



**HAL**  
open science

# Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.

Eva Héripéré

## ► To cite this version:

Eva Héripéré. Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Polytechnique X, 2006. Français. NNT : . tel-00116358

**HAL Id: tel-00116358**

**<https://pastel.hal.science/tel-00116358>**

Submitted on 26 Nov 2006

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

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



THESE présentée pour l'obtention du grade  
de Docteur de l'École Polytechnique  
Discipline : Mécanique et Matériaux

Laboratoires d'accueil :

Laboratoire de Mécanique des Solides, Ecole Polytechnique, Palaiseau.

Département Mécanique du Solide et de l'Endommagement, ONERA, Châtillon.

---

**METHODE DE COUPLAGE MULTI-EHELLES ENTRE SIMULATIONS  
NUMERIQUES POLYCRISTALLINES ET MESURES DE CHAMPS POUR  
L'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LOIS DE COMPORTEMENT ET  
DE FISSURATION DES MATERIAUX METALLIQUES.**

APPLICATION A L'ETUDE DES ALLIAGES TiAl.

---

**Eva HERIPRE**

Soutenue le 18 septembre 2006 devant le jury composé de :

|                         |                         |
|-------------------------|-------------------------|
| M. Yves BRECHET,        | président               |
| M. Georges CAILLETAUD,  | rapporteur              |
| M. François HILD,       | rapporteur              |
| M. Thierry BRETHERAU,   | examineur               |
| M. Jérôme CREPIN,       | directeur de thèse      |
| M. Arjen ROOS,          | encadrant ONERA         |
| M. Jean-Louis CHABOCHE, | encadrant ONERA, invité |
| M. Jean-Yves GUEDOU,    | invité                  |



# Remerciements

Je tiens à remercier l'ensemble des membres du jury : Messieurs Georges Cailletaud et François Hild pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail, Messieurs Yves Bréchet, Thierry Bretheau et Jean-Yves Guédou pour avoir bien voulu participer au jury de thèse, sans oublier mes encadrants : Messieurs Jean-Louis Chaboche, Arjen Roos et Jérôme Crépin.

Mon arrivée jusqu'ici est loin d'être le fruit du hasard et de nombreuses personnes durant ces dernières années m'ont, volontairement ou non, guidée dans cette voie. J'aimerais profiter de cette page pour les remercier, sans toutes les citer bien sûr, car je risque d'oublier... Parmi ces personnes, il y a l'ensemble de mes professeurs qui m'ont fait confiance et ont su m'apporter les bases nécessaires pour cette belle étude de la micromécanique, ceux de Poly Montréal, ceux de l'EPF et plus récemment ceux du DEA Mécanique et Matériaux.

Je remercie l'ensemble de l'équipe du SRMA au CEA, laboratoire dans lequel j'ai pu goûter aux joies de la mécanique des matériaux durant mon projet de fin d'études d'ingénieur. Merci Lucien, Quentin et Maxime de m'avoir encadrée et su me guider pour la suite de cette aventure... Je n'oublie pas non plus tous les autres : Pierre, Valérie, Christian, Bernard, Laurence, Jacky, Christelle, Véronique, Yvan, Blaise, ... Merci à vous d'être venus (pour ceux qui le pouvaient...) m'encourager lors de ce 18 septembre !

Me voilà ensuite arrivée à l'époque du DEA qui m'a amenée à rencontrer lors d'un projet pratique en laboratoire l'équipe de micromécanique du LMS. Merci à mes encadrants Lionel, Thierry et Jérôme de m'avoir donnée le goût et l'envie de poursuivre sur cette problématique.

Me voilà enfin arrivée au cœur du sujet... la thèse ! Quelle aventure.. Deux laboratoires, trois encadrants, quatre stagiaires... plutôt cinq... un élève puis onze puis treize... Que du bonheur !

Un énorme merci à tous ! Aux directeurs des deux laboratoires qui m'ont accueillie : M. Halphen, directeur du LMS et M. Geoffroy, directeur du DMSE. Merci à toute l'ex-équipe microméca du LMS : André, Michel, Véronique, Graciela, Emmanuelle qui, à un moment ou un autre, m'ont conseillée, aidée sur un problème particulier. Un très grand merci à Daniel, toujours de bonne humeur, toujours disponible, roi du MEB et des bonnes idées ;-). Merci à William et Vincent pour leur aide lors des essais mécaniques. Merci aussi à tous les membres de l'unité LCME : Nicolas, Frédéric L., Franck, Serge, Daniel, Vincent, Pascale, Frédéric F., Jean-François et Yves.

Je remercie toutes les secrétaires Alexandra, Christiane, Diep, Brigitte, Marie-Line et Dominique toujours très souriantes... et toujours prêtes à nous aider dans toutes ces difficultés administratives.

Merci à l'ensemble des thésards et post-docs anciens (Fréd, Kamal, Nicolas B., Aude, Vincent M., Alex, Saber, Gilles, Vincent B., Yann), bientôt anciens (Xavier, Arnaud, Ma-

rie, Didier, Norbert, Jean-Luc et Yannis) ainsi que tous ceux qui restent (Nicolas, Michel, José, Jean-Didier, Myriam et FX). Bon courage à vous! Une petite pensée également pour ceux qui commencent : Anaïs, Aurélien, Lionel et Franck...

Je voudrais remercier particulièrement Mme Auclair, de l'EPF, qui m'a donnée l'occasion d'enseigner la Résistance des Matériaux... Une très belle expérience, merci!

Je n'oublie pas toutes les personnes qui m'ont chaleureusement accueillie à Leoben : Thomas S., Thomas A., Prof. Fischer, Prof. Clemens, Brijesh, ... et bien entendu mes collocataires : Shahrzad, Filiz et Harald avec qui j'ai passé des moments inoubliables. Merci également aux responsables du KMM-NoE qui m'ont permis de faire cet échange très enrichissant.

Un merci tout particulier à Ingrid Serre, qui m'a accueillie au LMPGM de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, pour son aide concernant les mesures AFM. Merci aussi à l'équipe du DMMP et surtout Marc Thomas et Jean Louis Raviart pour leur aide précieuse sur la métallurgie des TiAl.

Un grand merci à tous mes stagiaires, ceux de PPL : Myriam, Hadrien et Bekir ainsi que Philippe qui a pu participer à la réalisation des essais mécaniques et Luc qui nous a donné un bon coup de main dans la création du programme de simulations de microstructures... J'espère ne pas vous avoir (trop) traumatisés;-) et que vous garderez un bon souvenir de ce passage au LMS.

Je remercie particulièrement mes deux collocataires de bureau : Myriam, à l'ONERA et Marie, au LMS. Les journées avec vous étaient toujours bien agréables et passaient très (trop) vite!!

J'ai gardé les meilleurs pour la fin ... Mes encadrants! Merci à Jean-Louis, que j'ai le moins sollicité de tous, sûrement à tort, mais avec qui les discussions étaient toujours porteuses de tellement d'idées et de clarifications... Un ENORME merci à Arjen et Jérôme, encadrants de choc. Vous étiez vraiment complémentaires d'un point de vue scientifique, ce qui était pour moi très enrichissant, et vous étiez en même temps tellement sympathiques. Je crois que je n'aurais pas pu trouver meilleurs encadrants...

Je tiens à remercier enfin Cédric qui a fait (et fait toujours...) preuve de beaucoup de patience et d'amour et qui a su me soutenir tout au long de ces trois années. Merci aussi à Bénédicte avec qui j'ai passé des moments de détente indispensables aux quatre coins du monde.. Merci à mes parents et mes grands-parents ainsi qu'à Geoffrey, Guillaume et Elise qui m'ont toujours fait confiance.

# Table des matières

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>Introduction</b>   | <b>17</b> |
| <b>2</b> | <b>Matériaux</b>  | <b>23</b> |
| 2.1      | Bibliographie . . . . .   | 23        |
| 2.1.1    | Phases et microstructures . . . . .   | 24        |
| 2.1.2    | Influence du mode d'élaboration sur la microstructure . . . . .                     | 26        |
| 2.1.3    | Influence de la composition chimique sur la microstructure . . . . .                | 29        |
| 2.1.4    | Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques . . . . .              | 31        |
| 2.1.5    | Applications industrielles . . . . .  | 33        |
| 2.2      | Présentation des matériaux de l'étude . . . . .                                     | 34        |
| 2.2.1    | Elaboration des matériaux de l'étude . . . . .                                      | 34        |
| 2.2.2    | Analyse morphologique . . . . .   | 37        |
| 2.2.3    | Analyse cristallographique . . . . .  | 37        |
| 2.2.4    | Récapitulatif des propriétés microstructurales . . . . .                            | 41        |
| 2.2.5    | Représentativité des zones étudiées . . . . .                                       | 43        |
| 2.3      | Simulations de microstructures . . . . .  | 44        |
| 2.3.1    | Simulations bi-dimensionnelles . . . . .  | 44        |
| 2.3.2    | Simulations tri-dimensionnelles . . . . .   | 47        |
| <b>3</b> | <b>Méthodologie du couplage expériences / calculs numériques</b>                    | <b>59</b> |
| 3.1      | Préparation de la surface et analyse de la microstructure . . . . .                 | 60        |
| 3.1.1    | Préparation de la surface de l'échantillon . . . . .                                | 60        |
| 3.1.2    | Analyse cristallographique . . . . .  | 61        |
| 3.1.3    | Création du contraste local pour la corrélation d'images . . . . .                  | 66        |
| 3.2      | Essai mécanique et mesures de champs . . . . .                                      | 67        |
| 3.2.1    | Essai mécanique . . . . .   | 67        |
| 3.2.2    | Mesure des champs de déformation . . . . .  | 68        |
| 3.2.3    | Superposition Microstructure/Champs de déformation . . . . .                        | 76        |
| 3.3      | Calcul par éléments finis et comparaison avec les résultats expérimentaux . . . . . | 77        |
| 3.3.1    | Création du maillage . . . . .  | 77        |
| 3.3.2    | Loi de comportement et conditions aux limites . . . . .                             | 80        |
| 3.3.3    | Comparaison calculs/essais . . . . .  | 81        |
| 3.4      | Récapitulatif des incertitudes associées à chaque étape du couplage . . . . .       | 81        |
| 3.4.1    | Incertainces expérimentales . . . . .   | 81        |
| 3.4.2    | Incertainces numériques . . . . .   | 82        |
| 3.4.3    | Incertainces dans la comparaison expériences / calculs . . . . .                    | 83        |
| 3.4.4    | Choix de la méthodologie la plus appropriée . . . . .                               | 85        |

