. Furakawa et coll., "Review: Processing of metals by equal-channel angular pressing", Journal of Materials Science, Vol. 36, p2835-2843, (2001)
- [167] C. Wang et coll., "Numerical and experimental studies of pure copper processed by a new plastic deformation method", Materials Science and Engineering A, Vol. 548, p19-26, (2012)
- [168] H. Sheikh et coll., "Crystal plasticity finite element modeling of crystallographic textures in simple shear extrusion (SSE) process", Material and Design, Vol. 109, p289-299, (2016)
- [169] A. Habibi et coll., "Nano-grained pure copper with high-strength and high-conductivity produced by equal channel angular rolling process", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 211, p1085-1090, (2011)
- [170] K.J. Al-Fadhalah et coll., "Microstructure and microtexture in pure copper processed by high-pressure torsion", Journal of Material Science, Vol. 48, p4563-4572, (2013)
- [171] G.A. Salishchev et coll., "Effect of Multiaxial Forging on Structure Evolution and Mechanical Properties of Oxygen Free Copper", Materials Science Forum, Vol 667-669, p289-294, (2011)
- [172] B. Bazaz et coll., "Hardness and microstructure homogeneity of pure copper processed by accumulative back extrusion", Materials Science & Engineering A 559, p595-600, (2013)
- [173] Sh. Ranjbar Bahadori et coll., "Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ECAP and subsequent cold rolling", Materials Science & Engineering A, Vol. 583, p36-42, (2013)
- [174] A. Habibi et coll., "Enhanced properties of nano-grained pure copper by equal channel angular rolling and post-annealing", Materials and Design, Vol. 34, p483-487, (2012)
- [175] Y. Liu et coll., "Recrystallization-induced transition from brittle to ductile fracture in severe plastic deformed copper", Materials Science & Engineering A, Vol. 755, p116-127, (2019)

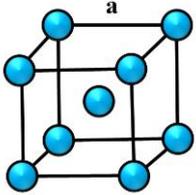
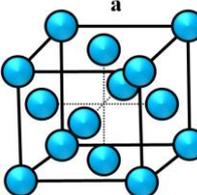
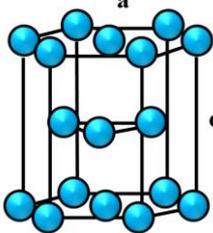
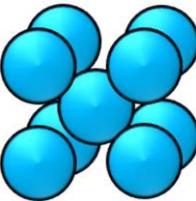
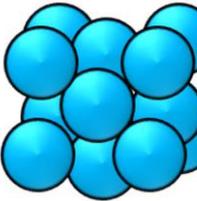
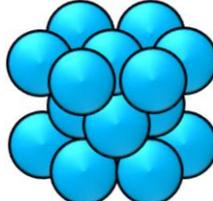
2. Annexe B : Les matériaux métalliques – structures et défauts

2.1. Structures cristallines, plans de glissement et de maillage

Les trois principales structures cristallines du réseau de Bravais [176] que l'on retrouve dans les métaux sont proposées dans le Tableau 17 ci-dessous. Ces trois structures cristallines sont les structures Cubique Centré (CC), Cubique à Faces Centrées (CFC) et Hexagonal Compact (HC). La première ligne du tableau donne la maille élémentaire, la deuxième une représentation avec les atomes, la troisième le taux de compacité (volume occupé par les atomes divisé par le volume de la maille élémentaire) et la dernière quelques exemples de matériaux pour chaque structure. Les structures CFC et HC sont dites compactes parce qu'elles constituent les empilements les plus compacts atteignables théoriquement avec des sphères parfaites de même diamètre contrairement à la structure CC.

Comme on peut le constater dans le tableau, certains métaux possèdent plusieurs structures cristallines (fer, titane ...) qui sont soit privilégiées/choisies lors de l'élaboration initiale du matériau, soit obtenues suite à une transformation de l'une vers l'autre structure, dans certains cas au cours de procédés à grands taux de déformations de type SPD (Ti-6Al-4V en HPT [177] ou lors de très grandes vitesses de déformations avec apport suffisant d'énergie (en termes de contrainte moyenne et/ou de temps d'application) notamment pour des conditions de choc intenses ($>10^6 \text{s}^{-1}$). À titre d'exemple, on peut citer le fer à 12.9GPa, le carbone à 23GPa (pour devenir du diamant) ou encore le titane à 9.4GPa [16].

Tableau 17 : Représentations, compacité et exemples de matériaux des structures cristallines CC, CFC et HC

Structure	Cubique Centré (CC)	Cubique à faces Centrées (CFC)	Hexagonal Compact (HC)
Maille élémentaire			
Représentation des atomes			
Paramètre de maille	$a = \frac{4R}{\sqrt{3}}$	$a = \frac{4R}{\sqrt{2}}$	$a = b = 2R$ $c/a = 2\sqrt{2/3}^{**}$
Taux de compacité	0.68	0.74	0.74
Exemple de métaux	Fer α Chrome	Aluminium Cuivre Nickel Fer γ	Magnésium Zinc Zirconium α Titane α

* R est le rayon de l'atome de base

** valeur idéale, Zn : 1.86 ; Co : 1.633 ; Zr : 1.59

Chacune de ces structures cristallines possède donc des agencements d'atomes et des empilements de plans d'atomes spécifiques qui vont leur conférer des propriétés particulières. Pour décrire ces propriétés, il faut en premier lieu signaler que la structure cristalline possède des plans d'atomes plus ou moins denses. C'est dans leurs plans les plus denses où les distances interplans et interatomiques sont les plus faibles que les déformations et les frottements seront privilégiés et que la déformation plastique pourra se produire puisqu'il faudra moins d'énergie pour compenser un déplacement (ou une déformation).

Un système de glissement (il en sera de même pour les systèmes de maillage page suivante) est composé d'un plan et d'une direction. Les plans, directions et nombres de systèmes de glissement des structures CC ; CFC et HC sont proposés dans le Tableau 18 et sur la Figure 188. Plus le nombre de systèmes de glissement est important et plus la ductilité du matériau pourra être importante.

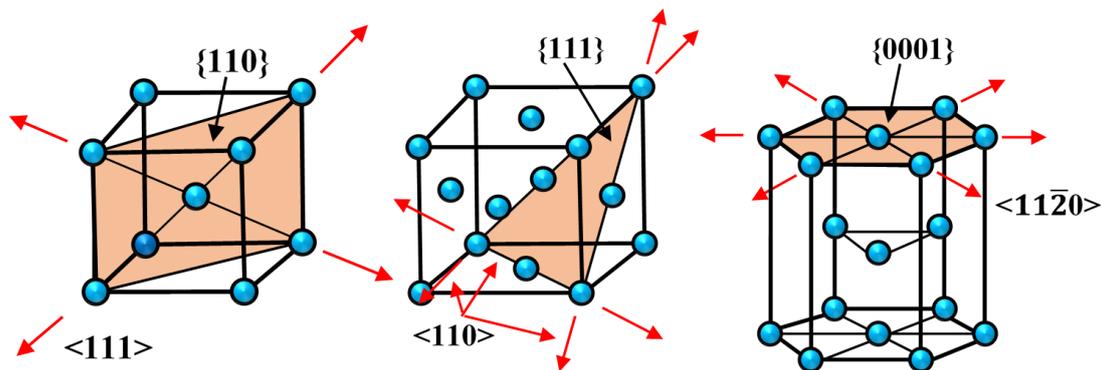


Figure 188 : Exemples de systèmes de glissement (plan + directions) dans les structures CC, CFC et HC (adapté de [23])

Tableau 18 : Systèmes de glissements des structures cristallines CC, CFC et HC (tiré de [23])

Structure	Cubique Centré (CC)			Cubique à faces Centrées (CFC)	Hexagonal Compact (HC)			
	{110}	{112}	{123}		{111}	{0001} B	{0010} PR	{1011} PY1
Directions	<111>			<110>	<1120>	<1120>	<1120>	<1120>
Nombre de systèmes	12	12	24	12	3	3	6	6

Une autre forme de défaut d'empilement est le maillage qui peut se produire lors de la croissance des grains par origine thermique ou comme produit d'un effort appliqué qui n'a pas permis (ou ne permet plus) aux plans de glissement de s'activer (orientation ou niveau de contrainte).

Le maillage peut être défini comme la translation des atomes du réseau dans un plan de maillage dû à un effort qui a une composante suffisante de cisaillement dans une direction de maillage. La rotation du réseau maillé s'achève lorsqu'il devient symétrique au réseau initial par rapport au plan de maillage (symbolisé par les atomes en rouge sur la dernière image de la Figure 189).

Le maillage est un mode de déformation prépondérant dans les structures HC dont le nombre de systèmes de glissement est réduit. Il est fréquent dans les matériaux de type CC et

complémentaire dans les structures CFC lorsque la température baisse, que la vitesse de déformation augmente ou qu'il n'y a plus de système de glissement à activer.

La Figure 189 illustre les différentes phases de la formation d'une macle dans un réseau cristallin. Les atomes en bleu sont les atomes du réseau cristallin initial, les oranges sont ceux qui constituent la macle après rotation du réseau et les rouges sont les atomes partagés par les deux réseaux. À partir de l'état initial A, un effort de cisaillement dans un plan de maillage et suivant la direction de maillage fait céder une liaison en bout de demi-domaine ce qui entraîne la rotation des liaisons atomiques dans la ligne des atomes où la liaison a cédé (B). Si l'effort continue, la ligne d'atomes suivante tourne autour de la première ligne jusqu'à symétrie avec le plan de macle ce qui initie la formation de la macle (C). Lorsque l'effort se retire, l'ensemble des plans d'atomes du réseau qui forme la macle montre une symétrie de part et d'autre des deux plans de macles (D).

Tableau 19 : Systèmes de maillage des structures cristallines CC, CFC et HC (tiré de [23])

Structure	Cubique Centré (CC)	Cubique à faces Centrées (CFC)	Hexagonal Compact (HC)
Plans de maillage	{112}	{111}	{10 $\bar{1}$ 2}
Directions	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	$\langle 11\bar{2} \rangle$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$

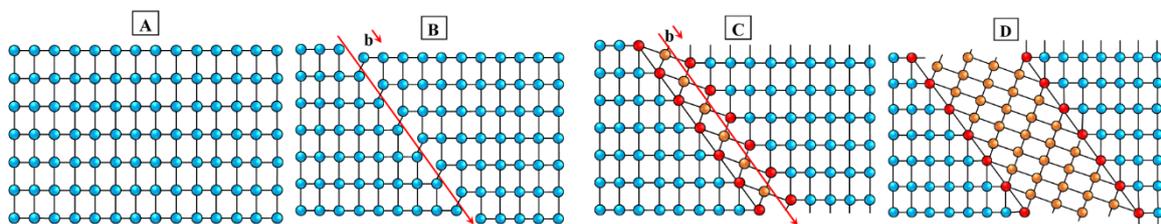


Figure 189 : Illustration des différentes étapes de formation d'une macle dans un réseau cristallin (retranscrit de [178][177]): A : réseau initial sans défaut ; B : glissement dû à un effort de cisaillement dans un plan de maillage et une direction de macle avec un vecteur de Burger \vec{b} ; C : Début de formation de la macle ; D : Macle formée

Enfin, l'un des derniers mécanismes importants à l'origine des déformations inélastiques est la transformation martensitique qui contrairement aux deux autres, induit une modification de volume puisqu'il y a changement de phase (austénite CFC à martensitique CC). Ce type de transformation se retrouve dans les aciers de types TRIP (TRansformation Induced Plasticity) ou les Alliages à Mémoire de Forme (AMF). Dans ces derniers cas, la réversibilité est l'objectif et un nouvel apport d'énergie (thermique le plus souvent) permet de retrouver l'état initial du matériau ce qui est le cas pour certains alliages de type Nickel-Titane-X ou des matériaux à base cuivre Cu-Al (Zn, Ni, Be, ...). La Figure 190 illustre la formation progressive de variante de martensite dans un alliage de cuivre [179].

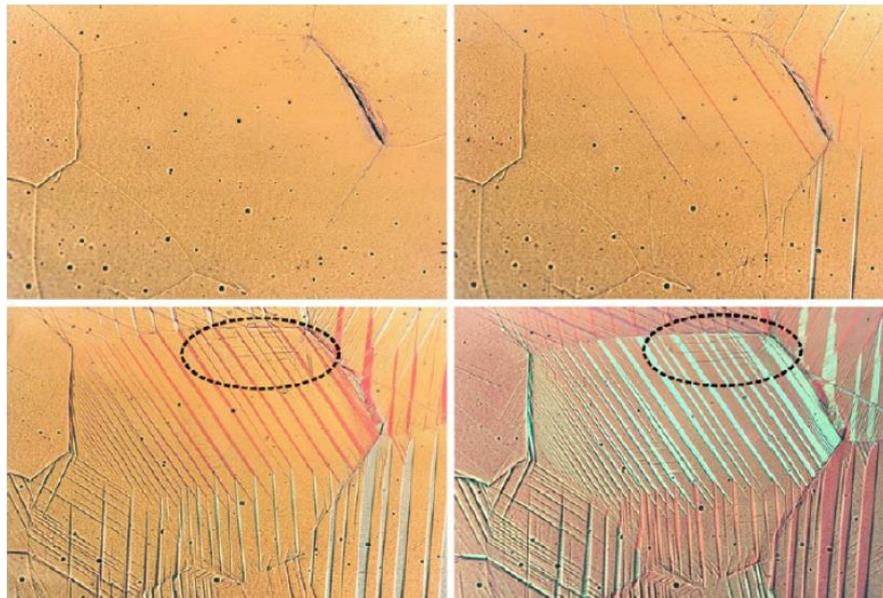


Figure 190 : Formation progressive d'une variante de martensite dans un alliage de cuivre [179]

2.2. Défauts dans les structures cristallines et influences des éléments d'alliages

Les structures cristallines dont sont constitués les matériaux se différencient entre autres par l'ensemble des défauts dont ces réseaux sont pourvus. Ce sont ces défauts qui vont leur conférer un caractère unique et des propriétés bien particulières. Ces défauts qui sont explicités dans les paragraphes suivants peuvent être classés par ordre dimensionnel croissant :

- Défaut ponctuel (0D)
- Défaut linéaire (1D),
- Défaut plan (2D),
- Défaut volumique (3D).

La Figure 191 montre que ces défauts, de par leur nature, interviennent à différentes échelles dimensionnelles de l'électron ($\sim 10^{-14}$ m, non traitée dans ce mémoire) à l'échelle de la pièce (10^0 m) [180].

Ce sont ces défauts qui, en jouant le rôle d'obstacles, vont permettre d'augmenter la résistance mécanique en piégeant ou en ralentissant les mouvements des défauts linéaires (les dislocations) au détriment de la ductilité dans la plus grande majorité des cas. La description individuelle de ces défauts, leurs interactions ainsi que les effets qu'ils induisent sur le comportement mécanique sont explicités ci-après.

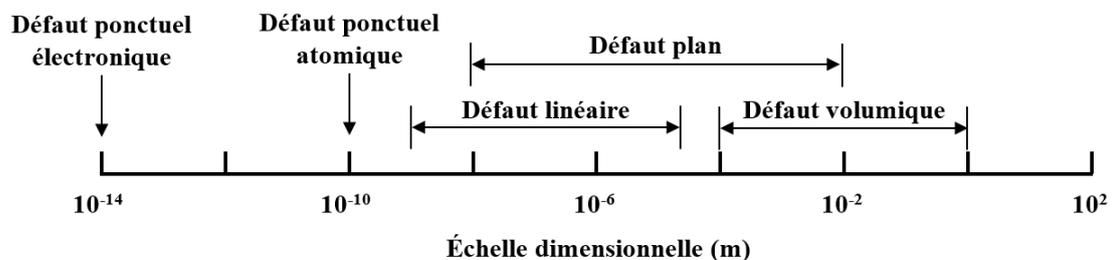


Figure 191 : Illustration des domaines d'influence des différents types de défauts (retranscrit de [180])

2.2.1. Défauts ponctuels (solution solide)

La Figure 192 présente des illustrations des défauts ponctuels de type lacune (manque d'un atome, a), substitution avec un atome plus gros (b) ou plus petit (c) et interstitiel (d). Les deux derniers types constituent ce qui est dénommé une solution solide à savoir que les atomes d'une espèce (soluté) peuvent se dissoudre à l'état solide dans une autre espèce (le solvant).

Les illustrations montrent également que la substitution ou l'insertion perturbent localement la régularité du réseau en le dilatant (si l'atome inséré a un rayon plus grand, Cu dans Ni) ou en le contractant (si l'atome inséré est plus petit, Ni dans Cu). Ces dilatations / contractions autour de ces défauts génèrent donc localement des contraintes de traction ou de compression dans le réseau initial, ce qui nécessite donc plus de contrainte ou de température pour permettre le mouvement des dislocations.

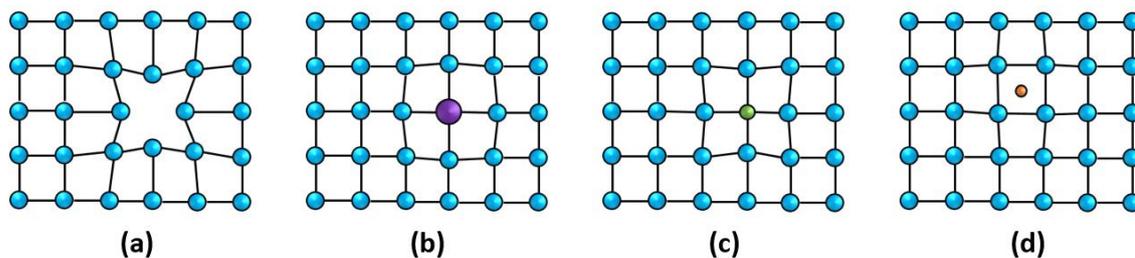


Figure 192 : Illustrations des défauts cristallins dans un réseau régulier : lacune d'un atome (a), substitution avec un atome plus gros (b) ou plus petit (c) et atome plus petit en position interstitielle (d)

Pour les solutions solides de substitution, lorsque les structures sont du même type (et que leurs écarts de rayons atomiques sont inférieurs à 15%) alors les atomes du soluté peuvent remplacer un par un les atomes du solvant dans son réseau (1^{re} règle de *Hume-Rothery*). Plus la différence de taille entre les atomes du solvant et du soluté est importante et plus la déformation du réseau cristallin et donc les contraintes locales (de compression ou de traction) seront importantes ce qui va générer proportionnellement plus de contrainte. Le graphique de la Figure 193 illustre l'influence de la nature d'un élément d'alliage en substitution dans une matrice de cuivre [181]. Le graphique montre bien que le gain en limite élastique sur un alliage de cuivre est d'autant plus grand que la différence de rayon entre les atomes du solvant et du soluté est importante (cas du Be plus petit que le Cu et du Sn plus grand). Le graphique illustre également que plus la proportion du soluté est importante et plus le gain l'est également. Par contre cette dernière évolution reste valable tant que la solubilité du soluté dans le solvant n'est pas atteinte. Dans le cas de la solution solide cuivre – zinc par exemple, une proportion de zinc dans le cuivre supérieure à 30% dépasse la limite de solubilité (cf. Figure 193-b) ce qui va générer un composé intermétallique qui jouera le rôle de défaut volumique.

De plus si les deux structures sont de structures identiques (CC, CFC ou HC) alors la substitution est mutuelle, elle peut être totale avec une variation qui suit une loi de *Vegard* [182] qui dicte que le paramètre de maille évolue linéairement avec la concentration de chaque espèce.

Lorsque les atomes qui doivent se substituer au solvant sont trop gros pour s'insérer, que leurs structures cristallines sont différentes et ne peuvent donc s'imbriquer totalement ou alors que les proportions entre solvant et soluté dépassent la limite de solubilité alors on parle de substitution partielle ce qui génère de nouveaux des structures intermétalliques tel qu'il que cela sera explicité par la suite en tant que défaut volumique.

Pour les solutions solides interstitielles, les atomes du soluté doivent être suffisamment petits (idéalement inférieurs) pour entrer dans les pores libres de la structure cristalline du solvant. Le Tableau 20 donne pour les structures CC, CFC et HC les positions des sites interstitiels octaédriques et tétraédriques ainsi que les rayons maximums de ces emplacements. Les dimensions très restreintes de ces sites entraînent dans la majorité des cas l'insertion d'atomes légèrement plus grands que ces espaces ce qui génère localement des déformations élastiques

du réseau. Ces déformations contribuent certes à augmenter la résistance mécanique, mais accroissent également sa fragilité comme l'hydrogène dans les aciers par exemple.

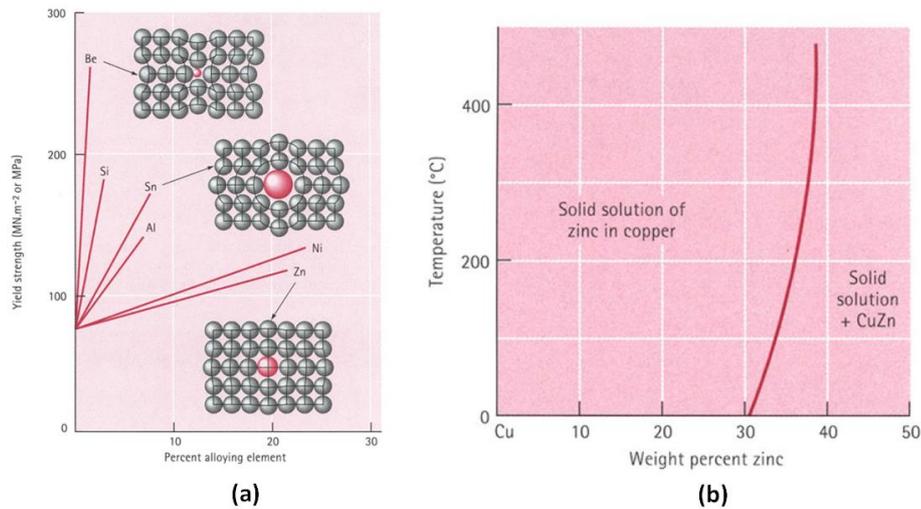


Figure 193 : Effets d'un élément d'alliage par substitution dans une matrice de cuivre (a) et limite de solubilité du zinc dans le cuivre avec formation d'un intermétallique CuZn au-delà de 30% de Zn à 0°C (b) (tiré de [181])

Tableau 20 : Représentations et dimensions des sites interstitiels des structures CC, CFC et HC (tirées de [180] [183])

Structure	Cubique Centré (CC)	Cubique à faces Centrées (CFC)	Hexagonal Compact (HC)
Site octaédrique			
Rayon maximal **	$r_{max} = a \left(\frac{1}{2} - \frac{\sqrt{3}}{4} \right)$	$r_{max} = a \left(\frac{1}{2} - \frac{\sqrt{2}}{4} \right)$	$r_{max} = a \left(\frac{1}{\sqrt{2}} - \frac{1}{2} \right)$
Site tétraédrique			
Rayon maximal **	$r_{max} = \frac{a\sqrt{5}}{4} - R$	$r_{max} = \frac{a}{4} (\sqrt{3} - \sqrt{2})$	$r_{max} = \frac{a}{2} \left(\frac{\sqrt{3}}{2} - 1 \right)$

* a, c (pour HC) sont les paramètres de maille ; R est le rayon de l'atome de base

** sans déformation du réseau / fragilisation de la maille cristalline

2.2.2. Défauts linéaires (écrouissage)

La différence d'alignement d'une série d'atomes qui forme une ligne (droite le long du réseau ou courbe le long d'un plan) dans la matrice 3D d'arrangement des atomes est reconnue comme un défaut linéaire dans une structure cristalline.

Le glissement de ces plans atomiques se fait de proche en proche par progression d'un seul défaut dans l'arrangement des atomes suivant une ligne et non d'un seul bloc comme démontré par Orowan [184], Taylor [185] et Polanyi [186]. Cette ligne dénommée ligne de dislocation a permis la mise en place de la théorie des dislocations. Même si ce concept avait été introduit en modèle par Volterra en 1907 [187], la visualisation et la confirmation expérimentale à l'échelle atomique de ces travaux n'ont pu être réalisées que dans les années 1950 avec un Microscope Électronique à Transmission (MET) [188].

On distingue deux types de dislocations pures dénommées dislocation de type coin (Figure 194-a) et dislocation de type vis (Figure 194-b) qui se combinent pour former un cas général qui porte le nom de dislocation mixte (Figure 194-c). La dislocation coin se caractérise par un vecteur de déplacement (vecteur de Burgers [189]) qui est perpendiculaire à la ligne de dislocation. La dislocation vis, quant à elle, a un vecteur de déplacement parallèle à la ligne de dislocation. La dislocation mixte lorsqu'elle est amorcée en bords libres du réseau est de type vis à un bout et coin à l'autre (cf. illustration F de la Figure 198).

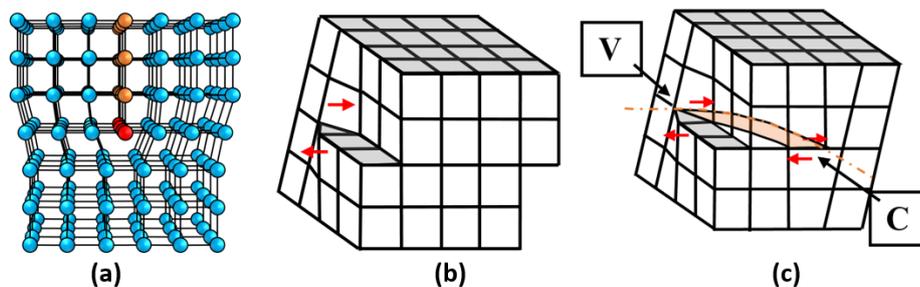


Figure 194 : Dislocations de type coin (a), vis (b) et mixte (c) (retranscrit de [190])

La méthode de détermination du vecteur de Burger d'une dislocation consiste à tracer deux circuits comportant le même nombre de pas de déplacement dans le réseau Figure 195. L'un des circuits entoure la dislocation (circuit fléché en orange), l'autre est tracé dans un réseau sans défaut (circuit fléché en vert). L'amplitude de déformation matérialisée par le défaut de fermeture dans le circuit comportant le défaut constitue le vecteur de Burger de la dislocation tel qu'illustré en rouge sur ces schémas avec une dislocation coin (a) et vis (b). Une illustration de ce vecteur à partir d'un cliché de MET est proposée également sur cette figure (c).

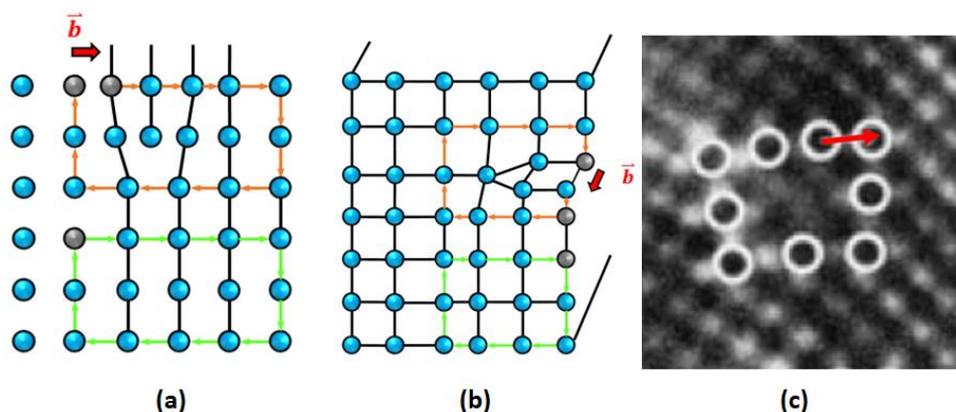


Figure 195 : Détermination du vecteur de Burger sur une dislocation coin (a) et vis (b) (retranscrit de [190]) et mise en évidence de ce vecteur sur une image MET (adapté de [180])

Les cinétiques du déplacement progressif de proche en proche de chaque type de dislocation à partir d'un bord libre sont illustrées sur la Figure 196 (coin), la Figure 197 (coin) et Figure 198 (vis).

Pour la dislocation coin (Figure 196), à partir de l'état initial (A), une liaison atomique cède sous l'action d'un effort ou d'un déplacement imposé sur un demi-espace (B) ce qui détache localement un demi-plan atomique (en rouge). La dislocation qui correspond à la ligne d'atomes en rouge en bout de ce demi-plan progresse de proche en proche par rupture de liaison en amont du déplacement et par reprise de liaison en aval de celle-ci (figures C à F). Les plans qui entourent ce demi-plan (atomes en orange) sont dans des positions intermédiaires qui génèrent de la compression au passage de la dislocation. La dislocation progresse tant que l'effort/déplacement est maintenu et chaque rupture/reprise de liaison consomme de l'énergie au fur et à mesure de sa progression. La dislocation s'arrête ou est ralentie dès qu'elle rencontre un défaut de quelque nature qu'il soit (ponctuel, linéaire, plan ou volumique) ou qu'elle atteint un bord libre tel qu'illustré sur la figure H.

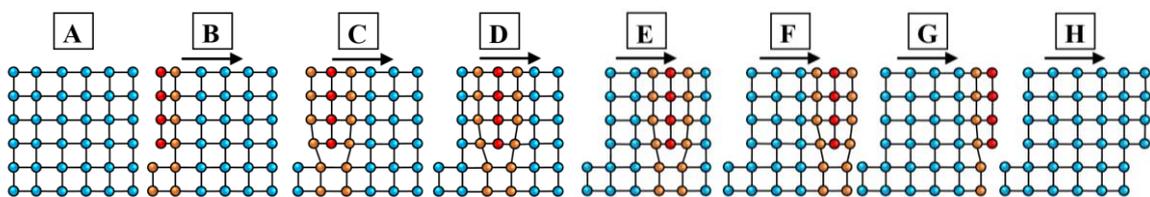


Figure 196 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation coin (retranscrit de [190])

Pour la dislocation vis la logique est identique (cf. illustration A à H de la Figure 197), la seule différence réside dans le fait que la ligne de la dislocation est parallèle au vecteur de Burger. La partie du plan des atomes concernés à chaque avancement de la dislocation est symbolisée en orange ces illustrations.

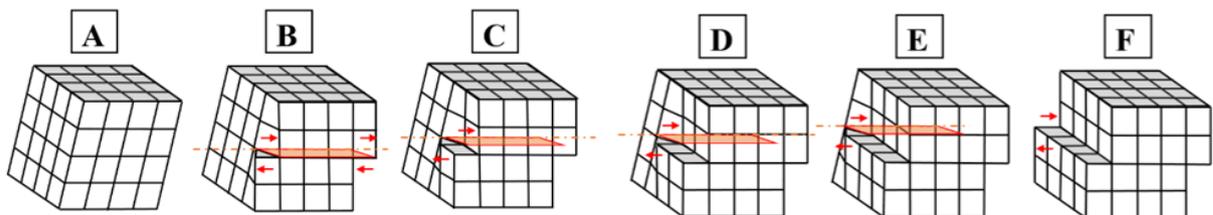


Figure 197 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation vis (retranscrit de [190])

Pour les dislocations mixtes qui sont le cas général (Figure 198), le front d'avancement de la dislocation est courbe (cf. zone orangée sur chaque schéma). Comme mentionné précédemment, la dernière image (F) illustre distinctement que dans le cas d'une dislocation débouchant sur des bords libres de part et d'autre du réseau cristallin alors chaque bout de la dislocation est d'un côté de type coin et de l'autre de type vis.

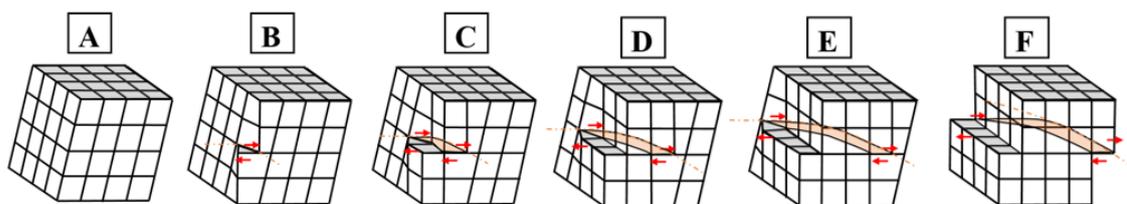


Figure 198 : Cinétique de déplacement de proche en proche d'une dislocation mixte (retranscrit de [190])

Deux dislocations coin, mais de signes opposés vont s'attirer mutuellement, se rejoindre au niveau de leurs demi-plans respectifs et reformer un plan d'atomes continu pour que le réseau

retrouve sa cohérence. Ce type d'annihilation se produit entre autres sous l'effet d'une élévation de température par exemple.