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| <b>4</b> | <b>Etude de la plasticité - Etude bibliographique et expérimentale</b>                 | <b>89</b>  |
| 4.1      | Bibliographie . . . . .  | 89         |
| 4.1.1    | Travaux expérimentaux . . . . .  | 90         |
| 4.1.2    | Travaux numériques, calculs polycristallins . . . . .                                  | 96         |
| 4.1.3    | Couplages expériences / Simulations numériques . . . . .                               | 99         |
| 4.2      | Travaux expérimentaux . . . . .  | 101        |
| 4.2.1    | Préparation des éprouvettes . . . . .  | 101        |
| 4.2.2    | Dispositif expérimental . . . . .  | 102        |
| 4.2.3    | Résultats d'essais - Echelle macroscopique . . . . .                                   | 104        |
| 4.2.4    | Résultats d'essais - Echelle mésoscopique . . . . .                                    | 110        |
| 4.2.5    | Résultats d'essais - Echelle microscopique . . . . .                                   | 113        |
| 4.2.6    | Analyse des résultats . . . . .  | 124        |
| <b>5</b> | <b>Etude de la plasticité - Etude numérique</b>  | <b>131</b> |
| 5.1      | Modélisation par éléments finis . . . . .  | 131        |
| 5.1.1    | Maillage . . . . .   | 131        |
| 5.1.2    | Loi de comportement . . . . .  | 132        |
| 5.1.3    | Conditions aux limites . . . . .   | 135        |
| 5.2      | Analyse d'un agrégat polycristallin . . . . .  | 135        |
| 5.2.1    | Choix du maillage . . . . .  | 136        |
| 5.2.2    | Influence de la microstructure située sous la surface . . . . .                        | 141        |
| 5.2.3    | Influence des conditions aux limites . . . . .   | 143        |
| 5.2.4    | Effet de l'épaisseur du maillage sur les résultats . . . . .                           | 153        |
| 5.3      | Application aux alliages TiAl . . . . .  | 156        |
| 5.4      | Identification des paramètres de la loi de comportement . . . . .                      | 159        |
| 5.4.1    | Mise en place de la procédure d'identification . . . . .                               | 159        |
| 5.4.2    | Validation sur un cas simple . . . . .   | 164        |
| 5.4.3    | Analyse des résultats . . . . .  | 166        |
| 5.5      | Etude des limites de ce couplage . . . . .   | 167        |
| 5.5.1    | Limites numériques . . . . .   | 167        |
| 5.5.2    | Limites expérimentales . . . . .   | 169        |
| <b>6</b> | <b>Application de la méthodologie à l'étude de la fissuration</b>                      | <b>175</b> |
| 6.1      | Bibliographie . . . . .  | 175        |
| 6.1.1    | Influence de la microstructure sur l'amorçage et la propagation des fissures . . . . . | 175        |
| 6.1.2    | Simulations numériques par éléments finis . . . . .                                    | 181        |
| 6.1.3    | Couplage expériences / calculs par éléments finis et identification . . . . .          | 184        |
| 6.2      | Travaux expérimentaux . . . . .  | 185        |
| 6.2.1    | Dispositif expérimental . . . . .  | 185        |
| 6.2.2    | Résultats d'essais et analyse . . . . .  | 187        |
| 6.2.3    | Essai mécanique sur éprouvette à gros grains lamellaires . . . . .                     | 195        |
| 6.2.4    | Analyse des résultats . . . . .  | 198        |
| 6.3      | Modélisation par éléments finis . . . . .  | 199        |
| 6.3.1    | Maillage . . . . .   | 199        |
| 6.3.2    | Loi de comportement . . . . .  | 200        |
| 6.3.3    | Résultats des calculs sur microstructure lamellaire . . . . .                          | 201        |

|          |                                    |            |
|----------|------------------------------------|------------|
| 6.4      | Analyse des résultats . . . . .    | 208        |
| <b>7</b> | <b>Conclusions et perspectives</b> | <b>215</b> |
| 7.1      | Conclusions . . . . .              | 215        |
| 7.2      | Perspectives . . . . .             | 219        |



# Table des figures

|      |   |    |
|------|---|----|
| 2.1  | Diagramme de phases TiAl. . . . .   | 25 |
| 2.2  | Phase $\gamma$ -TiAl, structure $L1_0$ . . . . .  | 26 |
| 2.3  | Phase $\alpha_2$ -Ti <sub>3</sub> Al, structure DO <sub>19</sub> . . . . .  | 26 |
| 2.4  | Maille cristallographique de la phase B2 . . . . .  | 26 |
| 2.5  | Quatre types de microstructures caractéristiques des aluminures de titane (ici de composition chimique Ti-48Al-2Cr-2Nb). . . . .  | 27 |
| 2.6  | Représentation des variants d'orientation de la phase $\gamma$ dans un grain lamellaire. . . . .  | 28 |
| 2.7  | Effet des éléments d'addition sur le diagramme de phase. . . . .  | 30 |
| 2.8  | Site substitutionnel préférentiel des atomes en solution solide dans les alliages TiAl - les valeurs positives de l'axe des ordonnées indiquent une préférence pour les sites d'aluminium, et les valeurs négatives une préférence pour les sites des atomes de titane. . . . . | 30 |
| 2.9  | Influence de la microstructure sur le comportement mécanique des alliages TiAl. . . . .   | 32 |
| 2.10 | Coupe schématique d'un turboréacteur et températures associées aux différents composants. . . . .   | 34 |
| 2.11 | Exemples d'applications des aluminures de titane dans les industries aéronautique et automobile. . . . .  | 35 |
| 2.12 | Microstructures des quatre matériaux de l'étude représentées par la superposition des orientations cristallographiques de la maille $\gamma$ , obtenues par analyse EBSD, avec le contraste de bande, indice de qualité des clichés de Kikuchi. . . . .                         | 36 |
| 2.13 | Cartographie EBSD d'une zone de 1 mm <sup>2</sup> de l'alliage 48MdP (superposition contraste de bandes - angles d'Euler de la phase $\gamma$ ). . . . .  | 38 |
| 2.14 | Image, en contraste de bandes obtenue par EBSD, d'une zone de 1 mm <sup>2</sup> de l'alliage 48F - Rayon du lingot parallèle à l'horizontale. . . . .   | 39 |
| 2.15 | Figures de pôles de l'alliage 47F-entièrement lamellaire. . . . .   | 40 |
| 2.16 | Figures de pôles des alliages (a) 48 MdP et (b) 47 MdP quasi monophasé $\gamma$ . . . . .   | 41 |
| 2.17 | Statistiques des désorientations cristallographiques des microstructures de 47MdP, 48MdP et 48F. . . . .  | 41 |
| 2.18 | Distribution de la taille de grains dans les microstructures 47MdP, 48F et 48MdP. . . . .   | 42 |
| 2.19 | Micrographie MEB prise en électrons rétrodiffusés d'une zone d'un alliage 47F présentant un grain lamellaire. . . . .   | 43 |