Les déplacements de ces dislocations suivent principalement les plans de glissement définis précédemment et sont des modes de déplacements dits conservatifs puisqu'ils se produisent sans transport de matière.

A contrario, un autre mode de déplacement des dislocations non conservatif dénommé montée, saut de dislocations ou glissement dévié est possible perpendiculairement au plan de glissement avec la diffusion d'un atome. Ce dernier se produit soit par une action mécanique (lorsqu'un effort de compression de part et d'autre du demi-plan d'atomes ou de traction dans ce demi-plan se produit) soit par une action thermique qui favorise le déplacement des atomes interstitiels ou des lacunes là où les réseaux sont écartés en dessous des demi-plans d'atomes en bout de dislocation. Dans ces cas, le demi-plan remonte d'un rang d'atome et la lacune générée est comblée par un atome du plan inférieur.

La dislocation vis peut elle aussi faire ce type de glissement dévié pour éviter des obstacles (un précipité par exemple) et se repositionner ensuite dans un autre plan de glissement parallèle au plan de glissement initial.

Le déplacement de ces dislocations dans la structure cristalline permet donc au matériau de s'accommoder au déplacement / à l'effort qui lui est imposé ce qui se traduit à l'échelle macroscopique par de la ductilité : plus les dislocations sont libres de mouvement et plus la ductilité sera importante.

A contrario, le ralentissement ou l'arrêt de ces dislocations favorise localement des concentrations de contraintes dans le réseau cristallin ce qui augmente intrinsèquement la tenue mécanique (plus d'effort pour moins de déplacement) ce qui contribue à l'érouissage du matériau.

Ces deux points mettent en avant deux grandeurs que sont la densité de dislocations ρ (en nombre de dislocations par unité de surface) et la notion de libre parcours moyen $l = 1/\sqrt{\rho}$ qui vont refléter en partie le comportement plastique du matériau.

Les interactions de ces dislocations avec les différents types de défauts (ponctuel, linéaire, surfacique et volumique) sont développées dans le paragraphe 2.3, leurs quantifications dans le paragraphe 2.4 de cette annexe.

2.2.3. Défauts plans (joints de grains, de macles ou d'interphases)

Les défauts dans les structures cristallines du troisième type sont les défauts plans ou surfaciques. Les cinq types de défauts surfaciques sont les suivants :

- Bords libres,
- Défauts d'empilements
- Joints et sous-joints de grains,
- Joints de macles,
- Joints d'interphases.

En premier lieu, la surface extérieure du matériau qui est un bord libre constitue le premier type de défaut surfacique. La structure cristalline est interrompue de manière brutale pouvant donc être le siège d'un lieu de décharge pour une dislocation mobile par exemple ou bien une source pour la génération de nouveau vers l'intérieur du matériau. Une représentation schématique de l'apparition des bandes de glissement sous forme de marches à l'extérieur d'un matériau ainsi que des bandes de glissement observées sur une éprouvette d'aluminium en traction sont proposées sur la Figure 199.

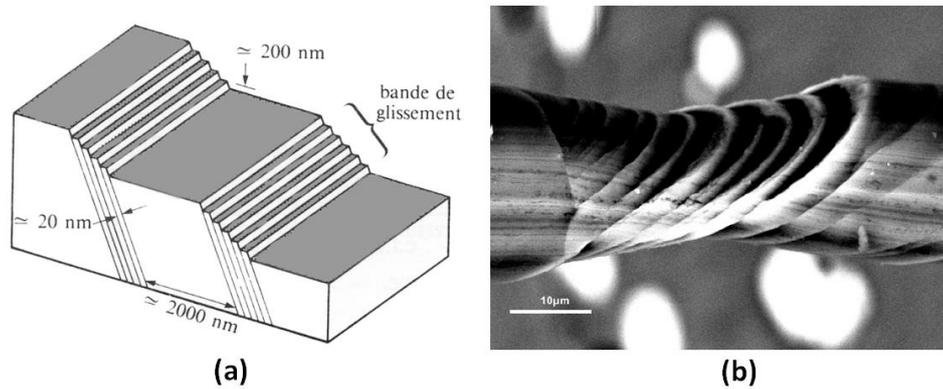


Figure 199 : Illustration de l'émergence des dislocations et apparition des marches en surface du matériau [178] (a) et bandes de glissement d'une éprouvette d'aluminium en traction [179] (b)

Les structures cristallographiques développées précédemment ont introduit la notion de plans denses et de leurs glissements qui sont le siège de la majeure partie des déformations.

Les défauts d'empilements peuvent être un manque (défaut intrinsèque) ou un surplus (défaut extrinsèque) de plans denses (Figure 200).

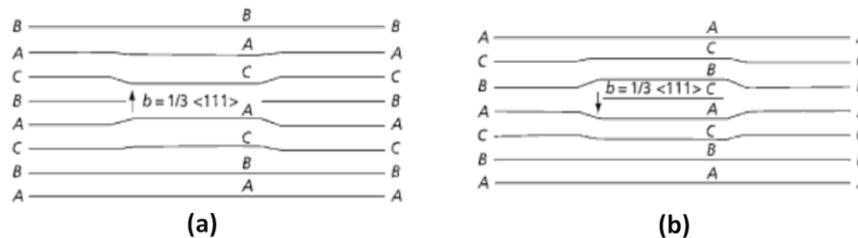


Figure 200 : Illustrations pour un matériau de type CFC des deux types de défauts d'empilement par retrait / défaut intrinsèque (a) ou par ajout / défaut extrinsèque (b) d'une portion de plan dense [191]

Pour les matériaux cubiques à faces centrées par exemple, l'empilement compact est de type ABCABC (Figure 201–a), mais le glissement des plans denses lors de la déformation plastique provoque des défauts d'empilements qui vont devenir des défauts surfaciques pour les dislocations qui se propageront en dehors de ces plans denses. La Figure 201–a montre l'absence du plan C dans la séquence. Une illustration MET d'un défaut d'empilement dans un alliage de nickel de type 718 est proposée sur cette même figure (Figure 201–b).

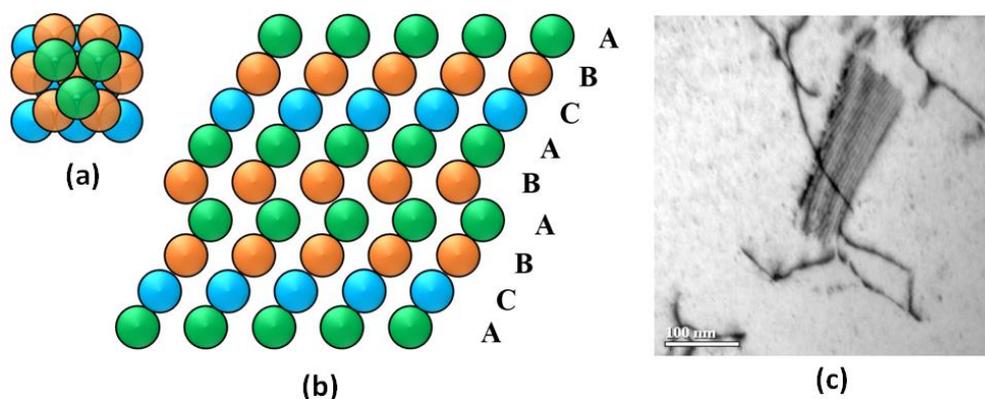


Figure 201 : Structure d'empilement CFC normale en couches A-B-C (a), illustration d'un défaut d'empilement avec l'absence d'une séquence C (b) et micrographie électronique en transmission en fond clair d'un défaut d'empilement dans un alliage 718 à base nickel [178] (c)

Ces défauts d'empilements se caractérisent par un critère dénommé énergie de défaut d'empilement (ou SFE pour Stacking Fault Energy) qui permet de classer la façon dont les dislocations s'organiseront lors de la déformation plastique. Les matériaux à faibles et moyens niveaux de SFE (cuivre, nickel) arriveront à accumuler énormément de dislocations à l'intérieur des grains tandis que les matériaux à fort niveau de SFE (aluminium) localiseront les dislocations en périphérie de grains [11] (Figure 202).

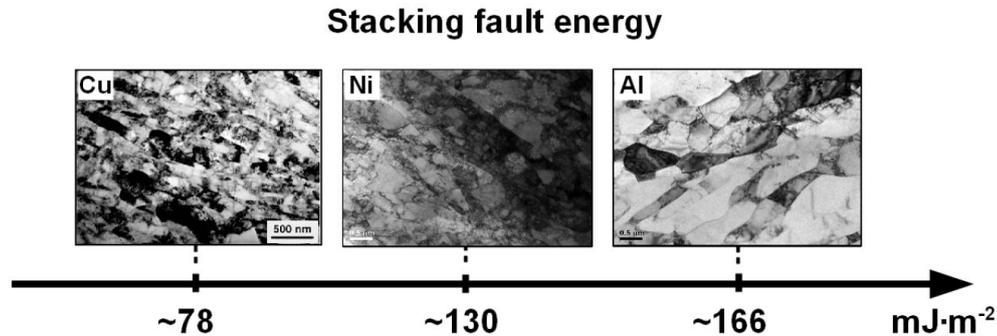


Figure 202 : Images MET et énergie de défaut d'empilement correspondant pour des échantillons déformés de cuivre, de nickel, et de l'aluminium illustrant les différentes morphologies d'arrangement des dislocations en fonction de cette énergie [11]

Sauf cas particulier, un matériau se classe majoritairement parmi les polycristallins ou agrégats de grains ce qui signifie que chaque face d'un grain est le siège d'un changement d'orientation de la structure cristalline qui a une orientation qui lui est propre de part et d'autre de cette face. Cette rupture dans l'arrangement atomique perturbe donc la propagation des lignes de dislocations. Ces dernières se propageant dans un plan de glissement se retrouvent en face d'un autre plan cristallographique qui en général n'est pas un plan de glissement. De plus la région intergranulaire est une région étroite où les atomes ne sont pas ordonnés correctement. Les distances entre atomes de deux grains différents peuvent être plus proches ou plus éloignées ce qui peut générer localement à cette interface de la compression ou de la traction.

Un joint de grain (ou un sous-joint de grain pour des angles de faibles désorientations) constitue un ralentissement voire un piège pour les dislocations. Ce qui signifie que plus il y a de joints de grains et plus la distance de propagation d'une dislocation se réduira. Ceci favorisera l'empilement des dislocations aux joints de grains augmentant de fait macroscopiquement la résistance du matériau. Cette augmentation de la résistance mécanique par diminution de taille des grains est connue depuis les années 50 sous le nom de loi de Hall-Petch [30] [31] qui exprime cette dépendance de la limite d'écoulement comme proportionnelle à la racine carrée inverse de la taille des grains (cf. Équation 12 et Figure 203).

Cette relation reste valable jusqu'à une certaine taille de grains nanométriques tant que le régime d'empilement des dislocations est possible, ce point est développé dans le paragraphe 2.1 du chapitre I. Des exemples de courbes d'écoulement d'un cuivre non allié avec des tailles moyennes des grains de 50 μ m et 25nm ainsi qu'une illustration de cette loi de Hall-Petch pour ce cuivre sont proposés sur la Figure 204.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

Équation 12

σ_0 représente la contrainte initiale du réseau cristallin (friction) d'un grain unique et de taille infinie, k la pente symbolisant, dans le cas des polycristaux, le durcissement par raffinement de la taille des grains propre à chaque nuance matériau, d le diamètre moyen des grains

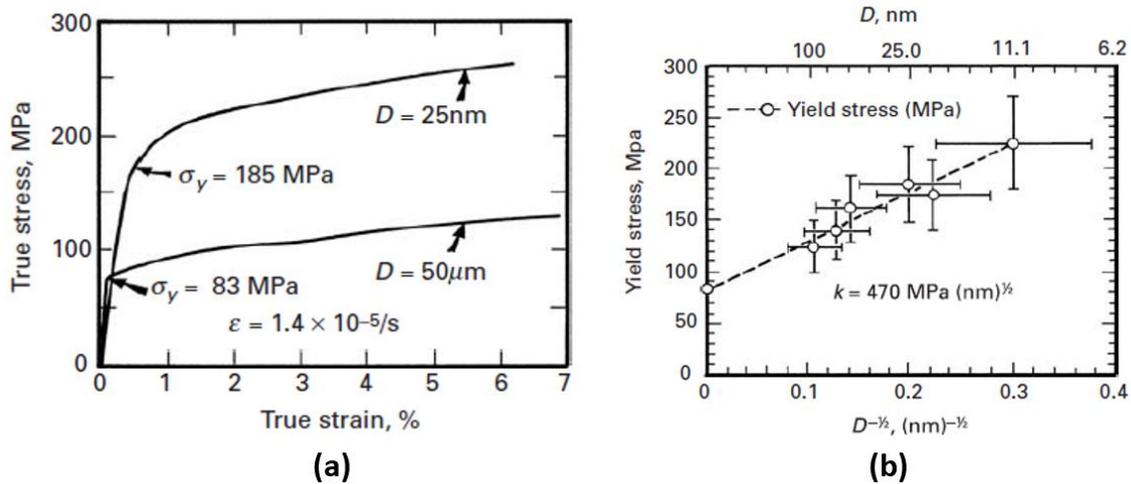


Figure 203 : Comparaison des courbes conventionnelles d'un cuivre non allié à grains micrométriques et nanométriques (a) et illustration de la loi de Hall-Petch (b) (tiré de [180][180])

Le quatrième type de défaut surfacique est le joint de macles (ou de nanomacles) qui constituent des joints de grains particuliers puisque les deux réseaux présentent des coïncidences d'orientations qui permettent qu'une partie des dislocations puissent être transférées d'un réseau à l'autre sans besoin de contrainte supplémentaire. La Figure 204 et la Figure 205 montrent deux exemples de comportement d'une dislocation au passage d'un joint de macle obtenu in situ sous MET de la traction d'une lame mince de cuivre [192].

Sur la première figure, la dislocation (référéncée D) qui se propage dans le plan $\{111\}$ du grain (1) n'est ni transmise au grain (2) ni arrêtée dans le joint de macle, mais se propage dans ce dernier. Sur la seconde l'image MET montre l'empilement de 8 dislocations dans un grain au niveau du joint de macle sans transmission directe à l'autre grain. Ce dernier voit l'émission de nouvelles dislocations à partir du joint de macle.

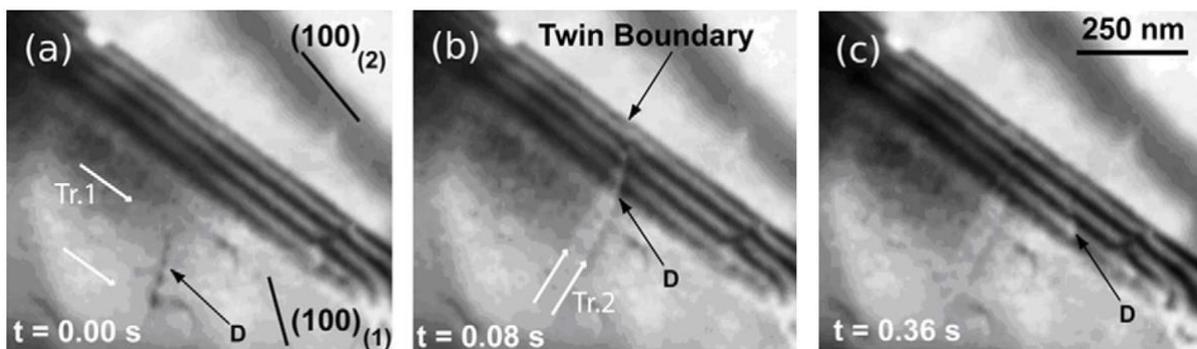


Figure 204 : Visualisation dans une lame de cuivre mince étirée in situ sous MET de la propagation d'une dislocation dans un joint de macle [192]

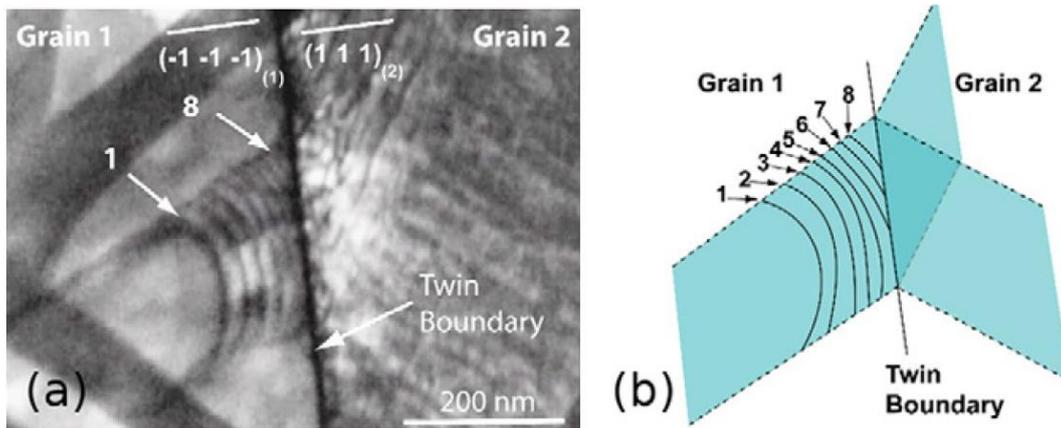


Figure 205 : Visualisation dans une lame de cuivre mince étirée *in situ* sous MET (a) de l'empilement de 8 dislocations dans un joint de macle et émission de nouvelles dislocations (en bas à droite du joint de macle) ; Représentation schématique de l'empilement des 8 dislocations (b) [192]

Le cinquième et dernier type de défaut surfacique qui ralentit / arrête la propagation des dislocations est le joint d'interphases. Dans cette configuration, c'est la nature et la constitution différente des deux phases qui entraînent une discontinuité dans le réseau cristallin et de ce fait ne permet plus aux dislocations de se propager librement.

2.2.4. Défauts volumiques (pores et intermétalliques)

En premier lieu les pores qui correspondent à des bulles à l'intérieur de la matière peuvent se former lors d'une des étapes d'élaboration des matériaux par condensation de lacunes. Ces vides dans le réseau cristallin constituent donc un défaut volumique dont les effets seront de même nature que ceux des bords libres présentés précédemment.

Comme il a été présenté dans le paragraphe 2.2.1, il est possible lors de la mise en solution solide que des atomes soient trop gros ou que des structures cristallines ou des phases différentes puissent s'imbriquer les unes dans les autres. Ceci génère au final des structures intermétalliques qui s'agglomèrent au sein de structures cristallines homogènes qui constituent la matrice principale du matériau. À titre d'exemple, dans le cas des alliages de cuivre il y a miscibilité totale du cuivre et du nickel à contrario de la miscibilité partielle du zinc dans le cuivre. Dans ce dernier cas, un composé intermétallique Cu-Zn se crée lorsque la proportion de zinc dans le cuivre dépasse 30% Figure 206.

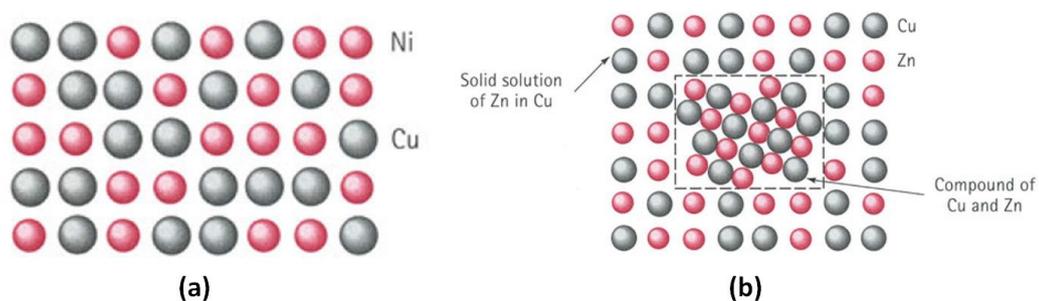


Figure 206 : Illustration de l'écart entre la solubilité complète de la solution solide nickel dans le cuivre avec occupation aléatoire du nickel (a) avec la solubilité partielle du zinc dans le cuivre et la génération d'un composé intermétallique (CuZn) (b) (tiré de [181])

Cette notion d'intermétallique introduit pour les alliages le concept de matrice (le constituant de base, phase majoritaire) et de durcissement par précipités (constituant secondaire, phase minoritaire). L'objectif des précipités dans une matrice est de créer des obstacles volumiques

dans le réseau. Certaines règles générales illustrées ci-dessous permettent d'influer sur les propriétés de l'alliage métallique (Figure 207 issue de [181]) :

- La matrice doit être souple et ductile tandis que les précipités doivent être durs (a),
- Les précipités doivent être répartis de façon aléatoire pour empêcher la propagation des défauts aux interfaces matrice-précipités,
- À isoproportion de précipités, des précipités de petites tailles en grand nombre augmenteront les lieux d'interactions avec les défauts linéaires lors de leurs propagations. Néanmoins la taille de ces précipités a aussi une influence sur l'énergie nécessaire aux dislocations pour les franchir (b),
- Les précipités de formes arrondies, lorsque c'est possible, seront privilégiés parce qu'ils évitent de nouveaux départs de défauts contrairement aux précipités de formes anguleuses ou en aiguilles qui pourront plus facilement les initier (c),
- L'augmentation du nombre de précipités accroît la résistance d'un matériau (d).

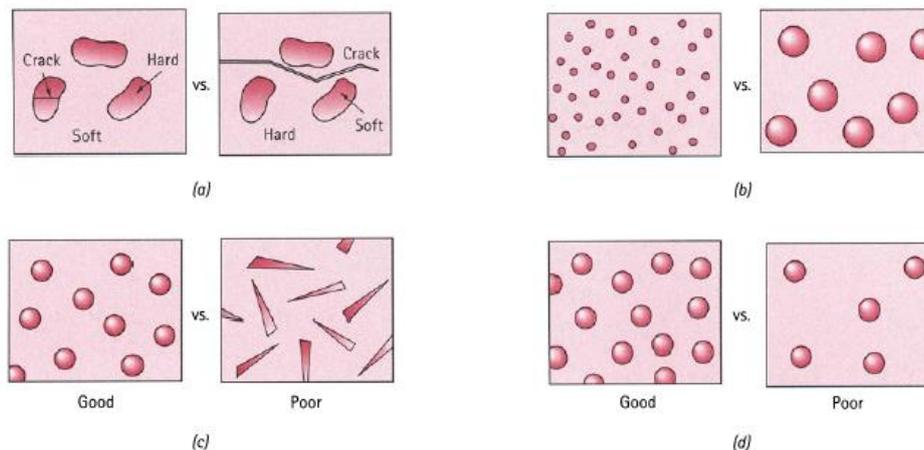


Figure 207 : Règles générales d'influence de certains paramètres matrice – précipités sur le comportement d'un alliage métallique pour l'augmentation de sa résistance mécanique [181] : Matrice molle et précipités durs (a), précipités petits et nombreux (b), précipités de formes arrondies (c), précipités nombreux (d) (tiré de [181])

À l'échelle atomique, les précipités même s'ils constituent un arrangement homogène d'atomes entre eux peuvent être semi-cohérents ou cohérents avec la matrice (Figure 208). Dans le premier cas, il y a discontinuité du réseau donc les glissements le long des plans denses seront difficiles à contrario du second cas où il y a continuité du réseau même si ce dernier est déformé élastiquement par la présence de cette phase de constitution différente. Les interactions des dislocations avec ces précipités seront développées dans le paragraphe suivant dans lequel les conditions de contournement ou de cisaillement des précipités seront explicitées.

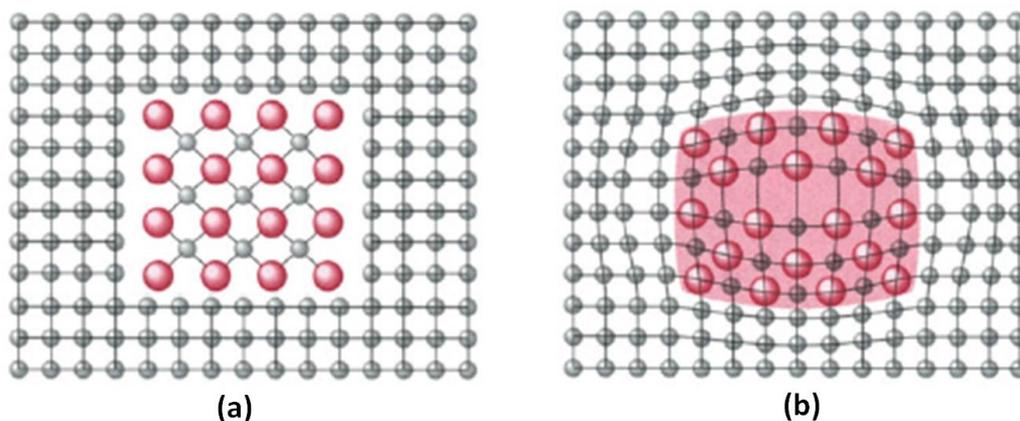


Figure 208 : Illustration de formation des précipités semi-cohérents et cohérents dans la matrice (tiré de [181])

2.3. Dislocations : interactions et conséquences sur le comportement mécanique

Les paragraphes précédents ont développé les différents défauts qui sont présents dans les structures cristallines du ponctuel au volumique. Le paragraphe présent va décrire leurs influences sur la génération, le ralentissement ou l'arrêt des dislocations mobiles.

Ces obstacles peuvent être classés en deux groupes distincts qui génèrent des champs de contraintes sur un long intervalle ou au contraire sur un petit intervalle [193].

Pour le premier groupe à long intervalle, les obstacles sont plus résistants, moins nombreux et demandent donc à leurs passages une énergie pour les dépasser plus importante. L'activation thermique ne joue aucun rôle sur ces obstacles, ils se classent donc parmi les contraintes athermiques (σ_{ath}). Les dislocations sur les plans de croisements parallèles, les précipités et les joints de grains font partie de ces obstacles à long intervalle. Pour le second groupe à petit intervalle, les obstacles sont individuellement peu résistants mais en très grand nombre. Ils sont sensibles aux fluctuations thermiques de par leurs faibles résistances. Les dislocations dispersées dans le plan de glissement, les dislocations vis et coin rentreront donc dans la contribution thermique des contraintes (σ_{th}). La Figure 209-b. montre à titre d'exemple l'évolution sinusoïdale (théorie de Frenkel [194]) de la contrainte lorsque l'une des deux lignes d'atomes distants d'une longueur a avec un espace interatomique b se déplace. Ces courbes montrent que l'énergie générée de Peirls-Nabarro est maximale à mi-chemin.

Les deux groupes font donc apparaître à l'échelle microscopique une évolution des contraintes qui présentent des oscillations d'amplitudes et de longueurs différentes Figure 209-c). Cette contrainte peut également être découpée en une partie athermique qui est également indépendante de la vitesse de déformation et une partie thermique qui est dépendante de la température et de la vitesse de déformation (Équation 13). Ce type de décomposition est utilisé par certaines lois de comportement.

$$\sigma = \sigma_{ath} + \sigma_{th}$$

Équation 13

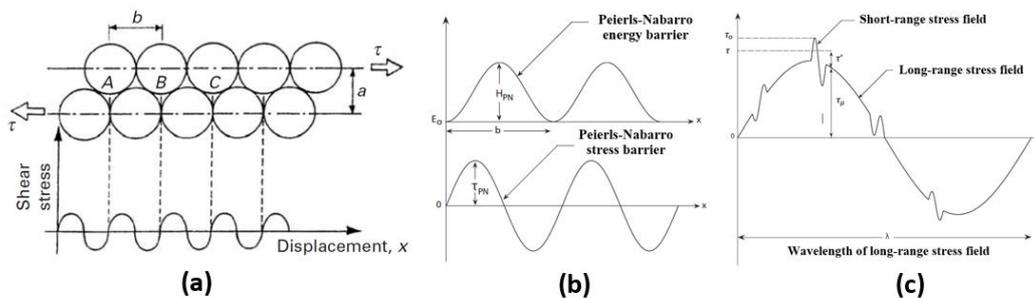


Figure 209 : Évolution de la contrainte de cisaillement τ (a) et de l'énergie et de la contrainte de Peierls-Nabarro sur les intervalles de courtes distances en fonction du déplacement x d'une ligne d'atome (b) [15] et somme des contraintes générées à petit et à long intervalle [193]

La Figure 210 montre l'arrêt d'une dislocation coin par deux types de défauts ponctuels que sont un atome interstitiel (a) et un atome de substitution plus gros (b). Les contraintes élastiques locales générées par la présence de ces deux défauts dans la maille cristalline régulière sont suffisantes pour arrêter la progression de la dislocation dans son plan de glissement d'origine. En dehors de son arrêt pur et simple, elle peut contourner ce défaut (si l'effort appliqué est suffisant) en effectuant un saut c'est-à-dire en changeant de plan de glissement pour rejoindre un plan parallèle par exemple.

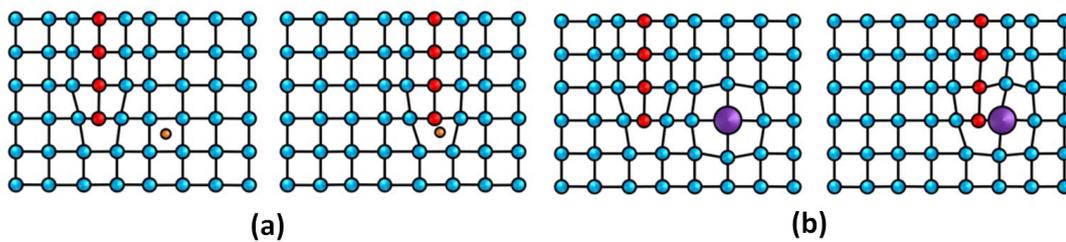


Figure 210 : Illustration de l'arrêt d'une dislocation à la rencontre d'un atome interstitiel (a) ou d'un atome substitutionnel plus gros (b)

Les atomes interstitiels isolés ont tendance à être attirés par les dislocations et à les épingler. Ces atomes se regroupent autour des dislocations pour former des nuages appelés nuage de Cottrell [195] (Figure 211-a). Il faut alors une contrainte supplémentaire pour que la dislocation progresse et se dégage du nuage pouvant en l'occurrence permettre à d'autres dislocations immobiles de devenir mobiles. Le nuage peut rattraper la dislocation si le phénomène de diffusion est plus rapide que la vitesse de déplacement de la dislocation. A l'échelle macroscopique, ces nuages sont à l'origine des oscillations en dents de scies observées lors des essais de traction pour certains matériaux que l'on nomme effet de Portevin-Le Chatelier [196] tel qu'illustré sur les courbes de la Figure 211-b.

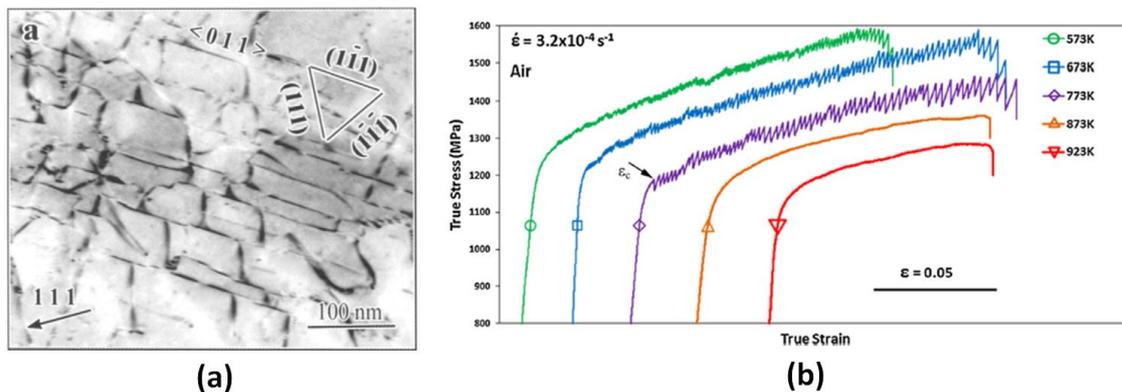


Figure 211 : Illustration d'un champ de dislocations piégées dans un nuage de Cottrell et des dislocations ancrées dans un monocristal Cu4%Al déformé à 48K [197] (a) et effet Poitevin-Le Chatelier sur des essais en température d'un inconel 718 [198](b)

Le matériau est dès le départ rempli de dislocations potentiellement immobiles et mobiles. Ces dislocations sont réparties de façon aléatoire et dans toutes les directions tel qu'illustré sur la Figure 212-a. Certaines de ces dislocations coupent orthogonalement les plans de glissement des dislocations mobiles ce qui crée un défaut à chaque intersection qui va perturber la mobilité de la dislocation (Figure 212-b). Ces dislocations orthogonales sont dénommées forêts de dislocations, car elles agissent comme des arbres que la dislocation mobile doit couper ou contourner pour la franchir.