|      |   |    |
|------|---|----|
| 2.20 | Génération de microstructures par la technique de décomposition de Voronoï. Application aux microstructures quasi monophasées $\gamma$ des alliages TiAl.   | 45 |
| 2.21 | Génération de microstructures par une variante de la décomposition de Voronoï. Application aux microstructures quasi monophasées $\gamma$ des alliages TiAl.  | 46 |
| 2.22 | Superposition des joints de grains de la microstructure simulée avec la cartographie réelle EBSD.   | 47 |
| 2.23 | Différentes étapes de la création d'une microstructure sous une surface connue expérimentalement.   | 49 |
| 2.24 | Distribution des surfaces de grains pour différentes coupes effectuées parallèlement à la surface ( $z=0$ ) observée expérimentalement.   | 50 |
| 3.1  | Image en électrons retrodiffusés de plots d'or (deux grains lamellaires).   | 61 |
| 3.2  | Interaction entre les électrons et la matière - Poire d'émission.   | 61 |
| 3.3  | Cartographie EBSD d'une surface de $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ .   | 62 |
| 3.4  | Légende des cartographies EBSD.   | 63 |
| 3.5  | (a) Diagramme de Kikuchi associé à une orientation cristalline de la maille $\gamma$ et (b) indexation de celui-ci.   | 63 |
| 3.6  | Différentes étapes dans le processus de traitement des résultats EBSD, illustrées ici par le matériau 48F à microstructure de type Duplex.  | 64 |
| 3.7  | Repérage d'un grain au contour mal défini sur une cartographie EBSD.  | 65 |
| 3.8  | Traitement des désorientations de $90^\circ$ .  | 66 |
| 3.9  | Schémas d'intégration possibles.  | 70 |
| 3.10 | Noeuds d'un élément dans l'espace de référence et dans l'espace réel.   | 71 |
| 3.11 | Emplacement des points d'intégration pour deux types d'éléments.  | 72 |
| 3.12 | Corrélation sur deux images d'une même zone non déformée.   | 73 |
| 3.13 | Corrélation d'images numériques à l'échelle mésoscopique.   | 74 |
| 3.14 | Influence de la taille du domaine de corrélation sur l'erreur de mesure.  | 75 |
| 3.15 | Erreur lors d'un changement de direction de balayage.   | 76 |
| 3.16 | Superposition champ de déformation / microstructure.  | 78 |
| 3.17 | Erreur sur le déplacement (en pixels) dans le cas d'une hypothèse de déformation homogène entre deux images correspondant au même état mécanique, mais prises avec des directions de balayage désorientées de $90^\circ$ l'une par rapport à l'autre. | 79 |
| 3.18 | Effet sur le champ de déplacement, d'une erreur de $90^\circ$ sur l'orientation cristalline de la maille $\gamma$ . Cas 1: désorientation de la macule de gauche.   | 84 |
| 3.19 | Effet sur le champ de déplacement d'une erreur de $90^\circ$ sur l'orientation cristalline de la maille $\gamma$ . Cas 2: désorientation de la macule de droite.  | 85 |
| 4.1  | Principaux mécanismes de déformation à température ambiante des phases (a) $\gamma$ et (b) $\alpha_2$ .   | 90 |
| 4.2  | Schématisme des courbes de comportement en traction à température ambiante des alliages monophasés $\gamma$ .   | 92 |
| 4.3  | Dépendance du comportement macroscopique des cristaux PST à l'orientation des lamelles en fonction de la direction de sollicitation (a) Variation de la limite élastique et (b) Variation de la ductilité.  | 94 |
| 4.4  | Modes de déformation des cristaux PST: (a) longitudinal (b) mixte et (c) transversal.   | 95 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.5  | Courbes de comportement de cristaux PST en compression pour différentes orientations des lamelles - Comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats numériques obtenus en considérant deux types de VER. . . . .   | 99  |
| 4.6  | Photographie des éprouvettes de traction et compression. . . . .  | 102 |
| 4.7  | (a) Photographie d'un mouchetis effectué sur une éprouvette de compression (unités : mm) et (b) histogramme de niveaux de gris associé. . . . .   | 102 |
| 4.8  | Photographies du dispositif expérimental pour les essais de compression. . . . .  | 103 |
| 4.9  | Marqueurs pour l'acquisition des déformations macroscopiques. . . . .   | 104 |
| 4.10 | Correction de la courbe $\sigma$ - $\varepsilon$ lors de la rotation de l'échantillon. . . . .  | 105 |
| 4.11 | Comparaison des courbes de comportement des 4 alliages. . . . .   | 105 |
| 4.12 | Schéma de principe de la détection d'émission acoustique. . . . .   | 107 |
| 4.13 | Paramètres caractéristiques d'une salve d'émission acoustique . . . . .   | 107 |
| 4.14 | Relation courbe macroscopique / émission acoustique. . . . .  | 108 |
| 4.15 | Relation énergie / fréquence des signaux d'émission acoustique. . . . .   | 109 |
| 4.16 | Microstructure associée à la zone étudiée en figure 4.17 - Contraste de bandes, EBSD. . . . .   | 110 |
| 4.17 | Essai de compression sous MEB - Visualisation de l'état d'endommagement au cours de l'essai sur la nuance 48F. . . . .  | 111 |
| 4.18 | Corrélation d'images sur mouchetis - 47 Fonderie. . . . .   | 112 |
| 4.19 | Champs de déformation équivalente mésoscopiques des quatre microstructures pour une déformation moyenne en compression de 3 %. Incertitude associée à la mesure : 0,2 % . . . . .   | 112 |
| 4.20 | Histogrammes de la distribution des déformations équivalentes calculées à l'échelle mésoscopique. . . . .   | 113 |
| 4.21 | Distribution de la déformation équivalente mesurée à l'échelle de la microstructure . . . . .   | 114 |
| 4.22 | Distribution de la déformation longitudinale mesurée à l'échelle de la microstructure. . . . .  | 115 |
| 4.23 | Distribution de la déformation transverse mesurée à l'échelle de la microstructure . . . . .  | 115 |
| 4.24 | Distribution de la déformation longitudinale mesurée à l'échelle de la microstructure . . . . .   | 116 |
| 4.25 | Champs des déformations équivalentes (en %) à l'échelle microscopique pour l'alliage 47F après décharge obtenus avec les schémas d'intégration (c) 1 et (d) 3 pour la microstructure représentée par (a) EBSD et (b) micrographie prise en électrons rétrodiffusés. . . . . | 117 |
| 4.26 | Champ des déformations équivalentes (en %) de l'alliage 47F (schéma d'intégration 2) et comparaison avec la direction de cisaillement maximal (trait noir). . . . .   | 118 |
| 4.27 | Variation des déformations transverses (en %) suivant une coupe perpendiculaire à la direction des lamelles . . . . .   | 118 |
| 4.28 | Champs des déformations équivalentes (en %) à l'échelle microscopique pour l'alliage 48F et superposition avec la microstructure. . . . .   | 119 |
| 4.29 | Champ de déformations équivalentes (en %) microscopiques obtenu pour l'alliage 48F et superposition avec la microstructure. . . . .   | 120 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 4.30 | Courbes macroscopiques obtenues pour deux éprouvettes de 48F avec deux directions de prélèvement différentes donnant une orientation des lamelles de $0^\circ$ et $90^\circ$ par rapport à l'axe de compression. . . . . | 121 |
| 4.31 | Champs de déformation (en %) associés à la microstructure 47MdP et superposition avec la carte de localisation de la phase $\alpha_2$ . . . . .  | 122 |
| 4.32 | Champs de déformation de la microstructure 48M et superposition avec la microstructure. . . . .  | 123 |
| 4.33 | Champs de déformation équivalente (%) sur le matériau 48M - Base de mesure: $50 \mu\text{m}$ . . . . .   | 124 |
| 5.1  | Schématisation de la méthode d'homogénéisation pour le calcul du comportement moyen des grains lamellaires. . . . .  | 134 |
| 5.2  | Un des trois systèmes de glissement prismatiques d'une maille hexagonale compacte. . . . .   | 136 |
| 5.3  | Maillage 1 (de référence) et champ de déformation $\varepsilon_{22}$ associé. . . . .  | 137 |
| 5.4  | Comparaison du maillage 2 avec le maillage 1. . . . .  | 138 |
| 5.5  | Comparaison du maillage 3 avec le maillage 1. . . . .  | 139 |
| 5.6  | Comparaison du maillage 4 avec le maillage 1. . . . .  | 140 |
| 5.7  | Comparaison de la distribution des déformation pour les quatre types de maillage. . . . .  | 140 |
| 5.8  | Texture cristallographique des trois microstructures fictives de l'étude, obtenues par le programme <i>Micro3D</i> . . . . .   | 142 |
| 5.9  | Comportement macroscopique des trois microstructures . . . . .   | 143 |
| 5.10 | Distribution des déformations de surface des trois microstructures. . . . .  | 143 |
| 5.11 | Influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques - Essai sur microstructure à maille HCP - 397953 ddl. . . . .   | 144 |
| 5.12 | Découpe du maillage 3D pour l'étude de l'influence des conditions aux limites. . . . .   | 145 |
| 5.13 | Etude de l'influence des conditions aux limites pour un maillage à épaisseur fine. . . . .   | 146 |
| 5.14 | Conditions aux limites expérimentales testées sur le deuxième calcul 3D. . . . .   | 147 |
| 5.15 | Illustration de la discrétisation des points de mesure. . . . .  | 147 |
| 5.16 | Influence de l'évolution des déplacements $u_1$ sur les résultats macroscopiques - Cas 1, 2, 3 sur maillage extrudé (15 éléments dans l'épaisseur). . . . .  | 149 |
| 5.17 | Evolution <i>réelle</i> de la composante $u_1$ des déplacements du bord droit du maillage de référence (trait pointillé noir : moyenne des déplacements). . . . .  | 150 |
| 5.18 | Déplacements moyens $u_1$ sur le bord droit du maillage lors de l'application de l'évolution correspondant aux cas 4, 5 et 6. . . . .  | 151 |
| 5.19 | Influence de l'évolution de la composante $u_1$ des déplacements sur les résultats macroscopiques - Cas 4, 5, 6 sur maillage fine couche. . . . .  | 151 |
| 5.20 | Déplacements moyens sur le bord droit du maillage lors de l'application de l'évolution correspondant aux cas 7 et 8. . . . .   | 152 |
| 5.21 | Influence de l'évolution de la composante $u_1$ des déplacements sur les résultats macroscopiques - Cas 7, 8 sur maillage extrudé (15 éléments dans l'épaisseur). . . . .  | 153 |
| 5.22 | Effet de l'épaisseur du maillage sur les résultats macroscopiques. . . . .   | 154 |
| 5.23 | Influence de l'épaisseur du maillage sur les champs de déformation surfaciques. . . . .  | 155 |
| 5.24 | Influence de l'épaisseur du maillage sur l'erreur sur les déformations locales. . . . .  | 156 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 5.25 | Influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques - Essai sur microstructure de TiAl - 397953 ddl. . . . .  | 157 |
| 5.26 | Influence de la microstructure sous la surface sur l'activation des différents systèmes de glissement de l'alliage TiAl - 397953 ddl. . . . .  | 158 |
| 5.27 | Comparaison des valeurs moyennes obtenues pour deux calculs sur agrégats de TiAl. . . . .  | 158 |
| 5.28 | Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déplacements et la courbe macroscopique pour une sollicitation imposée maximale de 0,2 %. . . . .  | 163 |
| 5.29 | Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déplacements et la courbe macroscopique pour une sollicitation jusqu'à un taux de déformation égal à 5 %. . . . .  | 164 |
| 5.30 | Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déformations et la courbe macroscopique. . . . .   | 165 |
| 5.31 | Variation de la fonction coût lors d'une identification à partir d'un maillage 2D extrudé. . . . .   | 166 |
| 5.32 | Variation des paramètres de l'erreur en fonction de la valeur des paramètres $R_0$ et $H$ . . . . .  | 166 |
| 5.33 | Influence de l'évolution des conditions aux limites sur l'erreur sur les déformations locales . . . . .  | 169 |
| 5.34 | Maillage de dimension $100 \times 100 \times 50$ éléments - 1000 grains - calcul parallèle. . . . .  | 170 |
| 5.35 | Déformations longitudinales dans le cas de calcul de microstructures 2D extrudées de 15 éléments avec application des conditions aux limites <i>réelles</i> et évolution temporelle telle qu'obtenue par le calcul 3D associé. . . . . | 171 |
| 5.36 | Déformations longitudinales $\varepsilon_{22}$ en surface de la microstructure . . . . .   | 172 |
| 6.1  | Schéma du scénario d'initiation des fissures dans les grains lamellaires selon Stroh (1955) repris par Zheng. . . . .  | 176 |
| 6.2  | (a) Initiation d'une microfissure aux joints de grains $\gamma$ - $\gamma$ . (b) Géométrie d'un joint de grain avec $\theta$ l'angle de désorientation par rapport à la direction de traction. . . . .                                 | 177 |
| 6.3  | Schématisation des paramètres utilisés par Chan. . . . .   | 179 |
| 6.4  | Variation de la ténacité en fonction de la taille des colonies lamellaires. Vérification du modèle de Chan. . . . .  | 179 |
| 6.5  | Modèle de zone cohésive pour l'étude du clivage des grains monophasés $\gamma$ et $\alpha_2$ basé sur des notions de cristallographie. . . . .   | 180 |
| 6.6  | Quatre exemples de lois d'interface possibles. . . . .   | 182 |
| 6.7  | Représentation d'une interface entre colonies lamellaires (a) observée expérimentalement (b) telle que décrite par le modèle. . . . .  | 183 |
| 6.8  | Schéma des éprouvettes de flexion utilisées, dimensions en mm. . . . .   | 185 |
| 6.9  | Maillage de l'éprouvette de flexion et résultats du calcul élastique. . . . .  | 186 |
| 6.10 | Amorçage des fissures. . . . .   | 187 |
| 6.11 | Superposition EBSD/Fissure/Champ de déformation juste avant initiation de la fissure pour la microstructure 47F. . . . .   | 188 |
| 6.12 | Plasticité en avant du front de fissure - $\varepsilon_{eq}$ - Base de mesure: 8 $\mu\text{m}$ . . . . .   | 189 |
| 6.13 | Mesure de champs de déformation ( $\varepsilon_{11}$ , %) sur une éprouvette 48F juste avant initiation de la fissure (base de mesure: 8 $\mu\text{m}$ ) - <i>Essai 1</i> . . . . .  | 189 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 6.14 | Mesure de champs de déformation ( $\epsilon_{11}$ , %) sur éprouvette 48F en avant du front de fissure (base de mesure: $4 \mu\text{m}$ ) - <i>Essai 2</i> . . . . .                          | 190 |
| 6.15 | Superposition de la fissure à la microstructure pour les essais 1 et 2. . . . .   | 191 |
| 6.16 | Calcul du paramètre de Bieler pour la microstructure de l' <i>essai 1</i> . . . . .   | 192 |
| 6.17 | Analyse de la propagation dans les grains 2 et 7 - Images MEB, électrons secondaires. (Les pointillés représentent les joints de macles) . . . . .  | 192 |
| 6.18 | Visualisation du chemin emprunté par une fissure dans une microstructure 47MdP. . . . .   | 193 |
| 6.19 | Visualisation du champ de déformation équivalente (en %) en avant de l'entaille juste avant initiation de la fissure puis rupture de l'éprouvette - base de mesure: $2 \mu\text{m}$ . . . . . | 194 |
| 6.20 | Visualisation du chemin emprunté par une fissure dans une microstructure 48 MdP. . . . .  | 195 |
| 6.21 | Courbe macroscopique associée à l'essai de flexion 4 points sur l'éprouvette à gros grains lamellaires. . . . .   | 196 |
| 6.22 | Déformations de von Mises obtenues pour 5 étapes du chargement de l'essai de flexion 4 points. . . . .  | 197 |
| 6.23 | (a) Surface de l'éprouvette avant et en cours d'essai (b) Evolution de la fissuration sur la face opposée. . . . .  | 198 |
| 6.24 | Facies de rupture de l'éprouvette. . . . .  | 199 |
| 6.25 | Paramètres décrivant l'orientation des lamelles par rapport à la fissure. . . . .   | 200 |
| 6.26 | Cas de ténacités différentes entre plans adjacents. . . . .   | 201 |
| 6.27 | Calculs par éléments finis de la propagation des fissures au sein d'une colonie de lamelles orientées parallèlement à l'axe de sollicitation. . . . .   | 202 |
| 6.28 | Propagation d'une fissure d'un grain lamellaire à un autre. . . . .   | 203 |
| 6.29 | Maillage 3D d'un cristal PST avec entaille. . . . .   | 204 |
| 6.30 | Résultats macroscopiques des essais de fissuration avec différentes lois de comportement de la <i>matrice</i> . . . . .   | 205 |
| 6.31 | Champs (a) d'endommagement et (b) de déformations dans la direction de traction obtenus par le calcul en élasticité isotrope. . . . .   | 205 |
| 6.32 | Champs (a) d'endommagement et (b) de déformation dans la direction de traction obtenus par les calculs en élasticité anisotrope. . . . .  | 206 |
| 6.33 | Champs (a) d'endommagement, (b) de déformations dans la direction de traction et (c) de plasticité obtenus par le calcul plastique cristallin. . . . .  | 207 |
| 6.34 | Influence de la plasticité cristalline en fonction des paramètres de la loi de zone cohésive. . . . .   | 207 |
| 6.35 | Activité des différents systèmes de glissement au sein des lamelles d'un PST. . . . .   | 208 |