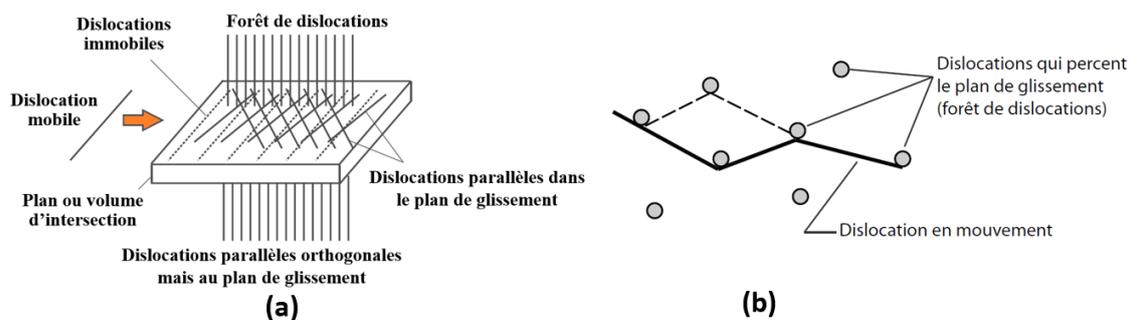


Figure 212 : Répartitions aléatoires des dislocations et des forêts de dislocations (adapté de [193])

En termes de source de dislocations, la déformation homogène du réseau lorsqu'il est déformé peut générer localement l'émission de deux dislocations de signes contraires qui vont se propager chacune dans une direction opposée dans le même plan de glissement (Figure 213-a). Les défauts surfaciques dont notamment les joints et sous-joints de grains vus précédemment constituent des obstacles efficaces face à la propagation des dislocations, ces dernières butant sur cette surface en s'empilant les unes derrière les autres. Mais ces joints de grains peuvent également devenir des sources de nouvelles dislocations en raison de la non-continuité des réseaux atomiques telle que proposée sur la Figure 213-b.

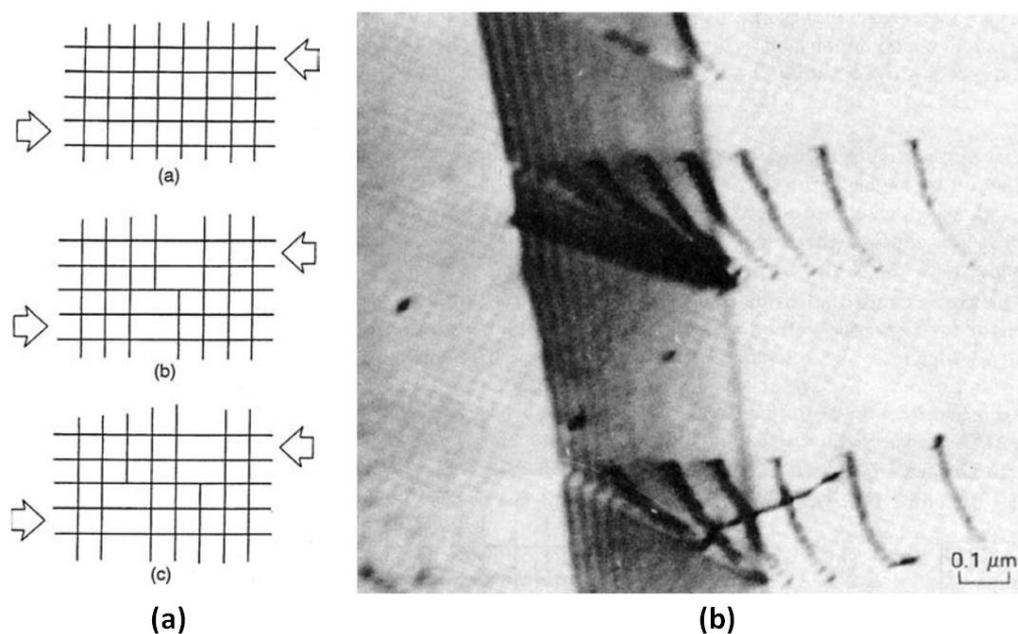


Figure 213 : Étapes de génération d'une paire de dislocations de signes opposés lors de la déformation homogène d'un réseau (a) et image MET d'une source de dislocations à un joint de grain (b) (tiré de [180])

L'image MET et sa représentation schématique de la Figure 214 est un exemple d'empilement de quatre dislocations coins avec un pas entre chaque dislocation coin de 5 atomes [180]. Le vecteur de Burgers de chacune d'elle est symbolisé par une flèche rouge. Cet empilement de dislocations engendre localement une désorientation matérialisée par un trait d'axe vert entre les deux réseaux qui est évalué à 10° à partir des traits bleus sur l'image. Les lignes de désorientations qui sont observées lors des analyses EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) vont donc révéler notamment la présence de ces empilements de dislocations.

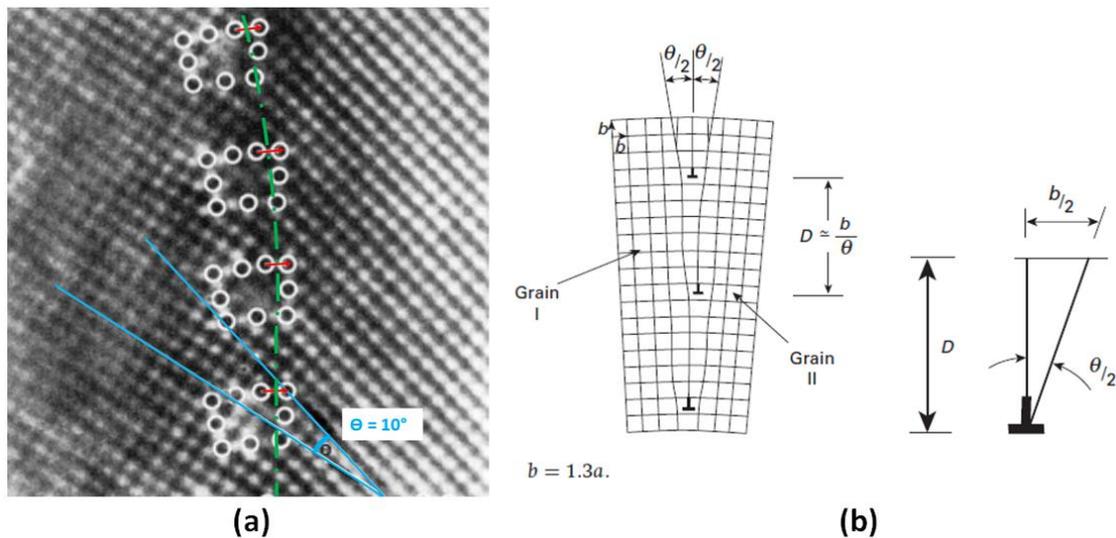


Figure 214 : Image MET haute résolution d'un empilement de dislocations coins avec génération d'une désorientation de 10° entre les deux réseaux (a) et illustration schématique de cette image avec mise en avant de l'espacement $D \sim b/\theta$ entre deux dislocations (b) (tiré de [180])

Le franchissement des précipités par les dislocations peut s'effectuer soit par cisaillement (Figure 215-a) soit par contournement (Figure 215-b). Dans le premier cas, le précipité est cohérent (parfois semi-cohérent) et la dislocation franchie l'interface matrice-précipité et traverse par cisaillement le précipité sans changer de plan cristallographique : le durcissement est dans ce cas lié au désaccord entre les deux réseaux (matrice et précipité). Dans le second cas, la dislocation contourne le précipité en laissant autour du précipité une boucle de dislocation qui va à son tour ralentir les dislocations suivantes. Ce type de boucle est appelée boucle d'Orowan. Contrairement au contournement, le cisaillement d'un précipité n'est efficace dans ce plan de glissement que pour la dislocation qui l'a effectivement cisailé puisque les dislocations suivantes qui se déplacent dans le même plan de glissement n'auront plus à le faire.

Des images MET des phénomènes de contournement et de cisaillement de précipités γ' Ni_3Al dans des superalliages de base nickel sont proposés respectivement sur la Figure 216 [199] et sur la Figure 217 [200].

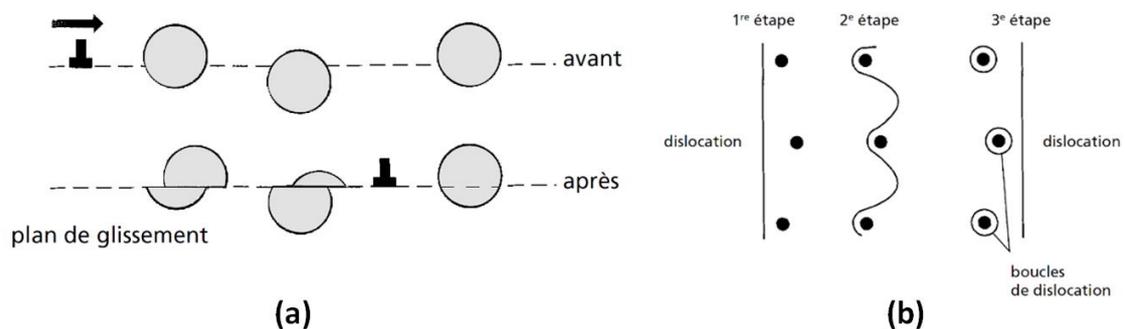


Figure 215 : Modes de franchissement des précipités d'une dislocation par cisaillement et par contournement [193]

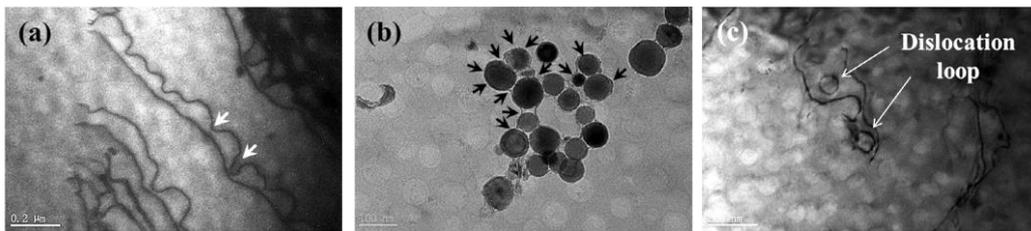


Figure 216 : Images MET du phénomène de contournement avec génération de boucles d'Orowan autour de précipité γ' Ni_3Al dans un superalliage de base nickel [199]

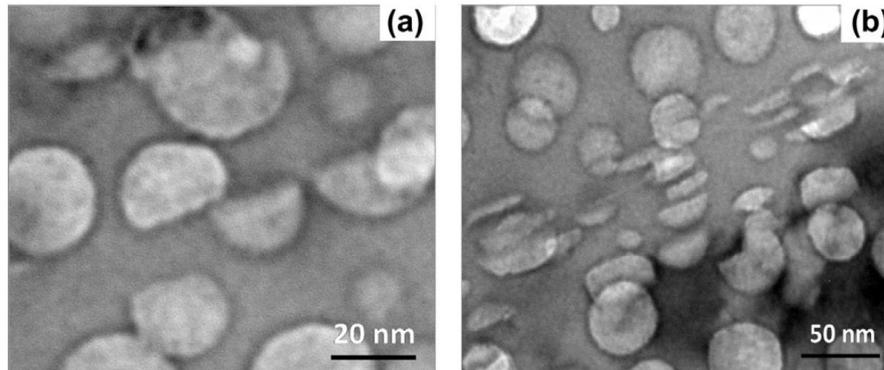


Figure 217 : Images MET du phénomène de cisaillement simple et multiple de précipités γ' Ni_3Al dans un superalliage de base nickel [200]

Le basculement d'un mode de franchissement à l'autre dépend du type et du diamètre moyen des précipités (Figure 218). Sur cette figure, les diagrammes (a) et (b) montrent schématiquement l'influence de la taille moyenne des précipités sur l'effort de cisaillement ou de contournement nécessaire pour le précipité. Le premier graphique montre que pour le cisaillement l'effort est d'autant plus grand que le diamètre est important, l'effort suit une loi proportionnelle à \sqrt{d} . La dureté des précipités (ou particules) est également un facteur important sur cette évolution : plus ils sont durs et plus l'effort nécessaire est important. Sur le second graphique l'effort de contournement est d'autant plus faible que le diamètre moyen des précipités est important, la loi d'évolution suit une évolution de type $1/d$. Le diagramme (c) montre le bilan des deux types de franchissement en fonction du diamètre moyen. La dislocation se propageant en utilisant le mode où l'effort sera le moins élevé : il existe donc en fonction de sa dureté un diamètre moyen de précipité optimal qui se trouve à l'intersection des courbes de cisaillement et de contournement. Le graphique montre que des précipités durs avec un diamètre moyen d_1 donnent un effort de franchissement maximal $F_{1\max}$, mais si les précipités ont un diamètre moyen plus gros (d_2) alors l'effort maximal $F_{2\max}$ sera inférieur. C'est ici l'une des clés dans l'optimisation des paramètres d'élaboration des matériaux à savoir maîtriser la dimension de ces précipités en plus de leur nature, forme, nombre et répartition.

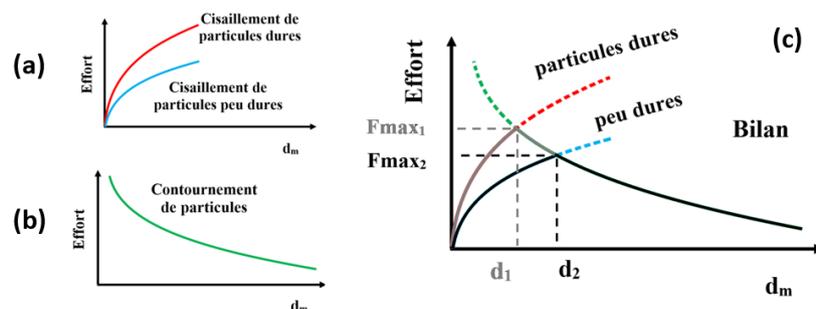


Figure 218 : Illustration de l'influence de la taille moyenne des particules (ou précipités, d_m) sur l'effort qui conditionne le cisaillement ou le contournement des dislocations à leurs passages (adapté de [180])

Un point supplémentaire concernant la propagation par cisaillement est que le précipité doit également être cohérent, voire semi-cohérent, pour que des plans de glissement de la matrice et du précipité soient coïncidents et permettent au cisaillement de se produire. Un précipité incohérent sera donc plus favorablement traversé par une dislocation par contournement. Ce mode de contournement est recherché puisqu'il contribue entre autres à la génération de nouvelles dislocations tel que détaillé page suivante.