# Liste des tableaux

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 2.1  | Influence des éléments d'addition sur le comportement mécanique. . . . .   | 31  |
| 2.2  | Comparaison des propriétés des alliages à base Ti et TiAl et super-alliages à base Ni avec l'acier 21-2N couramment utilisé pour la fabrication des soupapes. . . . .                                | 33  |
| 2.3  | Récapitulatif des caractéristiques de chaque microstructure étudiée - Analyses effectuées sur des zones de près de 1 mm <sup>2</sup> pour tous les cas sauf 47MdP (zone de 400 μm × 400 μm). . . . . | 42  |
| 3.1  | Numéros atomiques de l'or par rapport aux différents éléments chimiques présents dans les alliages TiAl étudiés. . . . .   | 67  |
| 3.2  | Déformations moyennes et écart type générés par la distorsion d'images prises sous MEB (base de mesure: 30 pixels). . . . .  | 73  |
| 3.3  | Déformations moyennes et écart type caractéristiques des erreurs dans le cas de corrélation d'images sur mouchetis (base de mesure: 35 pixels). . . . .  | 75  |
| 3.4  | Déformations moyennes et écart type générés par la distorsion d'images. Erreurs pour une modification de l'orientation de balayage de 90 ° (base de mesure: 30 pixels). . . . .                      | 76  |
| 3.5  | Paramètres de la loi de comportement cristalline utilisée. . . . .   | 83  |
| 3.6  | Récapitulatif des différentes sources d'incertitude (en pixel <i>MEB</i> avec 1 pixel = 0,07 μm). . . . .  | 85  |
| 4.1  | Résultats de l'identification des paramètres de glissement des grains mono-phasés γ. . . . .   | 93  |
| 4.2  | Systèmes de glissement de la phase α <sub>2</sub> à température ambiante dans le cas des monocristaux. . . . .   | 94  |
| 4.3  | Contribution des différents systèmes de glissement des phases γ et α <sub>2</sub> aux différents modes de déformation de la phase lamellaire. . . . .  | 95  |
| 4.4  | Paramètres des systèmes de glissement utilisés pour la modélisation des cristaux PST (valeurs identiques pour l'écroissage latent et l'auto-écroissage). . . . .                                     | 99  |
| 4.5  | Paramètres des systèmes de glissement utilisés pour la modélisation des polycristaux lamellaires (valeurs identiques pour l'écroissage latent et l'auto-écroissage). . . . .                         | 100 |
| 4.6  | Paramètres utilisés par Brockman pour la modélisation de la phase γ. . . . .   | 100 |
| 4.7  | Paramètres utilisés par Brockman pour la modélisation de la phase α <sub>2</sub> . . . . .   | 100 |
| 4.8  | Paramètres utilisés par Marketz pour la modélisation de la phase γ. . . . .  | 101 |
| 4.9  | Caractéristiques mécaniques macroscopiques des quatre échantillons obtenus par des essais de compression. . . . .  | 106 |
| 4.10 | Paramètres de détection de l'émission acoustique. . . . .  | 108 |

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 5.1 | Tableau récapitulatif des différents maillages possibles créés à partir d'un agrégat de $N^3$ voxels. . . . . | 137 |
| 6.1 | Valeurs de l'énergie de clivage pour différents plans ( $hkl$ ) des alliages TiAl et $Ti_3Al$ . . . . .       | 181 |
| 6.2 | Paramètres cohésifs identifiés sur cristaux PST. . . . .  | 182 |
| 6.3 | Paramètres du modèle de zone cohésive adoptés par Arata et al. . . . .  | 183 |
| 6.4 | Principales caractéristiques mécaniques des matériaux de l'éprouvette composite. . . . .                      | 186 |

# Chapitre 1

## Introduction

La nécessité, pour les industriels, de réduire les coûts de développement et l'apparition de moyens de calculs de plus en plus performants permettent d'envisager l'optimisation des propriétés d'emploi des matériaux de structure par calculs numériques. La conception de matériaux au moyen de la simulation de microstructures virtuelles, notamment polycristallines, à partir de constituants élémentaires dont les caractéristiques mécaniques et physico-chimiques sont connues, permettrait d'optimiser les microstructures en vue de privilégier leurs propriétés d'emploi. Pour cela, il semble nécessaire d'utiliser des lois de comportement appropriées à base physique et dont les paramètres représentent au mieux les propriétés recherchées et ce, quelle que soit l'échelle d'investigation. Pour l'identification de ces paramètres, plusieurs voies sont utilisables : parmi celles-ci, une première consiste en la minimisation, sur le Volume Élémentaire Représentatif, des écarts entre les réponses moyennes calculées et mesurées pour un trajet de chargement ou un ensemble de trajets de chargement spécifiques [11, 10]. Une autre consiste à déterminer ces paramètres par l'utilisation de calculs à une échelle intragranulaire comme la dynamique des dislocations discrètes [2]. Cette étude se place entre ces deux approches, car elle consiste en la minimisation de la différence des réponses mécaniques entre essais et calculs non seulement à l'échelle macroscopique mais également à l'échelle de la microstructure. Cette approche a pu être envisagée grâce à l'apparition de moyens de mesure de champs, tant du point de vue de la caractérisation microstructurale que de celui des champs mécaniques, notamment des déformations.

La mise en place de cette méthodologie s'organise autour des alliages de titane-aluminium. Ceux-ci intéressent de nombreux motoristes à travers le monde depuis maintenant une vingtaine d'années. En effet, leur faible densité égale à la moitié de celle des alliages base Nickel et leurs bonnes propriétés mécaniques, dont un module d'Young élevé, jusqu'à environ 800°C, les placent en bonne position comme matériaux du futur pour la réduction du poids des moteurs. Ils sont donc envisagés pour des applications dans les turbines à gaz et sont déjà utilisés (en utilisation limitée) dans l'industrie automobile pour la fabrication des soupapes d'échappement.

Les deux principaux problèmes rencontrés par les ingénieurs pour l'utilisation de tels alliages sont leur faible ductilité à température ambiante et la nécessité d'un procédé de mise en oeuvre difficile et coûteux. Or la ductilité est importante pour diverses raisons : elle est liée à la résistance aux impacts à grande vitesse, permet la réduction de l'intensité des contraintes en pointe de fissures, et elle est nécessaire également pour les opérations de montage, notamment lors de l'insertion des aubes dans les disques de turbines.

Ces alliages ont fait l'objet, en France, d'un contrat de programme et de recherche (CPR) en collaboration entre le CNRS, la DGA et les industriels SNECMA Moteurs et Turboméca. Celui-ci a permis d'étudier autant du point de vue chimique que métallurgique, un alliage TiAl breveté par *General Electric* avec une même composition chimique de départ (Ti-48Al-2Cr-2Nb) et a permis de fournir un grand nombre de résultats obtenus par le biais de thèses dont les thématiques furent les suivantes :

1. Chimie locale aux interfaces, Anne Ricaud, GMP, Rouen [14]
2. Ségrégation et microstructures de solidification, Matthias Charpentier, LSG2M, Nancy [1]
3. Effet des éléments d'addition interstitiels, Mélanie Lamirand, CECM, Vitry [8, 7]
4. Ductilité des alliages TiAl, Frédéric-Emmanuel Picca, LTPCM, Grenoble [13, 12]
5. Fluage des alliages TiAl, Joël Malaplate, CEMES, Toulouse [9]
6. Fatigue des alliages TiAl, Anne-Lise Gloanec, LMPM, Poitiers [5, 6]
7. Micromécanique et comportement global, Lionel Gélébart, LMS, Palaiseau [3, 4]

Ces résultats ont permis, en particulier, de mettre en avant des corrélations entre microstructure et propriétés mécaniques avec notamment les travaux de Gélébart [3]. Ses travaux ont permis de quantifier, par des mesures à l'échelle de la microstructure, les facilités relatives des mécanismes de plasticité associés aux grains  $\gamma$  et de proposer des valeurs de cisssions critiques et d'écrouissage. Cette même étude appliquée aux grains lamellaires a permis de mettre en place un modèle de comportement de ces derniers qui soit le plus représentatif des observations expérimentales. Ces travaux ont également mis en évidence la forte potentialité d'un couplage entre mesures à l'échelle de la microstructure et calculs polycristallins de manière à identifier les coefficients des lois de comportement intégrées dans les modèles.

Le but de cette thèse a donc été de mettre en place ce couplage et de valider sa pertinence avant de l'appliquer aux aluminures de titane.

Dans une première partie (**chapitre 2**) seront décrites les différentes microstructures des alliages TiAl et tout particulièrement celles utilisées tout au long de cette étude. Nous nous efforcerons également de faire ressortir les caractéristiques microstructurales qui semblent les plus pertinentes de manière à alimenter un modèle de simulation de microstructures qui fera l'objet de la toute dernière partie de ce chapitre. Le couplage entre mesures de champs et calculs par éléments finis sera ensuite présenté dans le **chapitre 3** en mettant l'accent sur les différentes sources d'incertitude pouvant apparaître à chaque étape du couplage. Ces données sont importantes en vue de la comparaison et de la minimisation des écarts entre réponses expérimentale et numérique. Les trois chapitres qui suivront, porteront sur l'application de cette méthodologie à l'étude de la plasticité des matériaux métalliques avec notamment, dans le **chapitre 4**, les résultats expérimentaux obtenus aux différentes échelles de mesure. Le chapitre suivant (**chapitre 5**) vise à démontrer, par une étude numérique, la pertinence de la méthodologie en appliquant cette dernière non pas à une microstructure réelle et des mesures de champs comportant leur dose d'incertitude sur la précision de la mesure, mais à une microstructure fictive en trois dimensions dont toutes les caractéristiques (géométriques, cristallographiques, ...) sont connues ainsi que les champs de déplacements, de déformations et de contraintes. Enfin, le **chapitre 6** présente les prémisses de l'application de la méthodologie à l'étude de l'influence de la microstructure sur la propagation des fissures. L'étude expérimentale de la propagation des fissures au

sein des quatre microstructures est tout d'abord présentée avant celle d'une modélisation de leur propagation avec l'introduction d'éléments cohésifs dans le maillage.



# Bibliographie

- [1] M. Charpentier, D. Daloz, A. Hazotte, and E. Aeby-Gautier. Toward a better understanding of chemical and microstructure heterogeneities inherited from solidification and solid state phase transformations in the Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy. Mat. Techn., 1-2 : 39–50, 2004.
- [2] B. Devincre, L. Kubin, and T. Hoc. Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. Scr. Mat., 54 : 741–746, 2006.
- [3] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l’alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [4] L. Gélébart, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, and A. Zaoui. Lamellar grains distribution and plastic strain heterogeneities in TiAl cast samples. Experiments and modelling. Mat. Techn., 1-2 : 69–76, 2004.
- [5] A.-L. Gloanec. Mécanismes gouvernant le comportement cyclique et la résistance à la fissuration par fatigue des alliages TiAl. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, France, 2003.
- [6] A.-L. Gloanec, G. Hénaff, D. Bertheau, and P. Gadaud. Influence of temperature, strain ratio and strain rate on the cyclic stress-strain behaviour of a gamma-titanium-aluminide alloy. Mat. Techn., 1-2 : 77–84, 2004.
- [7] M. Lamirand. Influence de l’oxygène, de l’azote et du carbone sur la microstructure et la ductilité des alliages TiAl. Thèse de doctorat, Université Paris XII, Val de Marne, France, 2004.
- [8] M. Lamirand, J.-L. Bonnentien, and J.-P. Chevalier. Interstitial oxygen in TiAl alloys: effects on lamellar microstructure, ductility and yield point. Mat. Techn., 1-2 : 31–38, 2004.
- [9] J. Malaplate and A. Couret. Study of creep at 750°C of Ti<sub>48</sub>Al<sub>48</sub>Cr<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub> alloys obtained by powder metallurgy and cast processes. Mat. Techn., 1-2 : 51–58, 2004.
- [10] W.T. Marketz, F.D. Fischer, and H. Clemens. Deformation mechanisms in TiAl intermetallics – experiments and modeling. Int. J. Plast., 19 : 281–321, 2003.
- [11] M.H.H. Meuwissen, C.W.J. Oomens, R. Baaijens, F.P.T. andPetterson, and J.D. Jansen. Determination of elasto-plastic properties of aluminium using a mixed numerical-experimental method. J. Mater. Proc. Tech., 75 : 204–211, 1998.
- [12] F.E. Picca. Contribution à la ductilité des alliages intermétalliques de titane-aluminium. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble, France, 2003.
- [13] F.E. Picca, M. Véron, and Y. Bréchet. Experimental characterization and modelling on the brittle-ductile transition in Ti<sub>48</sub>Al<sub>48</sub>Cr<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub> alloy. Mat. Techn., 1-2 : 59–68, 2004.