L'un des mécanismes qui contribue à la multiplication du nombre de dislocations est le mécanisme de Franck et Read [201] : ces dislocations augmentent la capacité de ductilité tant qu'elles progressent puis l'érouissage lorsqu'elles sont ralenties ou arrêtées. La cinétique de formation du mécanisme de Franck et Read est proposée sur la Figure 219 (illustrations reprises de [193]). Au départ, un segment de dislocation est ancré à chaque extrémité par un défaut ponctuel, des précipités ou d'autres dislocations normales au plan du segment de dislocation dans une configuration de types « forêt » tel que décrit précédemment (A). Les bords étant ancrés, toute la partie centrale du segment qui est libre se courbe de plus en plus (B) formant un mouvement de moulin autour des ancrages (C) pour se rejoindre entre les deux ancrages (D). Elles finissent par s'attirer, se recombinent pour se libérer des ancrages et donner naissance à un nouveau segment de dislocation entre les deux ancrages (E) qui va suivre le même cycle de multiplication (F). Des illustrations obtenues sous microscope de ce mécanisme sont proposées sur la Figure 220. Pour que le mécanisme s'active et perdure, il faut néanmoins qu'une force (contrainte) suffisante soit appliquée pour permettre à la dislocation primaire de se développer et se détacher, la contrainte minimale en fonction de la distance L entre les deux obstacles est donnée ci-dessous (avec G le module de cisaillement et b le vecteur de Burgers) :

$$\tau = \frac{2 G b}{L}$$

Équation 14

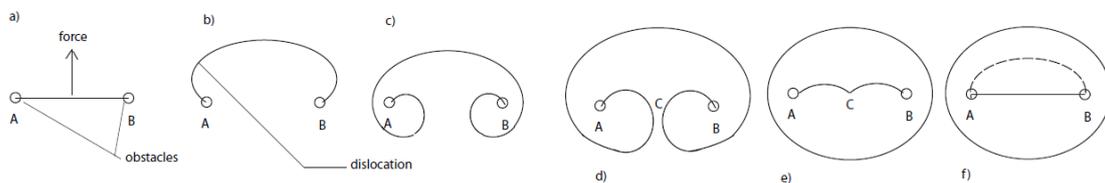


Figure 219 : Cinétiques de formation du mécanisme de multiplication de dislocations de Franck et Read [201] (illustrations reprises de [193])

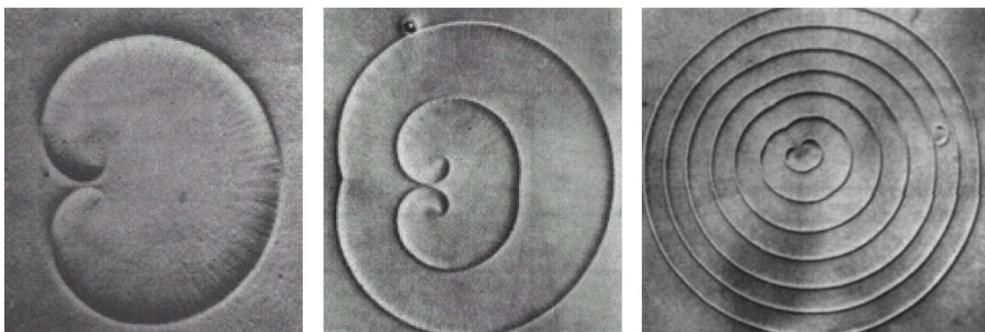


Figure 220 : Illustrations obtenues par microscope du mécanisme de multiplication des dislocations par le mécanisme de Franck et Read [201] (Photos de J.M. Marchon, G. Wyon [190])

2.4. Élasticité et plasticité

À l'échelle macroscopique, si on prend l'exemple d'une courbe de traction (ou de compression) conventionnelle (ou courbe ingénieur) avec la contrainte (σ en MPa) en fonction de la déformation (en %) alors l'élasticité d'un matériau correspond à la première partie linéaire

de la courbe d'écoulement. La pente correspond à l'un des modules élastiques, le module d'Young (E en MPa) suivant l'Équation 15. Le pendant de cette relation en cisaillement pur est présenté sur Équation 16 :

$$\sigma = E * \varepsilon$$

Équation 15

$$\tau = G * \gamma$$

Équation 16

À ce stade, à l'échelle atomique, les déplacements des atomes sont limités et les contraintes de scission exercées localement en tout point sont insuffisantes pour activer un système de glissement, quel qu'il soit : les dislocations potentiellement mobiles restent immobiles.

Le module d'Young (comme tous les modules élastiques) est propre à chaque matériau, mais est variable suivant la température. En effet, la température augmentant, l'amplitude de vibration des atomes augmente. L'énergie nécessaire pour les séparer est de plus en plus faible ce qui diminue de fait leur module d'Young, mais aussi leur module de cisaillement G . Dans le cas d'un monocristal, ou plus rarement dans le cas d'un multi cristal dont tous les grains sont alignés dans la même direction, seule la composante tangentielle dans le système de glissement qui nécessitera le moins d'énergie s'activera en première. La relation qui existe pour un essai de traction entre la contrainte macroscopique et la contrainte tangentielle (ou contrainte de scission) qui pilote l'activation d'un seul plan de glissement est exprimée par la loi de Schmid et Boas (Figure 221 et Équation 17, [178]).

$$\tau = \sigma \cos\theta \cos\chi$$

Équation 17

avec χ angle entre l'axe de traction et la normale au plan de glissement et θ angle entre l'axe de traction et la direction de glissement

Le facteur de Schmid $\cos(\theta)\cos(\chi)$ pour un plan de glissement permet de déterminer la contrainte de scission dans le plan de glissement à partir de l'effort appliqué sur l'éprouvette en fonction de l'angle formé entre l'axe de traction et la direction du plan de glissement concerné. On peut constater dans cette relation que pour une contrainte macroscopique appliquée, plus le facteur de Schmid est important et plus la contrainte de scission est importante ce qui signifie que les systèmes de glissement s'activeront par ordre de facteur de Schmid décroissant (du plus élevé au plus faible).

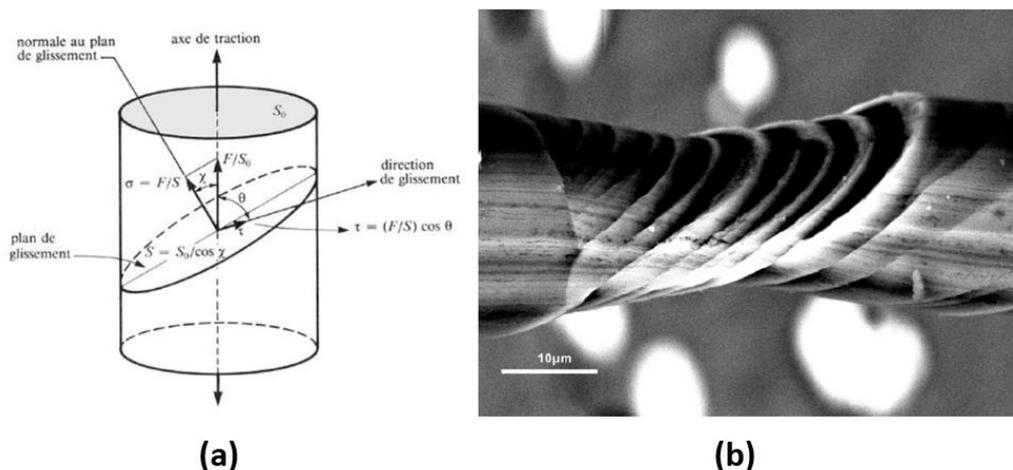


Figure 221 : Illustration de la contrainte de scission τ dans le plan de glissement via la loi de Schmid sur un essai de traction pour un monocristal [190] [202]

Même si la déformation plastique est majoritairement la conséquence du déplacement des défauts linéaires (les dislocations) qui seront développés ultérieurement, la loi de Schmid et Boas permet d'expliquer le mécanisme de déformation des monocristaux qui peut être dissocié en trois stades distincts tel que rappelé par Dubos [202] sur la base des travaux de Sevrillano [203] et Anongba [204] (Figure 222). Pour mieux appréhender ces trois stades, on introduit le coefficient d'écroutissage pour un monocristal Θ tel que donné dans l'Équation 18.

$$\theta_{monocristal} = \frac{d\tau}{d\gamma}$$

Équation 18

Le stade I, comme le montre le diagramme (a) de la Figure 222, présente un taux d'écroutissage faible lié à l'activation d'un seul système de glissement dans lequel les dislocations se déplacent facilement en augmentant le nombre d'empilements et en générant de faibles réarrangements peu durcissants.

Dans le stade II, les glissements multiples se déclenchent ce qui génère la formation de structures denses de dislocations aux intersections des plans non coplanaires. Ces concentrations augmentent fortement le taux d'écroutissage qui est quasi-constant durant ce stade (cf. diagramme Figure 222-b).

Le stade III qui se déclenche après une contrainte de scission critique τ_c voit le taux d'écroutissage diminuer fortement de par la multiplicité du glissement et le déclenchement de glissements déviés qui vont générer la formation d'amas, de mur ou de cellules de dislocations dans le matériau.

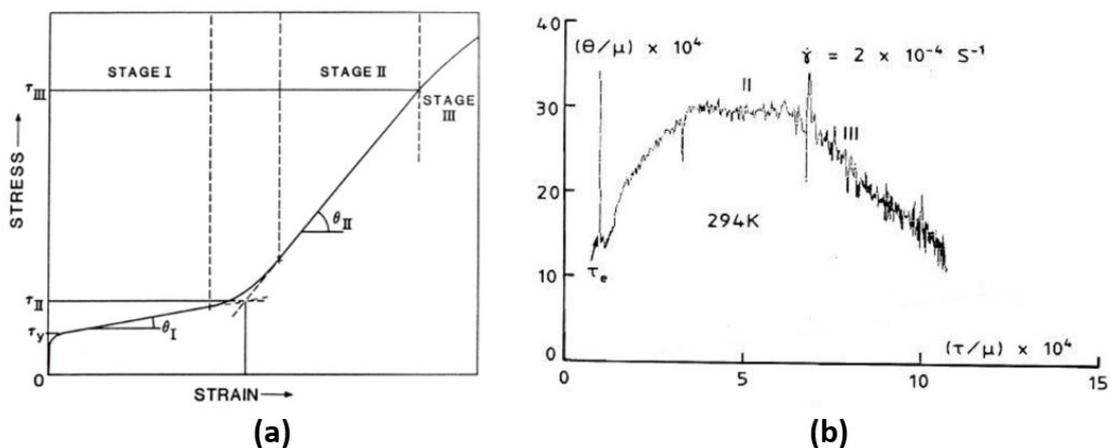


Figure 222 : Illustration des 3 stades d'évolution de la contrainte dans monocristal [203] et évolution du taux d'écroutissage dans un cuivre en fonction de la contrainte de scission [204]

Dans le cas plus général des matériaux polycristallins dont les grains ne sont pas orientés dans la même direction, plusieurs modèles permettent de considérer ces derniers individuellement comme des monocristaux. Chacun de ses monocristaux suit la loi de Schmid avec sa déformation propre liée à son orientation cristallographique. Les modèles de Sachs et Taylor donnent les bornes inférieures et supérieures du comportement réel du polycristal à partir de ces hypothèses. Pour les matériaux CFC, ils permettent d'encadrer la contrainte d'écoulement macroscopique σ par rapport à la contrainte de scission critique τ_c [205] (Équation 19).

$$2\tau_c \leq \sigma \leq 3.06\tau_c$$

Équation 19

Le passage monocristal/polycristal du modèle de Taylor [185] qui considère que tous les grains se déforment de manière identique au polycristal est généralement privilégié, car il est plus proche du cas réel. Ce modèle introduit le facteur de Taylor M qui relie σ à la scission τ et la déformation ε au cisaillement γ [205] :

$$\sigma = M\tau$$

Équation 20

$$d\varepsilon = \frac{d\gamma}{M}$$

Équation 21

La déformation plastique dans les polycristaux est plus complexe que dans les monocristaux. Ashby, avec son modèle de dislocations [206], permet d'introduire la notion de dislocations géométriquement nécessaires (ou GND pour Geometrically Necessary Dislocations) pour préserver la cohérence des réseaux cristallins aux joints de grains en ajoutant des degrés de liberté dans l'agrégat des grains d'orientations cristallines différentes (Figure 223- a). Au départ de la déformation, ce sont les grains les plus favorablement orientés qui vont subir les premiers mécanismes de plasticité. L'illustration (b) de la figure montre que la déformation de tous les grains en suivant la loi de Schmidt crée des vides ou des recouvrements entre ces grains ce qui constitue des discontinuités dans le réseau au niveau des joints de grains. Les dislocations géométriquement nécessaires sont à cet instant introduites pour rattraper ces vides et ces superpositions et pour assurer la continuité de la contrainte et de la déformation (illustration c). La dernière illustration de la figure (d) représente schématiquement le polycristal déformé avec les GND. L'introduction de ces GND au niveau des joints de grains rend donc un polycristal plus dur qu'un monocristal.

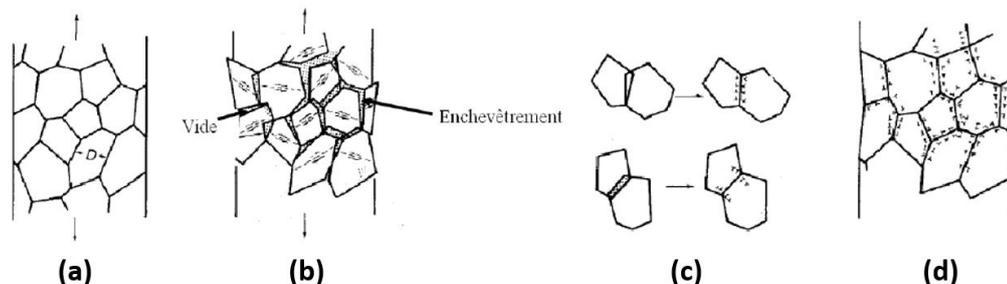


Figure 223 : Continuité de la contrainte et de la déformation au niveau des joints de grains avec les dislocations géométriquement nécessaires du modèle d'Ashby [206]

La combinaison de l'Équation 20 et de l'Équation 21 permet de relier le taux d'écroutissage du monocristal au polycristal via le coefficient de Taylor M :

$$\theta_{monocristal} = \frac{d\tau}{d\gamma} = \frac{d\sigma}{M} * \frac{1}{M d\varepsilon} = \frac{\theta_{polycristal}}{M^2} \quad \text{d'où} \quad \theta = \theta_{polycristal} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$$

Équation 22

L'écroutissage des polycristaux et notamment des matériaux CFC se décompose en trois stades comme pour les monocristaux, mais les mécanismes de déformations des polycristaux montrent des différences par rapport aux monocristaux tels qu'explicité ci-dessous et illustrés sur la Figure 224. L'image (a) montre l'évolution du taux d'écroutissage pour le nickel, l'image

(b) une comparaison des taux d'écroissage entre un polycristal, avec $\theta = f(\sigma)$ et $\theta = f(\tau)$ pour le cuivre [202].

Le stade I est similaire au cas du monocristal avec l'activation des systèmes de glissement les plus faciles qui augmente rapidement le nombre d'empilements de dislocations, mais le taux d'écroissage élevé est associé aux incompatibilités de déformation avec les grains d'orientations cristallines différentes non présents dans le cas du monocristal.

Le stade II marque l'activation de plusieurs systèmes de glissement ainsi que d'une partie des glissements déviés : formation de structures denses de dislocations (amas, murs ou cellules) et accommodation et diminution d'une partie des incompatibilités intergranulaires en fonction de la déformation plastique. Ce stade montre une pente décroissante non linéaire du fait de la contribution des joints de grains contrairement au cas du monocristal qui présente une stagnation du taux d'écroissage à ce stade.

Le stade III voit l'emballement du glissement dévié qui se généralise dans tous les grains ce qui ordonne les dislocations en cellules qui peuvent être réparties en trois types (forme et type), chaque type étant gouverné par l'orientation cristallographique et l'énergie de défaut d'empilement. La Figure 225 présente une illustration de chaque type de cellules ainsi que leurs orientations dans les grains [202] [207]. Des illustrations MET sont proposées sur la Figure 226 [207]. Dubos [202], sur la base des travaux de Feugas [207], décrivent ces trois stades ainsi :

- Type I : cellules généralement allongées divisées en bloc par sous-joints de GND (chacune étant gouvernée par l'orientation cristallographique et l'énergie de défaut d'empilement),
- Type II : cellules équiaxes formées par la multitude de plans de glissement dans les grains à orientation proche de $\langle 001 \rangle$, les joints de ces cellules étant peu désorientés ($< 5^\circ$),
- Type III : Forme proche des types I, mais sans être séparées par des GND avec une orientation proche de $\langle 111 \rangle$. Ces cellules se caractérisent par une hétérogénéité de comportement mécanique lié à la formation de zones très dures (grande densité de dislocations) et de zones molles (faible densité de dislocations).

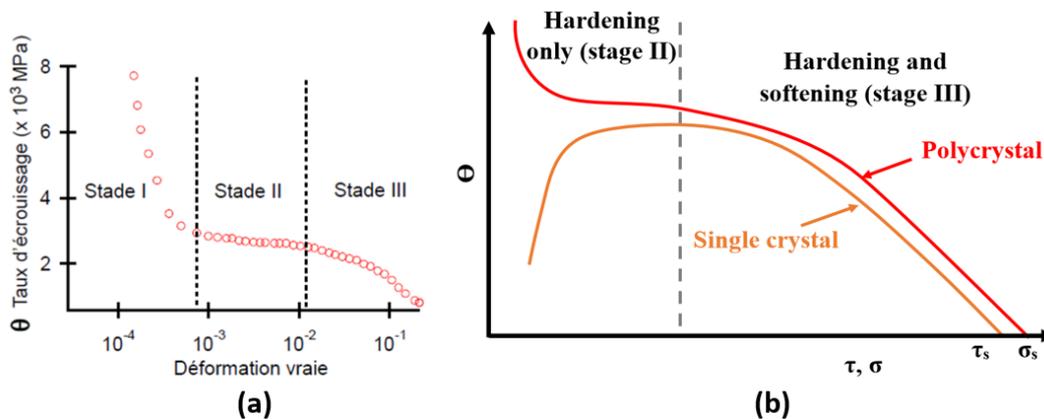


Figure 224 : Évolution en 3 stades du taux d'écroissage en fonction de la déformation vraie d'un polycristal de nickel (a) et comparaison de l'évolution de ce taux d'écroissage entre un monocristal (en fonction de la scission τ) et un polycristal (en fonction de la contrainte σ) pour un cuivre (b) (retranscrit de [202])

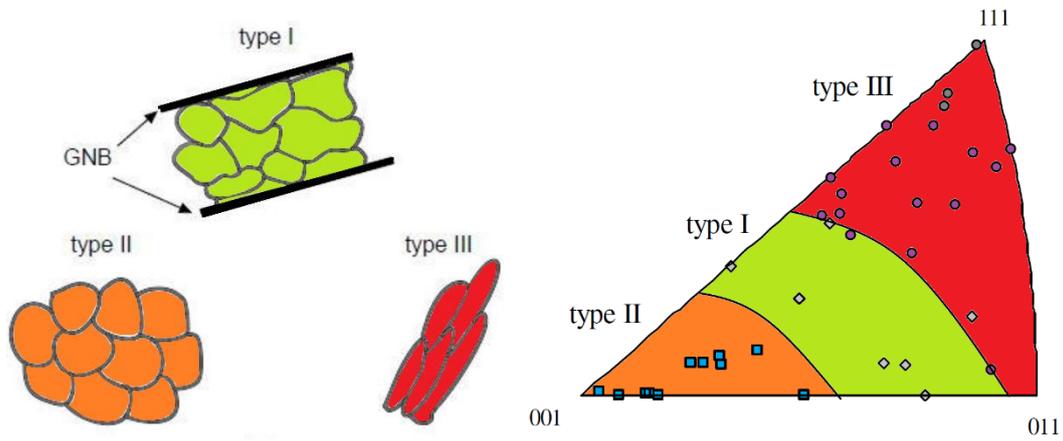


Figure 225 : Illustrations schématiques des trois types de cellules rencontrées en stade III d'écroutissage d'un polycristallin (retranscrit de [202]) et orientation de celles-ci par rapport à l'orientation dans le cas d'un nickel avec une taille moyenne de grains de $168\mu\text{m}$ (retranscrit de [207])

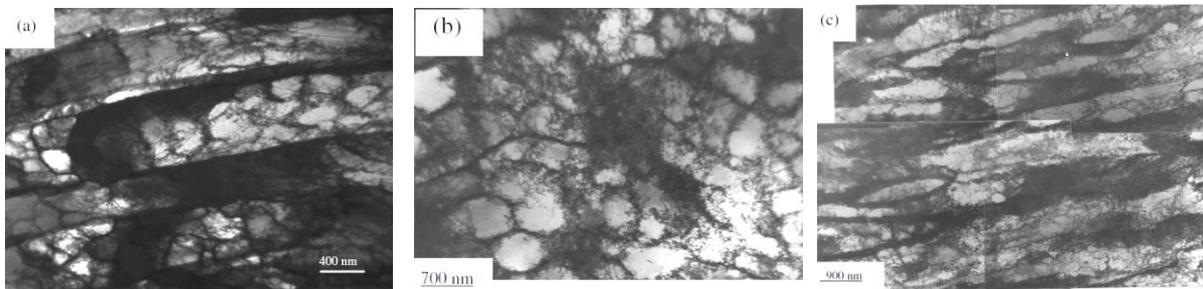


Figure 226 : Illustrations MET des trois types de cellules (I, II et III respectivement sur les images a, b et c) obtenues au stade III de déformation en traction à 30% pour un acier de type 316L [207]

Bibliographie de l'annexe B

- [176] A. Bravais; (1948)
- [177] H. Shahmir et coll., “An evaluation of the hexagonal close-packed to face-centered cubic phase transformation in a Ti6Al-4V alloy during high-pressure torsion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 104, N°17, p212-217, Sep. 2017
- [178] T. Thiriet, “Traitements mécaniques et thermomécaniques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques”, Institut Nationale polytechnique de Lorraine, thèse de doctorat soutenue à huis clos le 9 Novembre 2010
- [179] F. Adzima, “Modélisation et simulation de procédés de mise en forme de tôles métalliques ultrafines”, Arts et Métiers ParisTech, thèse de doctorat soutenue le 7 Décembre 2006
- [180] M.A. Meyers et coll., “Mechanical Behavior of Materials”, Second Edition, Cambridge University, (2009)
- [181] D.R. Askeland et coll., “The science and Engineering of Materials”, Third S.I. Edition, Springer ISBN 978-1-4899-2895-5, (1996)
- [182] L. Vegard, *Zeitschrift für Physik* Bd V, 17, (1921)
- [183] P. Lours et Coll., “Au cœur des matériaux cristallins”, IMT Mines d’Albi – Institut Clément Ader, www.nte.mines-albi.fr/SciMat/co/module_SM_2.html, (2020)
- [184] T. Orowan, “Zur Krystallplastizität: iii. Über den Mechanismus des Gleitvorgang”, *Z. Phys.*, Vol. 89, p634-659 (1934)
- [185] G.I. Taylor, “The Mechanism of plastic deformation of crystals, Part-I – Theoretical”, *Proceedings of the Royal Society of London*, vol. 145 (A), p312-387 (1934)
- [186] M. Polanyi, “Über eine Art Gitterstörung die einen Kristall plastic machen könnte”, *Z. Phys.* , Vol. 89, p660-664 (1934)
- [187] V. Volterra, “Mechanical Behavior of Materials”, *Ann. Scient. E. Norm. Sup.*, vol. 24, p40-517 (1907)
- [188] W. Johnston et J. Gilman, “Dislocations velocities, dislocation densities, and plastic flow in lithium fluoride crystals”, *Journal of Applied Physics*, vol.30(2), p129-144, (1959)
- [189] J.M. Burgers, “Some considerations on the fields of stress connected with dislocations in a regular crystal lattice”, *Proceeding of the Section of Sciences*, vol.42, p239-325, (1939)
- [190] B. Capelle, “Les macles et les dislocations: des défauts parfois beaux et utiles”, IMPMC, (2012)
- [191] R. Abbaschian et coll., *Physical Metallurgy Principles*, Stanford: Cengage Learning, p590-591, (2009)
- [192] M. Chassagne et coll., “Atomic-scale simulation of screw dislocation coherent twin boundary interaction in AL, Au, Cu and Ni”, *Acta Materiala* vol.59, p1456-1463, (2011)
- [193] E. Farah, “Modèle constitutive du comportement viscoplastique d’un matériau CFC”, *Mémoire de maîtrise de sciences appliquées*, École Polytechnique de Montréal, (2009)
- [194] J. Frenkel, *Z. Phys.*, vol37, p572, (1926)
- [195] A. Cottrell et Coll., “Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron”, *Proceedings of the Physical Society*, vol. 62 (1), p49-62, (1949)
- [196] A. Portevin et F. Lechatelier., *C.R. Acad. Sci.*, Paris, vol. 176, p507, (1923)
- [197] M. Niewczas, “Dislocations and Twinning in Face Centered Cubic Crystals”, *Dislocations in solids*, Edited by F.R.N. Nabarro and J.P. Hirth, Elsevier; vol. 13; Chapter 75 p263-364 (2007)

-
- [198] B. Max et coll.; “A Re-examination of the Portevin-Le Chatelier Effect in Alloy 718 in Connection with Oxidation-Assisted Intergranular Cracking”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer Verlag/ASM International, vol.45 (n°12), p5431-5441, (2014)
- [199] F. Sun et coll., “Microstructural evolution and features in gas turbine blades operated in-service”, *Journal of alloys and Compounds*, vol. 678, n°4, p728-733, (2015)
- [200] H.S. Ho et coll., “On the unified view of the contribution of plastic strain to cyclic crack initiation: Impact of the progressive transformation of shear bands to persistent slip bands”, *Acta Materiala*, vol. 85, p155-167, (2015)
- [201] F. C. Franck et W.T. Read Jr., “Multiplication Processes for slow Moving Dislocations”, *Physical Review*, vol. 79, p722-423, (1950)
- [202] P.A. Dubos, “Influence de la température et du trajet de chargement sur les transitions volume/surface des métaux cubiques à faces centrées”, Université de Caen Basse-Normandie, thèse de doctorat soutenue le 28 Octobre 2013
- [203] J.G. Sevillano, “Flow stress and work hardening”, *Materials Science and Technology*, vol. 21, p399-424 (1970)
- [204] P.N.B. Anongba, “Contribution à l'étude des stades de durcissement du cuivre”, Thèse de doctorat, École Polytechnique fédérale de Lausanne, (1989)
- [205] E. Aernoudt et coll., “Deformation and textures of metals at large strain”, *Material Science and Technology*, Ed. VCH Publishers Inc, (1993)
- [206] M.F. Ashby, “The Deformation of plastically non-homogeneous materials”, *Philosophical Magazine*, vol. 21, p399-424 (1970)
- [207] X. Feaugas et coll., “Effects of the grain size on the dislocation organization and internal stresses developed under tensile loading in fcc metals”, *Philosophical Magazine*, Ed. VCH Publishers Inc, (1993)
- [208] T.H. Courtney, “Mechanical behavior of materials”, 2nd Edition New York: McGraw-Hill, (1990)

3. Annexe C : Descriptions des équipements d'élaborations

3.1. Presse dynamique JUPITER

La presse JUPITER est une presse dynamique de très forte capacité qui permet la caractérisation des matériaux ou de structures dans la gamme de vitesses de déformation intermédiaires entre 5 et 500s⁻¹. Elle se décline en deux modes d'opérations en fonction de ces vitesses de déformations : l'un hydraulique pour les vitesses les plus faibles et l'autre pneumatique pour les plus grandes (Figure 227).

La version hydraulique développe un effort entre 5 et 180kdaN avec un temps de montée minimal de 10ms (JUH0009).

La version pneumatique permet d'imposer un chargement entre 5 et 220kdaN de type trapézoïdale où le temps de montée, l'effort maximum et son temps de maintien ainsi que le temps de décharge sont individuellement ajustable. Le temps de maintien minimal est de 3 ms, les temps maximums de maintien et de décharge sont de 3 s.

Les dimensions des échantillons ou des équipements à tester peuvent atteindre 1 m³ et son temps de montée à plein effort est ajustable en fonction des géométries et de la raideur des éprouvettes à tester ou de la résistance des structures à investiguer. Le temps minimal de montée est de 3 ms.

Ces essais permettent d'étudier la réponse des matériaux et structures face à des chargements rapides comme les crashes ou les explosions. Parmi les domaines d'application on compte : les études de propagation d'onde sismique, de crash automobile, de solutions d'amortissement ainsi que les essais de traction, compression, cisaillement à haute vitesse de déformation sur échantillons normalisés.

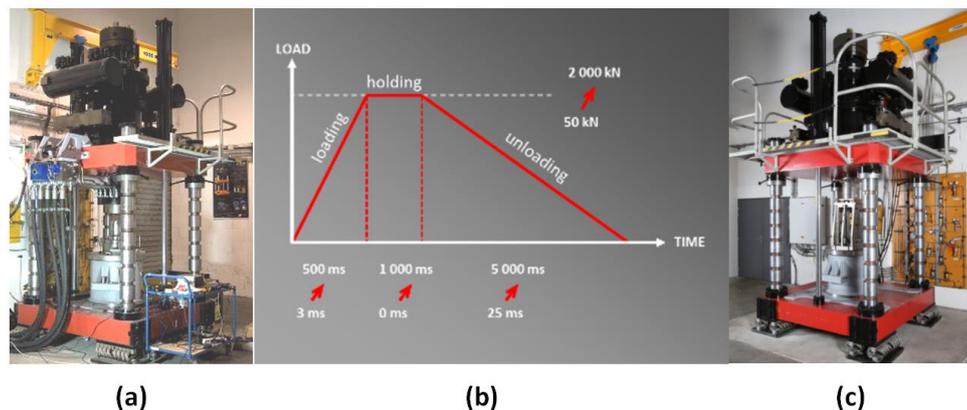


Figure 227 : Presse JUPITER en version hydraulique (a), cycle de chargement en version pneumatique (b) et Presse JUPITER en version pneumatique (c)

3.2. Lanceur pneumatique simple étage THOR

Le lanceur de laboratoire THOR est un lanceur à gaz simple étage (Figure 228). Différents diamètres sont proposés : Ø100 mm, Ø140 mm, Ø220 mm et Ø350mm. Ce lanceur présente la particularité de pouvoir réaliser différentes vitesses d'impact avec de nombreuses configurations d'impacteurs et de cibles.

Les performances de ce lanceur permettent d'obtenir une reproductibilité inférieure à 3%.

Ce lanceur est utilisé pour deux applications principales :

- La caractérisation des matériaux (impact de plaques, test de Taylor, traction dynamique, ...).
- La balistique terminale (impact de bille, impact de pneu, impact de glaçon, ...).



Figure 228 : Lanceur à gaz pneumatique simple étage THOR en version 140 mm

3.3. Système de mesure de vitesse de projectile VMS600

Le dispositif de mesure VMS600 qui est disposé à la bouche du lanceur THOR repose sur le principe de mesure chronométrique par occultation de barrière laser. Les photographies du lanceur THOR ainsi que du dispositif de mesure VMS600 disposé à proximité de la bouche du lanceur sont représentées sur la Figure 229-a.

Le dispositif de mesure VMS600 est constitué de 2 coffrets disposés de part et d'autre du tube de lancement. Ces coffrets sont des éléments passifs du dispositif. Ils sont constitués d'éléments optiques permettant de former 4 faisceaux laser parallèles dans le tube. Ces faisceaux lasers constituent les 4 barrières optiques qui seront occultées au passage du projectile.

La partie active du système est déportée dans un boîtier de contrôle/commande dont une photographie est représentée sur la Figure 229-b. Cette partie active est reliée aux deux coffrets par des fibres optiques de 10 m de longueur. Cela permet ainsi d'éloigner la partie passive de la partie active.



Figure 229 : Photographies du lanceur TITAN et du dispositif de mesure de vitesse de projectile VMS600

3.4. Système de mesure de mesure de vélocimétrie Hétérodyne

La Vélocimétrie Hétérodyne [Strand O.T. et coll., « *Velocimetry Using Heterodyne Techniques* » UCRL-CONF-206034, août 2004] est un système de mesure de vitesse reposant sur l'analyse de la variation de la longueur d'onde réfléchie d'une cible en mouvement par effet

Doppler. Le principe de ce dispositif consiste à faire interférer un faisceau laser (source monochromatique) de longueur d'onde λ_0 dirigé sur la surface de mesure avec le faisceau réfléchi par cette cible et qui est caractérisé par une longueur d'onde $\lambda(t)$ transportant l'information de décalage Doppler. La fréquence de battement $F(t)$ entre la longueur d'onde incidente et la longueur d'onde réfléchi est proportionnelle à la vitesse $u(t)$ de la surface visée par le biais de la relation :

$$u(t) = \frac{\lambda_0}{2} F(t)$$

où l'on a considéré que la mesure s'effectuait perpendiculairement à la surface de mesure.

Le dispositif de mesure mis en œuvre chez THIOT INGÉNIERIE utilise un laser infra-rouge ($\lambda_0=1.550\mu\text{m}$), un interféromètre fibré et un convertisseur opto-électronique caractérisé par une bande passante de 12.5GHz. Le signal électrique qui se présente sous la forme de frange d'interférence est enregistré au moyen d'un numériseur de bande passante 8 GHz et d'une profondeur mémoire de 32Mpoints.

Un système de fibre optique et de tête optique est utilisé pour le transport du faisceau laser entre l'interféromètre et la surface de mesure.

Ce dispositif de mesure est caractérisé par :

- Un temps de réponse de 1 ns,
- Une erreur sur la mesure inférieure à 1%,
- Une plage de mesure de vitesse comprise entre -2000m/s et +2000m/s.