- [14] A. Ricaud, A. Hauet, and A. Menand. Study of chromium role in TiAl-base alloys. Mat. Techn., 1-2 : 25–30, 2004.

# Chapitre 2

## Matériaux

---

Les aluminures de titane couramment étudiés possèdent une teneur en aluminium comprise entre 45 et 50 % atomiques. Une faible variation dans la composition chimique engendre des différences importantes dans la microstructure, dues notamment au point eutectoïde situé à une température d'environ 1100°C et à une teneur en aluminium comprise entre 47 et 48 %. Ces différentes microstructures biphasées, et éventuellement bi-modales, possèdent des caractéristiques mécaniques très différentes. Dans ce chapitre, seront présentées dans un premier temps une revue bibliographique de ces différentes microstructures ainsi que leur influence sur les propriétés mécaniques macroscopiques. Les microstructures de l'étude seront ensuite présentées en détails de manière à mettre en avant l'ensemble de leurs caractéristiques morphologiques et cristallographiques. Ces dernières sont importantes si l'on veut simuler des microstructures réalistes en trois dimensions, ce qui fera l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

---

### 2.1 Bibliographie

Depuis la découverte et l'étude mécanique du composé TiAl dans les années 1950 [22, 58], trois générations d'aluminures de titane à base TiAl ont été étudiées. La première génération a été développée dans les années 1975 par l'équipe de Lipsitt [51] et avait pour composition Ti-48Al-1V-(0,1C). Puis, les efforts effectués afin de comprendre l'effet des éléments d'addition sur le comportement mécanique de ces matériaux [74, 33], ont amené à l'apparition d'une deuxième génération d'alliages contenant plus d'éléments d'addition avec une teneur globale inférieure à 5 %. Ceux-ci sont en général composés de la manière suivante : Ti-(45-49)Al-(0-2)(Cr,Mn,V)-(0,5-5)(Nb,W,Mo)-(0-1)(Si,C,B) [5, 4]. C'est à cette génération qu'appartiennent les alliages développés par *General Electric* de composition Ti-(47-48)Al-2Cr-2Nb combinant ductilité par l'ajout du chrome et résistance à l'oxydation par l'ajout du niobium [35].

C'est au cours de cette deuxième génération d'alliages que les élaborateurs se sont aperçu de la nécessité de prendre en compte la microstructure dans l'étude des TiAl. Kim [43] en 1991, s'étonnait du faible nombre de publications à ce sujet et c'est à partir de ce moment que l'on vit apparaître un regain d'activités.

Ces alliages de première et deuxième générations montrent une texture de solidification très marquée due à la séquence de solidification : liquide  $\rightarrow \alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  (cf. §2.1.1), ce qui génère une forte anisotropie du comportement mécanique. La voie fonderie restant le moyen de fabrication le moins coûteux, la troisième génération d'alliages a pour défi de rendre la texture de solidification plus isotrope en jouant sur le diagramme de phase via les concentrations en éléments d'addition ou par le développement de différents procédés d'élaboration, tels que l'association de la voie fonderie à différents processus thermomécaniques [46, 63, 79, 54], ou l'utilisation de la voie de métallurgie des poudres [71]. On voit ainsi apparaître des alliages se solidifiant par la phase  $\beta$  [76, 37, 72] et des alliages à haute teneur en chrome [30, 78] ou en niobium [17, 83, 81].

L'objet de cette bibliographie est de présenter le matériau du point de vue métallurgique, et les relations connues entre les différentes microstructures et leur comportement mécanique. Seront donc introduites les différentes phases en présence ainsi que les différentes microstructures obtenues à partir de traitements thermiques ou d'ajout d'éléments d'additions. Puis le comportement mécanique global de différentes microstructures sera abordé, sans focalisation sur le comportement intrinsèque de chacune des phases prises indépendamment, car ceci fera l'objet de la bibliographie du chapitre 5.

## 2.1.1 Phases et microstructures

### Diagramme de phases

Le diagramme de phases binaire titane-aluminium couramment utilisé, même pour des alliages ternaires et quaternaires comportant une faible proportion d'éléments d'addition, est celui établi par McCullough et al. [59] en 1989 et largement confirmé ensuite [41, 38, 57]. Pour cette étude, nous nous intéresserons uniquement à des pourcentages en aluminium compris entre 45 et 48 % at., domaine de composition des alliages TiAl couramment étudiés. Ce diagramme est présenté sur la figure 2.1.

Ce diagramme montre que pour cette catégorie de composition, il existe quatre types de phases :

- $\beta$ -TiAl, désordonnée, de structure cubique centrée (A2) pouvant prendre une forme ordonnée B2.
- $\alpha$ -Ti<sub>3</sub>Al, désordonnée, de structure hexagonale compacte (A3).
- $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, ordonnée, de structure DO<sub>19</sub>.
- $\gamma$ -TiAl, de structure L1<sub>0</sub>.

A température ambiante, on observe donc deux, parfois trois, phases ordonnées : les phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$ , résultant de la mise en ordre de la phase  $\alpha$ , ainsi que la phase B2 (phase  $\beta$  ordonnée), si suffisamment d'éléments betagènes, tels que le Cr ou le W, sont présents.

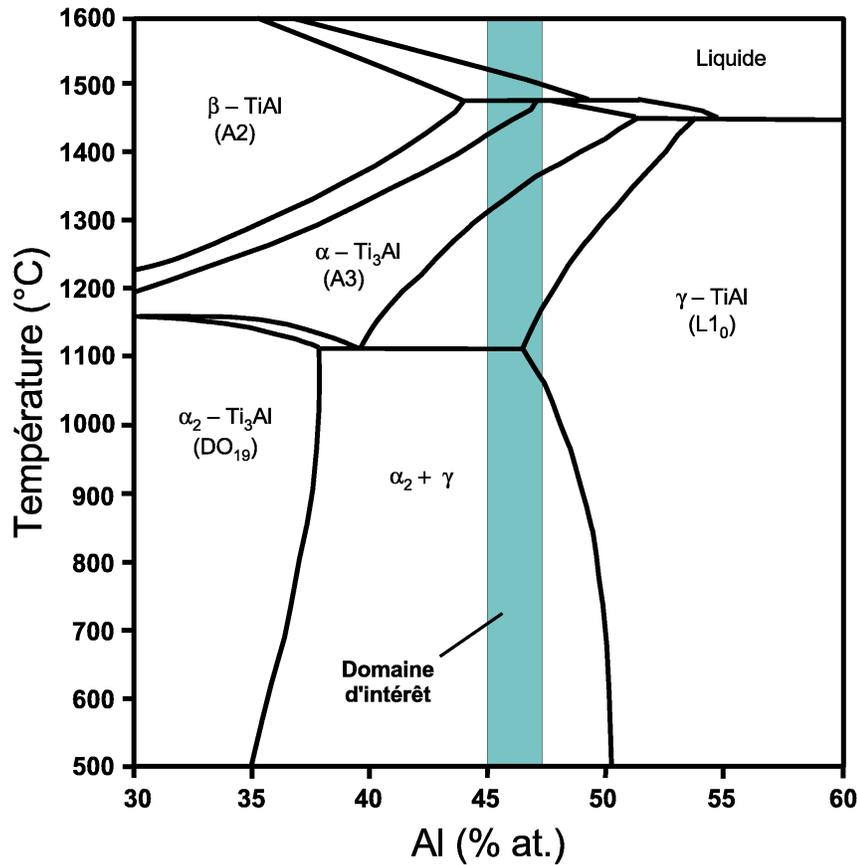


FIG. 2.1 – Diagramme de phases TiAl [41].

### Phase $\gamma$ - TiAl

La phase  $\gamma$  est légèrement quadratique à faces centrées (figure 2.2). Elle est composée d'un empilement suivant l'axe  $c$  de plans d'atomes de titane et de plans d'atomes d'aluminium. Ses paramètres de maille varient entre 0,4015 nm et 0,3957 nm pour l'axe  $a$  et entre 0,4062 nm et 0,4097 nm pour l'axe  $c$  suivant la concentration en aluminium pouvant varier entre 48 et 69,5 %at. Son rapport  $c/a$  de l'ordre de 1,02 montre la très faible quadraticité de la maille, ce qui générera des erreurs d'indexation des clichés de Kikuchi lors des analyses EBSD, comme nous le verrons dans la section 3.1.2.

### Phase $\alpha_2$ - Ti<sub>3</sub>Al

La phase  $\alpha_2$  est hexagonale compacte (figure 2.3) et est composée d'un empilement de plans de titane pur et de plans de TiAl suivant l'axe  $(2\bar{1}10)$ . Ses paramètres de maille varient entre 0,5783 nm et 0,5640 nm pour l'axe  $a$  et entre 0,4760 nm et 0,4619 nm pour l'axe  $c$  suivant la teneur en aluminium pouvant varier entre 22 et 39 % at.

### Phase B2 - TiAl

La phase B2 (fig. 2.4) est de structure cubique centrée et possède des paramètres de maille égaux à 0,317 nm.

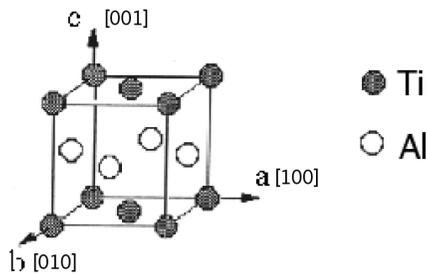


FIG. 2.2 – Phase  $\gamma$ -TiAl, structure  $L1_0$  [59].

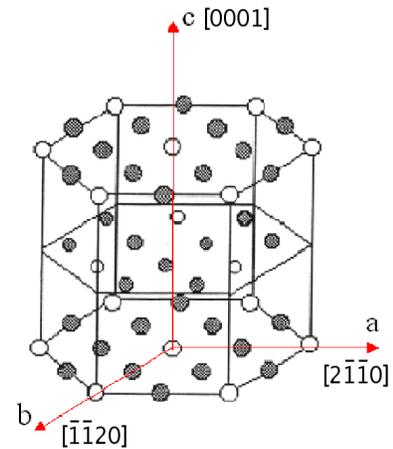


FIG. 2.3 – Phase  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, structure  $DO_{19}$  [59].

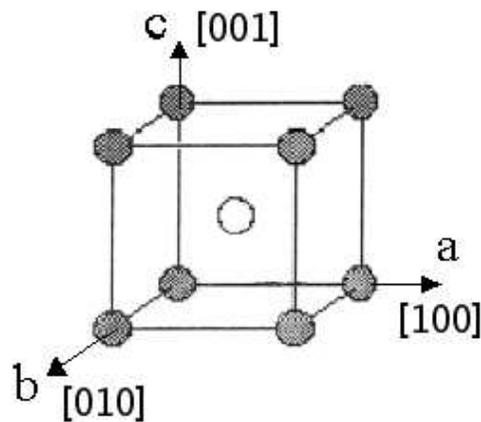


FIG. 2.4 – Maille cristallographique de la phase B2 [59].

### 2.1.2 Influence du mode d'élaboration sur la microstructure

Suivant le processus de fabrication et les traitements thermiques appliqués, quatre types de microstructures distinctes peuvent être formées : la microstructure entièrement lamellaire (Fully Lamellar, FL), la microstructure quasi lamellaire (Near Lamellar, NL), la microstructure duplex (DP) et la microstructure quasi monophasée  $\gamma$  (Near-Gamma, NG). Cette classification a été proposée par Kim dans les années 1990 [42] et est représentée sur la figure 2.5 pour un alliage de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb ayant subi des traitements thermiques à différentes températures, comme représenté par la figure de gauche.

Ces quatre microstructures sont brièvement décrites ci-après.

#### ① La microstructure entièrement lamellaire (FL)

Pour des compositions avec une teneur en Al supérieure à 45 % at., et pour un maintien isotherme dans le domaine  $\alpha$  suivi d'un refroidissement lent (dont la vitesse est comprise entre 4 °C/min et 600 °C/min [8]), la phase  $\gamma$  précipite sur les plans (0001) de la phase

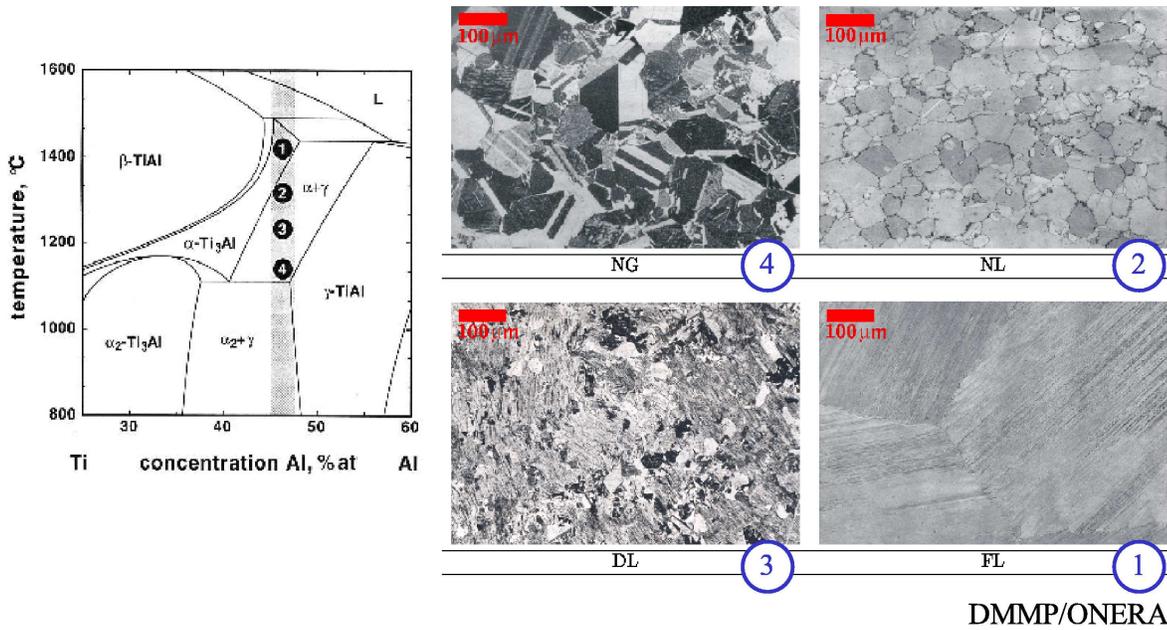


FIG. 2.5 – Quatre types de microstructures caractéristiques des aluminures de titane (ici de composition chimique Ti-48Al-2Cr-2Nb).

$\alpha$  suivant la transformation allotropique décrite par Blackburn [10], pour former une microstructure biphasée entièrement lamellaire  $\alpha_2 + \gamma$ . Pour de plus amples informations sur la formation de cette structure, le lecteur est invité à consulter les travaux de Denquin [19, 20].

Les lamelles de phase  $\alpha_2$  n'ont qu'une seule orientation cristallographique possible, qui est celle de la phase  $\alpha$  initiale. Les joints de lamelle sont parallèles au plan basal (0001) de cette phase. La précipitation de la phase  $\gamma$  sur les plans de base de la phase  $\alpha$  est réalisée suivant la règle suivante :  $\{111\}_\gamma // (0001)_{\alpha_2}$  et  $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$  [36]<sup>1</sup>. Il existe donc six orientations possibles de la phase  $\gamma$ , représentées sur la figure 2.6, pouvant se scinder en deux groupes :

– le groupe M (Matrix) :

$$\begin{array}{ccc} [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \downarrow [11\bar{2}0]_{\alpha_2}, & [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \downarrow [\bar{2}110]_{\alpha_2}, & [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \downarrow [1\bar{2}10]_{\alpha_2} \\ \text{(OR1)} & \text{(OR2)} & \text{(OR3)} \end{array}$$

– le groupe T (Twin) :

$$\begin{array}{ccc} [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \uparrow [11\bar{2}0]_{\alpha_2}, & [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \uparrow [\bar{2}110]_{\alpha_2}, & [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow \uparrow [1\bar{2}10]_{\alpha_2} \\ \text{(OR4)} & \text{(OR5)} & \text{(OR6)} \end{array}$$

1. Notation prenant en compte la dissymétrie de la maille :

- $\langle hkl \rangle$  désigne une famille de directions générées par permutation et inversion de signe sur les deux premiers indices.
- $\{hkl\}$  désigne une famille de plans générés par permutation et inversion de signe sur les deux premiers indices.

où  $\uparrow\uparrow$  signifie que les axes spécifiés sont de même direction et de même sens, et  $\uparrow\downarrow$  signifie que les axes ont la même direction mais un sens opposé. Ces six orientations possibles

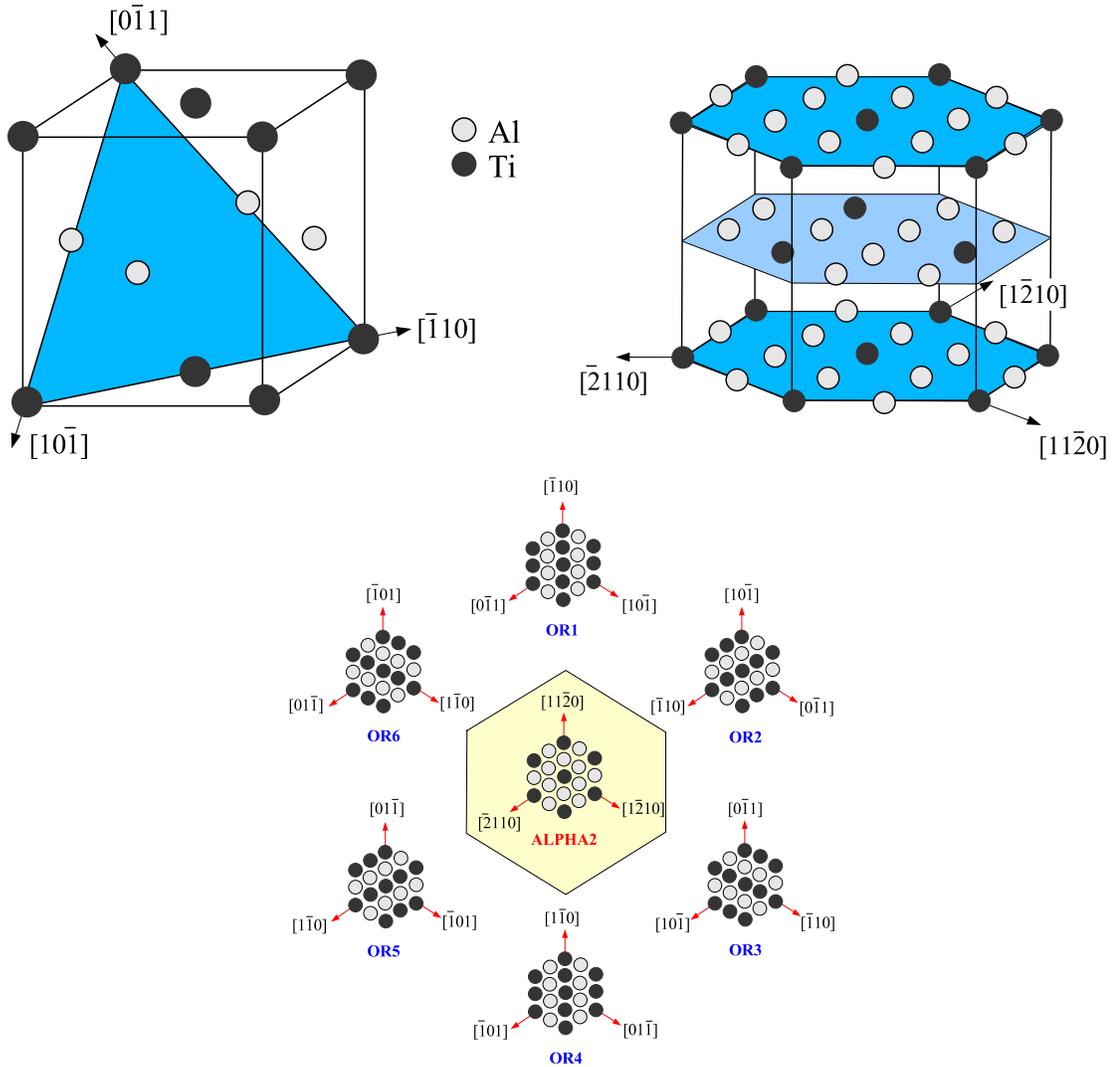


FIG. 2.6 – Représentation des variants d'orientation de la phase  $\gamma$  dans un grain lamellaire.

de la phase  $\gamma$  génèrent quatre types d'interfaces  $\gamma$ - $\gamma$  différentes, pouvant se traduire par différentes sources d'incompatibilité.

La taille des grains de  $\alpha$ , en général supérieure à  $100 \mu\text{m}$ , détermine la taille des colonies de la microstructure lamellaire et dépend de la concentration en aluminium (plus la concentration est faible, plus la taille de grains est fine) ainsi que des éléments d'addition. La présence de bore en quantité inférieure à 1 % at., par exemple, peut réduire significativement la taille de grains. Si l'échantillon est traité à une température juste au-dessus du transus  $\alpha$ , il est alors possible d'obtenir des tailles de grains beaucoup plus fines avec des espacements interlamellaires très fins.

## ② La microstructure quasi lamellaire (NL)

Lors d'un maintien isotherme juste au-dessus du transus  $\alpha$ , la microstructure formée

possède de petits grains monophasés  $\gamma$  localisés aux joints des grains lamellaires. La taille des grains lamellaires diminue avec l'augmentation de la température de maintien.

### 3 La microstructure duplex (DP)

Lors d'un recuit dans le domaine ( $\alpha+\gamma$ ) du diagramme, il y a nucléation puis croissance de grains équiaxes formant, après refroidissement lent, une microstructure duplex. Cette microstructure est composée de grains monophasés  $\gamma$  et de grains lamellaires. La proportion de grains  $\gamma$  dépend de la température du traitement : plus la température est haute, plus la proportion de phase lamellaire sera grande. La taille de grains de cette microstructure est généralement de l'ordre de 10 à 20  $\mu\text{m}$ , ce qui est bien inférieur à celle de la microstructure lamellaire. Elle peut être raffinée par un traitement thermique très proche du transus  $\alpha$ .