La Figure 230 ci-dessous montre un exemple de signal obtenu et le diagramme de vitesse correspondant.

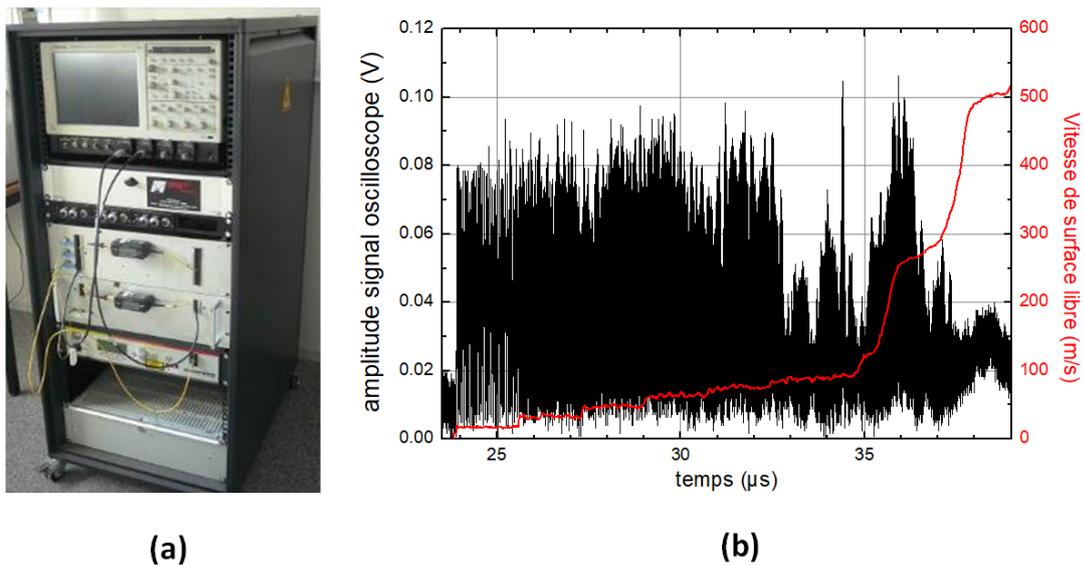


Figure 230 : Système de mesure de Vélocimétrie Hétérodyne (VH) Thiot Ingenierie (a) ; exemple de signal obtenu avant et après traitement (b)

4. Annexe D : Modèle analytique de décélération et méthode de détermination des paramètres des lois de comportement des essais DPD

Un modèle analytique a été développé pour pallier l'incapacité de mesurer directement l'effort transmis via l'échantillon dans la configuration d'impact direct. Le modèle repose sur la seconde loi de Newton qui stipule que la somme des efforts est égale à la masse multipliée par l'accélération. Dans le cadre de la configuration d'impact direct, la décélération du projectile est directement liée à sa masse et à l'effort exercé par l'échantillon lors de sa compression. Ce dernier, en assumant un projectile rigide ainsi que le non déplacement de la face arrière de l'échantillon (enclume fixe et rigide) et une déformation isochore et homogène de l'échantillon, augmente son diamètre au fur et à mesure de son écrasement en suivant sa courbe d'écoulement. Les deux dernières hypothèses vont surestimer les niveaux de contraintes et de déformation évalués par le modèle en négligeant la flexion élastique de l'impacteur ainsi que le déplacement relatif de l'enclume lié à la raideur et à l'inertie du système de maintien.

La méthode repose sur 5 étapes qu'il faut répéter jusqu'à ce que la vitesse du projectile soit négative ou nulle :

- 1) choisir un pas de temps (1 μ s par exemple),
- 2) comprimer l'échantillon avec la vitesse actuelle du projectile,
- 3) déterminer le nouveau diamètre de l'échantillon
- 4) déterminer l'effort exercé par l'échantillon à partir de la loi de comportement à déterminer (puissance, Ludwick, Cowper Symonds, Johnson Cook, ...),
- 5) mettre à jour la vitesse du projectile avec le nouvel effort.

Ce modèle permet donc à partir des mesures de vitesses enregistrées avec la VH soit de déterminer la courbe d'écoulement du matériau impacté soit de déterminer les coefficients d'une loi de comportement préétablie. Pour les simulations numériques, un modèle de type Johnson-Cook qui intègre la partie écoulement lié à la déformation plastique, les effets de vitesse et l'adoucissement thermique du matériau avec un coefficient de Taylor Quinney de conversion énergie mécanique en énergie thermique (cf Équation 6 du chapitre I, [61]).

La Figure 231 propose une illustration de l'influence des paramètres de la courbe d'écoulement sur la décélération du projectile déterminée avec le modèle analytique. Dans le cas présenté, c'est le set de paramètres #2 qui permet de reproduire au mieux la courbe de décélération mesurée lors de l'essai.

Les résultats de simulation obtenus sur un cuivre électrolytique recuit proposés sur la Figure 232 en vue large (a) et en un détail aux premiers instants (b). Ces graphiques montrent distinctement la très bonne adéquation entre la simulation et les mesures dynamiques effectuées lors de l'essai. La simulation reproduit fidèlement les différentes oscillations de vitesses mesurées par les deux têtes VH en termes de fréquence et d'amplitude.

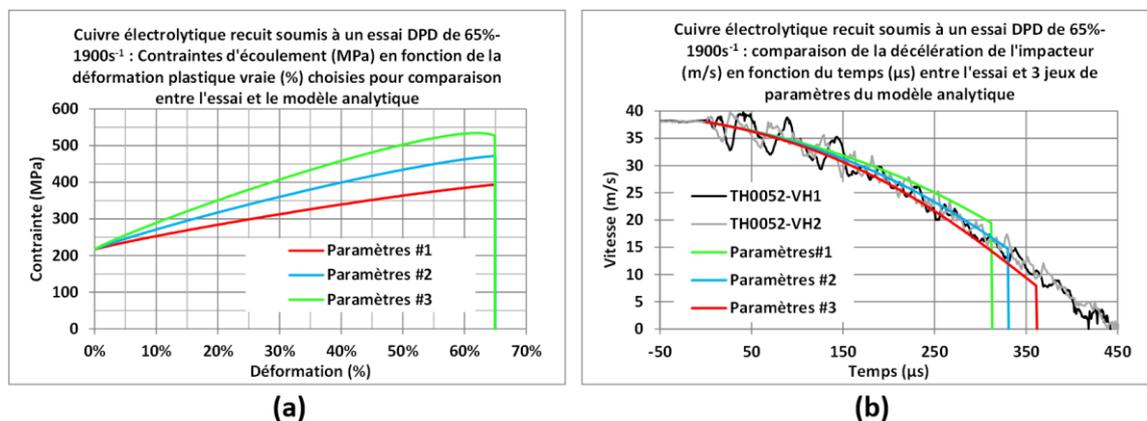


Figure 231 : Exemples d'évolutions de la décélération du projectile déterminées avec le modèle analytique avec la loi de Johnson-Cook [61] et trois jeux de paramètres différents (#1 à #3)

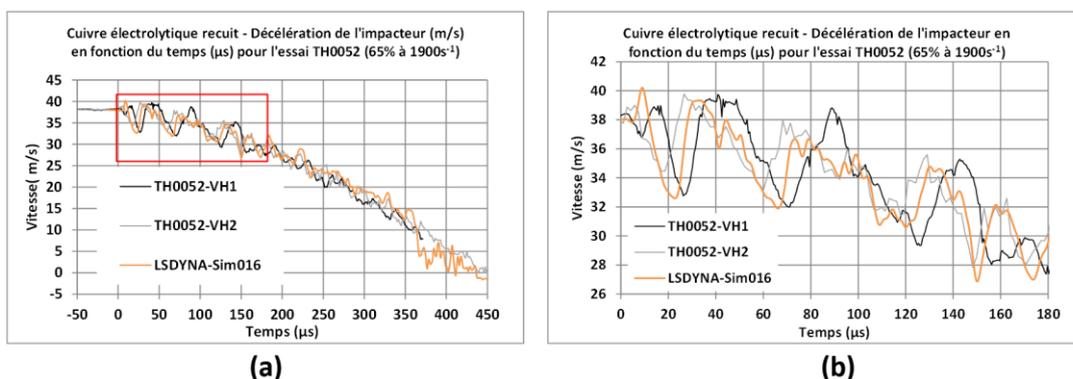


Figure 232 : Comparaison de la loi de type Johnson-Cook après recalage du set de paramètres avec le modèle analytique pour l'essai d'élaborations dynamique en impact direct TH0052 avec un cuivre électrolytique (vue large et détail au premiers instants)

L'ensemble des paramètres de la loi a ensuite été modifié pour qu'un jeu de paramètres unique fasse coïncider au mieux les courbes de décélération de l'impacteur du modèle analytique avec les courbes de décélération mesurée avec la VH de chaque essai simultanément. Les simulations LSDYNA ont ensuite été réalisées à partir de ces valeurs. Des exemples de recalage de la loi de Johnson-Cook et ses courbes associées sont donnés sur la Figure 233 ci-dessous pour les élaborations en impacts directs effectuées avec un cuivre électrolytique recuit.

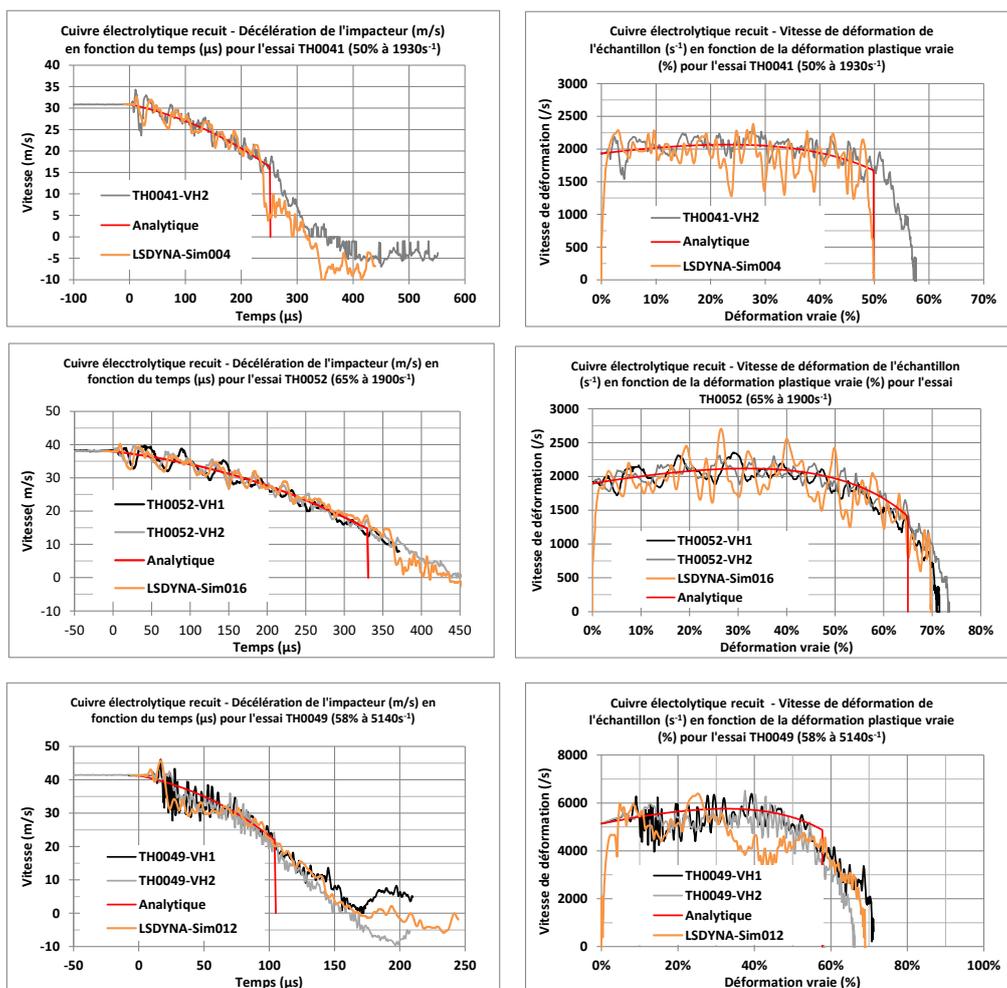


Figure 233 : Comparisons essai - modèle analytique – simulation après recalage du set de paramètres unique d'une loi de type Johnson-Cook pour trois essais d'élaborations dynamiques en impacts direct avec un cuivre électrolytique (essai #TH0041, TH0049, TH0052)

La Déformation Plastique Dynamique comme procédé monoétape d'élaboration pour l'optimisation des caractéristiques mécaniques des matériaux de structure : relations microstructure propriétés

Résumé :

Dans la famille des alliages de cuivre, le Cu – Be a longtemps été le matériau au compromis de performances conductivité électrique/résistance mécanique le plus élevé. Cependant, en raison de sa toxicité, l'utilisation du Béryllium est devenue contraignante. Des solutions de remplacement portent désormais sur d'autres nuances, de type Cu - Ti, Cu - Ni - Si ou encore Cu - Ni - Sn. Ces derniers n'ont cependant pas encore démontré pleinement leur équivalence.

Ainsi, les présents travaux de thèse, qui se sont déroulés dans le cadre du développement de nouvelles microstructures pour répondre aux besoins constants de matériaux performants en conditions hautes pressions fluides (liquide en quasi statique ou gazeux en dynamique), ont permis d'évaluer la capacité du procédé d'élaboration en régime dynamique à élaborer, en une seule étape, des microstructures nouvelles et optimisées, par impact direct à des vitesses de $2250\pm 50\text{s}^{-1}$ et $4250\pm 50\text{s}^{-1}$.

Les résultats obtenus permettent de dire que les premiers objectifs qui concernaient l'augmentation des propriétés mécaniques macroscopiques ont été atteints pour les deux alliages de l'étude, à savoir Cu - Be et Cu - Ni - Sn. En effet, des gains de ~28 et 23% par rapport aux états initiaux ont été obtenus sans recourir à des ajouts d'éléments d'addition rares, voire stratégiques pour lesquels le marché mondial est contraint (exemples : Ta, V, Nb ...). Mieux, l'alliage Cu - Ni - Sn qui est appelé à remplacer, pour l'application envisagée, l'alliage Cu - Be a montré de réels espoirs, quant à sa stabilité microstructurale.

Mots-clés :

Déformation Plastique Dynamique, Hautes Pressions, Cuivre – Béryllium, Cuivre – Nickel – Étain, Modélisation Numérique, Affinement de microstructure

Dynamic Plastic Deformation as a single-stage elaboration process for mechanical characteristics optimization applied to structural materials: microstructure - properties relationship

Abstract:

In the family of copper alloys, Cu - Be has long been the material with the highest compromise in electrical conductivity / mechanical strength performance. However, due to its toxicity, the use of beryllium has become restrictive. Replacement solutions now relate to other grades, such as Cu - Ti, Cu - Ni - Si or even Cu - Ni - Sn. However, these have not yet fully demonstrated their equivalence. Thus, the present thesis work, which took place within the framework of the development of new microstructures to meet the constant needs for high-performance materials in high fluid pressure conditions (liquid in quasi-static or gaseous in dynamics), made it possible to assess the ability of the dynamic development process to develop, in a single step, new and optimized microstructures, by direct impact at speeds of $2250\pm 50\text{s}^{-1}$ and $4250\pm 50\text{s}^{-1}$. The results obtained allow us to say that the first objectives which concerned the increase in macroscopic mechanical properties were achieved for the two alloys of the study, namely Cu - Be and Cu - Ni - Sn. In effect of the gains of ~28 and 23% by the initial states were obtained, without resorting to additions of rare addition elements, see strategic for which the world market is constrained (examples: Ta, V, Nb ...). Better still, the Cu - Ni - Sn alloy which is called upon to replace, for the envisaged application, the Cu - Be alloy has shown real hopes for its microstructural stability.

Keywords:

Dynamic Plastic Deformation, High Pressures, Copper – Beryllium, Copper – Nickel – Tin, Numerical Simulation, Microstructure refinement

Spécialité : SCIENCES DE L'INGÉNIEUR option SCIENCES DES MATÉRIAUX

Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux LSPM, CNRS-UPR 3407, 99 avenue J.B. Clément 93430 Villetaneuse

Dans le cadre de l'École Doctorale Galilée (ED146)