### 4 La microstructure quasi monophasée $\gamma$ (NG)

Lors d'un maintien isotherme juste au-dessus du palier eutectoïde ( $\sim 1130\text{ }^\circ\text{C}$ ), la phase lamellaire ne se forme pas. La microstructure est alors composée de grains monophasés  $\gamma$  et de nodules de  $\alpha_2$  aux joints de grains.

## 2.1.3 Influence de la composition chimique sur la microstructure

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques des alliages TiAl, des éléments d'addition ont été introduits. L'effet de ces éléments est double : ils déplacent les frontières des domaines du diagramme de phase et modifient en cela la microstructure des matériaux pour un même traitement thermique. Ils modifient également les propriétés mécaniques intrinsèques des différentes phases en jouant un rôle sur les valeurs de cisssions critiques des différents mécanismes de plasticité (glissement et maclage).

Les éléments d'additions ont une influence non négligeable sur le diagramme de phase, comme le montre le schéma de la figure 2.7 pour quelques-uns des éléments d'addition, et de ce fait modifient la microstructure. On distingue trois types d'éléments d'addition selon leur influence sur les domaines du diagramme de phases [76]:

- les éléments  $\alpha$ -gènes, qui stabilisent la phase  $\alpha_2$ , tels que le Nb, le Ta et le Zr.
- les éléments modérément  $\gamma$ -gènes et  $\beta$ -gènes tels que le Cr et le Mo.
- les éléments fortement  $\gamma$ -gènes et  $\beta$ -gènes tels que le Re, le W et le Fe.

En ce qui concerne les alliages étudiés dans le présent manuscrit, possédant une addition en chrome et niobium, pour un rapport Ti/Al constant, l'augmentation de la teneur en chrome ( $\alpha_2$ -phile<sup>2</sup> et  $\gamma$ -gène) se traduit par une diminution de la fraction volumique de la phase  $\alpha_2$  (et donc une augmentation de la fraction volumique de  $\gamma$ ). Le niobium, quant à lui, augmente la fraction volumique de phase  $\alpha_2$ .

La solubilité des différents éléments dans les alliages de TiAl a été étudiée par de nombreux travaux expérimentaux [47, 60, 16, 29], et plus récemment, des calculs ab-initio permettant de connaître les sites privilégiés des atomes. Un exemple de résultat d'étude numérique est représenté sur la figure 2.8 [66].

Les sites de substitution dépendent de la teneur en aluminium de l'alliage (sauf dans le cas des éléments Y, Zr, Nb et Mo). Le niobium se substitue invariablement aux atomes

---

2. qui se localise préférentiellement dans la phase  $\alpha_2$

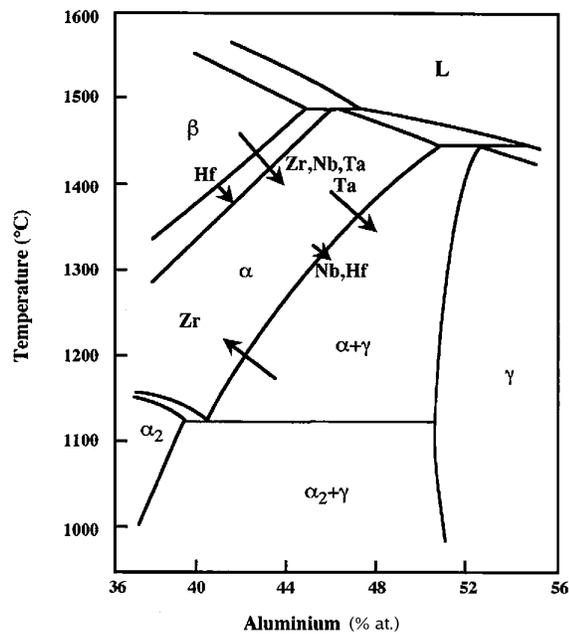


FIG. 2.7 – Effet des éléments d'addition sur le diagramme de phase [79].

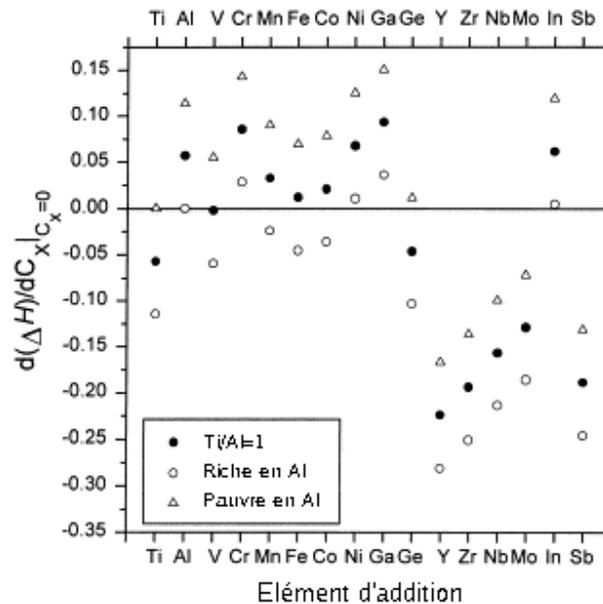


FIG. 2.8 – Site substitutionnel préférentiel des atomes en solution solide dans les alliages TiAl - les valeurs positives de l'axe des ordonnées indiquent une préférence pour les sites d'aluminium et les valeurs négatives, une préférence pour les sites des atomes de titane [66].

de titane. Pour les atomes de chrome, le résultat n'est pas aussi tranché car bien que les résultats numériques prévoient une localisation sur les sites des atomes d'aluminium [66], les résultats expérimentaux font dépendre la localisation de la concentration en aluminium [29]. Ce type d'études permet de mieux comprendre les effets des éléments d'additions

sur les propriétés mécaniques qui étaient jusque là accessibles essentiellement de manière expérimentale. Or, il est difficile, expérimentalement, de modifier un seul paramètre entre deux matériaux et ainsi de conclure quant à l'influence réelle de l'un ou l'autre des paramètres.

Le tableau 2.1, tiré des études bibliographiques menées par Gélébart [25], Ricaud [61], Guo [28] et Gloannec [26], récapitule l'influence des éléments d'addition (classé suivant leur numéro atomique) sur le comportement mécanique.

|                          | B       | C       | N | Si      | V | Cr    | Mn | Nb | Mo    | Ta | W       | Re |
|--------------------------|---------|---------|---|---------|---|-------|----|----|-------|----|---------|----|
| Quantité (% at.)         | 0,5 - 1 | 0,1 - 1 |   | 0,5 - 1 |   | 1 - 3 |    |    | 1 - 4 |    | 0,2 - 4 |    |
| Ductilité                | ↗       | ↘       |   |         | ↗ | ↗     | ↗  | ↘  | ↗     | ↘  | ↘       |    |
| Résistance mécanique     | ↗       |         |   |         | ↗ | ↗     | ↗  | ↗  | ↗     | ↗  |         |    |
| Résistance à l'oxydation |         |         |   | ↗       | ↘ | ↘     | ↘  | ↗  | ↗     | ↗  | ↗       |    |
| Tenue au fluage          |         | ↗       | ↗ | ↗       |   |       |    | ↗  |       |    | ↗       |    |
| Viscosité                | ↗       |         |   | ↗       |   | ↗     |    |    |       |    |         | ↗  |

TAB. 2.1 – Influence des éléments d'addition sur le comportement mécanique.

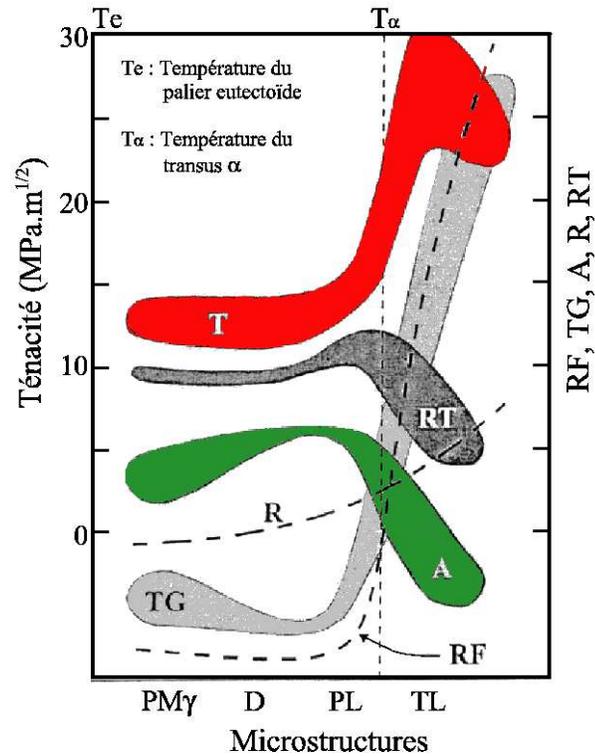
Comme déjà mentionné précédemment, il n'existe pas de composant chimique permettant d'améliorer la ductilité tout en gardant de bonnes propriétés (résistance mécanique élevée par exemple). Ainsi, il faut trouver un compromis entre les différentes propriétés suivant l'application industrielle envisagée.

### 2.1.4 Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

L'influence des différentes microstructures sur les propriétés mécaniques macroscopiques a fait l'objet de nombreuses études [43, 45, 27, 31, 84]. Cette relation est résumée par la figure 2.9 proposée par Kim [42].

Ce graphique résume à la fois l'influence des traitements thermiques (et par là, de la microstructure) sur différents paramètres mécaniques, ainsi que la bande de dispersion de ces valeurs pour un même type de microstructure. De manière générale, il existe une relation inverse entre ductilité et ténacité, ainsi les microstructures lamellaires présentent une bonne ténacité mais une ductilité inférieure aux microstructures quasi monophasées  $\gamma$ . Ces dernières, quant à elles, possèdent une ténacité nettement inférieure.

Il est montré par ailleurs que, en plus de leur ténacité, la résistance à haute température des microstructures lamellaires est meilleure et la vitesse de propagation des fissures de fatigue est plus faible que celles des alliages à microstructure duplex. Les alliages à microstructure duplex souffrent de leur faible résistance au fluage et à la propagation des fissures en fatigue mais possèdent tout de même la meilleure balance de propriétés.



RF : Résistance au Fluage - TG : Taille de Grains - A : Allongement - R : Résilience - RT : Résistance à la Traction - T : Ténacité - PM $\gamma$  : quasi monophasée  $\gamma$  - D : Duplex - PL : Presque Lamellaire - TL : Totalement Lamellaire.

FIG. 2.9 – Influence de la microstructure sur le comportement mécanique des alliages TiAl [42].

La plus grande difficulté limitant l'application industrielle des alliages TiAl est leur faible ductilité à température ambiante. La majorité des recherches effectuées sur ces matériaux essaie donc de comprendre et trouver des moyens d'augmenter l'allongement à rupture à température ambiante. Une grande majorité d'auteurs montrent que la taille de grains joue un rôle prépondérant dans cette ductilité pour tous les types de microstructures [14, 85]. Même si cette relation n'est pas si évidente car la taille de grain n'est pas le seul élément influençant la ductilité [70, 7], une réduction de la taille des colonies des microstructures lamellaires, notamment, pourrait permettre d'améliorer leurs propriétés, dont la limite d'élasticité.

Pour les microstructures quasi monophasées  $\gamma$ , la loi de Hall et Petch, reliant la limite d'élasticité à la taille de grain, semble être vérifiée [34, 75, 7] pour des alliages de compositions différentes. Les nodules de  $\alpha_2$  participent également au comportement mécanique puisqu'ils contribuent à l'augmentation de la limite d'élasticité globale du matériau [7].

En ce qui concerne les microstructures lamellaires, la limite élastique augmente non seulement avec la diminution de la taille de grains mais également avec celle de l'espacement interlamellaire [69, 52]. L'effet de la taille de grains n'est visible que pour des tailles de colonies petites [69], et des espacements interlamellaires pas trop fins [52].

La tendance actuelle est de rechercher des microstructures à petits grains, ce qui permet d'augmenter la ductilité, et à phase lamellaire de manière à conserver une bonne ténacité.

Un des moyens d'obtenir de petits grains pour les matériaux de fonderie, consiste à ajouter des éléments  $\beta$ -stabilisants [76, 37, 72] ou encore du bore [48, 32]. Cependant, l'ajout de bore amène la formation de borures résultant en une diminution de la résistance à la fatigue due à une apparition précoce de microfissures [80]. Un autre moyen de réduire la taille moyenne de grains est d'utiliser la transformation de phase massive par trempe à l'huile par exemple [77, 82, 32].

### 2.1.5 Applications industrielles

Malgré cette forte dispersion et sensibilité de leurs propriétés mécaniques suivant la microstructure, les intermétalliques à base TiAl semblent être des matériaux très intéressants pour les industries aéronautique et automobile en vue de la réduction du poids des moteurs. Le tableau 2.2 compare les alliages TiAl aux alliages de titane et aux super-alliages à base nickel couramment utilisés dans la fabrication des composants des moteurs d'avion, ainsi qu'à l'acier inoxydable austénitique 21-2N couramment employé dans l'industrie automobile pour la fabrication des soupapes d'échappement.

| Propriétés   | Alliage TiAl | Alliage Ti | Super-alliage base Ni | Acier 21-2N |
|--|--------------|------------|-----------------------|-------------|
| Densité ( $\text{g/cm}^3$ )                              | 3,7-3,9      | 4,5        | 7,9-8,5               | 7,7         |
| Module d'Young* (GPa)                                    | 160-180      | 95-115     | 206                   | 200         |
| Limite d'élasticité* (MPa)                               | 350-600      | 380-1150   | 800-1200              |             |
| Résistance mécanique* (MPa)                              | 560          |            |                       | 1090        |
| Ductilité* (%)   | 1-4          | 10-25      | 3-25                  |             |
| Ténacité* ( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ )                | 12-35        | 12-50      | 30-100                |             |
| Coefficient de dilatation thermique* ( $\mu\text{m/m}$ ) | 12,2         |            | 5                     | 18,4        |

\* A température ambiante

TAB. 2.2 – Comparaison des propriétés des alliages à base Ti et TiAl et super-alliages à base Ni [44] avec l'acier 21-2N couramment utilisé pour la fabrication des soupapes [15].

Ce résultat montre que les alliages TiAl ont des propriétés mécaniques qui sont du même ordre de grandeur que celles des alliages couramment utilisés, mais qu'ils possèdent une densité beaucoup plus faible (deux fois inférieure à celle des super-alliages à base nickel). Les applications majeures se situent dans la gamme de températures comprises entre 600 et 700 °C, soit au niveau du compresseur Haute Pression (HP) pour les moteurs civils et militaires ainsi que dans la turbine basse pression (BP) des moteurs civils (voir figure 2.10). Le gain en masse pour un carter de compresseur HP serait de 30 % [18].

Différents composants ont déjà été réalisés et testés avec succès dans l'industrie aéronautique [55, 56]. Parmi ceux-ci, les aubes de turbines basse pression ainsi que des composants structuraux statiques tels que les diffuseurs radiaux (figure 2.11). Dans le domaine de l'automobile, les soupapes en TiAl, qui permettraient d'augmenter la puissance des moteurs de 8 % [56] sont de plus en plus considérées [6, 24, 53, 11] ainsi que les roues de turbine pour les turbocompresseurs, développées dans un premier temps par Mitsubishi, qui semblent être un bon moyen pour augmenter la puissance des véhicules et réduire la consommation de carburant [39, 73].

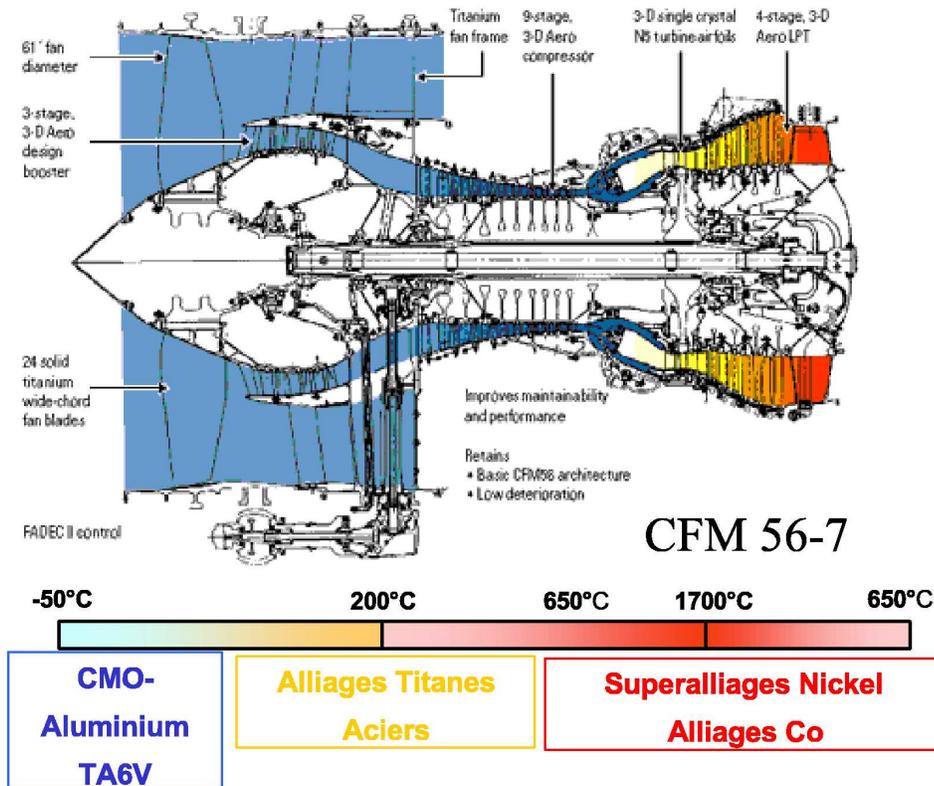


FIG. 2.10 – Coupe schématique d'un turboréacteur et températures associées aux différents composants [1].

## 2.2 Présentation des matériaux de l'étude

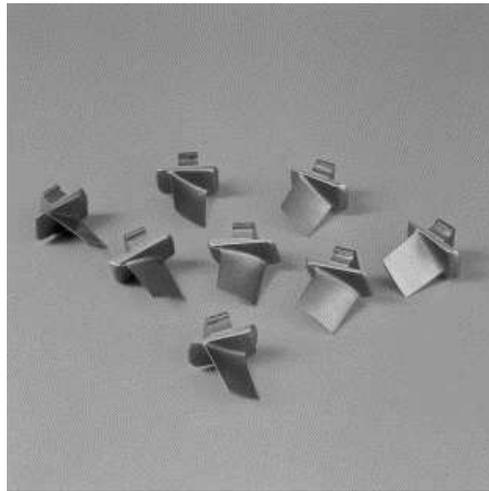
Afin d'étudier l'effet de la composition chimique et du mode d'élaboration sur les propriétés mécaniques, quatre types de matériaux sont utilisés, de compositions chimiques différentes (47 % at. Al et 48 % at. Al), et/ou de modes d'élaboration différents (voie Fonderie et Métallurgie des Poudres).

Quatre barreaux bruts de fonderie ont été mis à disposition par le Département Matériaux Métalliques et Procédés (DMMP) de l'ONERA : deux alliages quaternaires de composition  $\text{Ti-Al}_{47}\text{-Cr}_2\text{-Nb}_2$  et deux  $\text{Ti-Al}_{48}\text{-Cr}_2\text{-Nb}_2$ . Ces deux types d'alliages (brevetés par *General Electric*) ont largement été étudiés, ce qui permet donc d'avoir une base de données sur leurs propriétés mécaniques.

### 2.2.1 Elaboration des matériaux de l'étude

Deux de ces barreaux ont subi un Compactage Isostatique à Chaud (CIC) à 1200 °C pendant 4 heures, afin de refermer les éventuels pores apparus lors de la solidification. Les deux autres ont été pulvérisés en fine poudre de granulométrie comprise entre 50 et 250  $\mu\text{m}$  grâce à la technique REP (Rotating Electrode Process) [7] avant de subir le même CIC que les deux barreaux de fonderie<sup>3</sup>. La technique REP repose sur la fusion du métal d'une électrode tournant à grande vitesse (17000 tours/min dans notre cas). Les fines gouttelettes

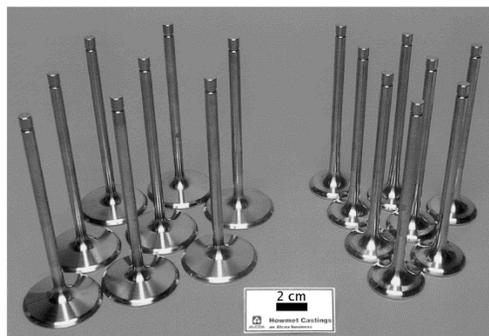
3. Elaboration réalisée par DMMP



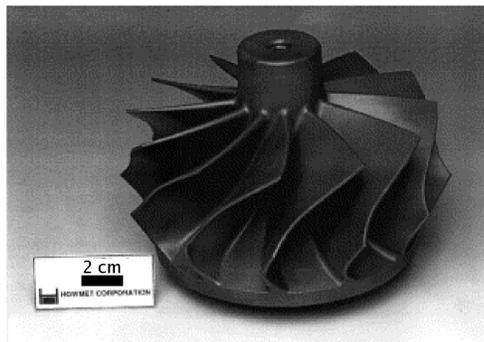
Aubes de compresseur Haute Pression



Diffuseur



Soupapes



Roue de turbocompresseur

FIG. 2.11 – Exemples d'applications des aluminures de titane dans les industries aéronautique et automobile [56].

de métal fondu, qui se détachent de l'électrode par la force centrifuge, refroidissent et se solidifient pour donner une poudre. Celle-ci subit ensuite une opération de compactage-frittage, pour lier les particules entre elles de manière à réaliser des barreaux de même composition chimique que les barreaux de fonderie. Cela permet d'avoir ainsi quatre types de matériaux ayant soit une composition chimique différente, soit un mode d'élaboration différent. Les quatre matériaux obtenus seront différenciés dans la suite du texte par leur pourcentage atomique d'aluminium et leur mode d'élaboration de la manière suivante : 47MdP, 47F, 48MdP et 48F (MdP : Métallurgie des Poudres, F : Fonderie).

Les microstructures des quatre barreaux, étudiées ici par Electron BackScattering Diffraction (EBSD), sont représentées sur la figure 2.12. Ces surfaces correspondent à des zones d'environ  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ . Chaque couleur représente une orientation cristallographique particulière (représentée par les angles d'Euler) de la maille de la phase  $\gamma$ . Le contraste de bande, représentant un indice de qualité des clichés de Kikuchi (expliqués au chapitre 3, cf. figure 3.5, page 63), a été superposé à la cartographie des angles d'Euler de manière à mettre en valeur les joints de grains et les lamelles, correspondant aux zones où la qualité des clichés est la plus mauvaise, ainsi que les zones pouvant présenter des incertitudes sur l'orientation mesurée. La couleur blanche a été associée aux phases  $\alpha_2$  et  $B_2$ . Les cartographies présentées ont toutes été traitées en suivant la procédure présentée

à la section 3.1.2.

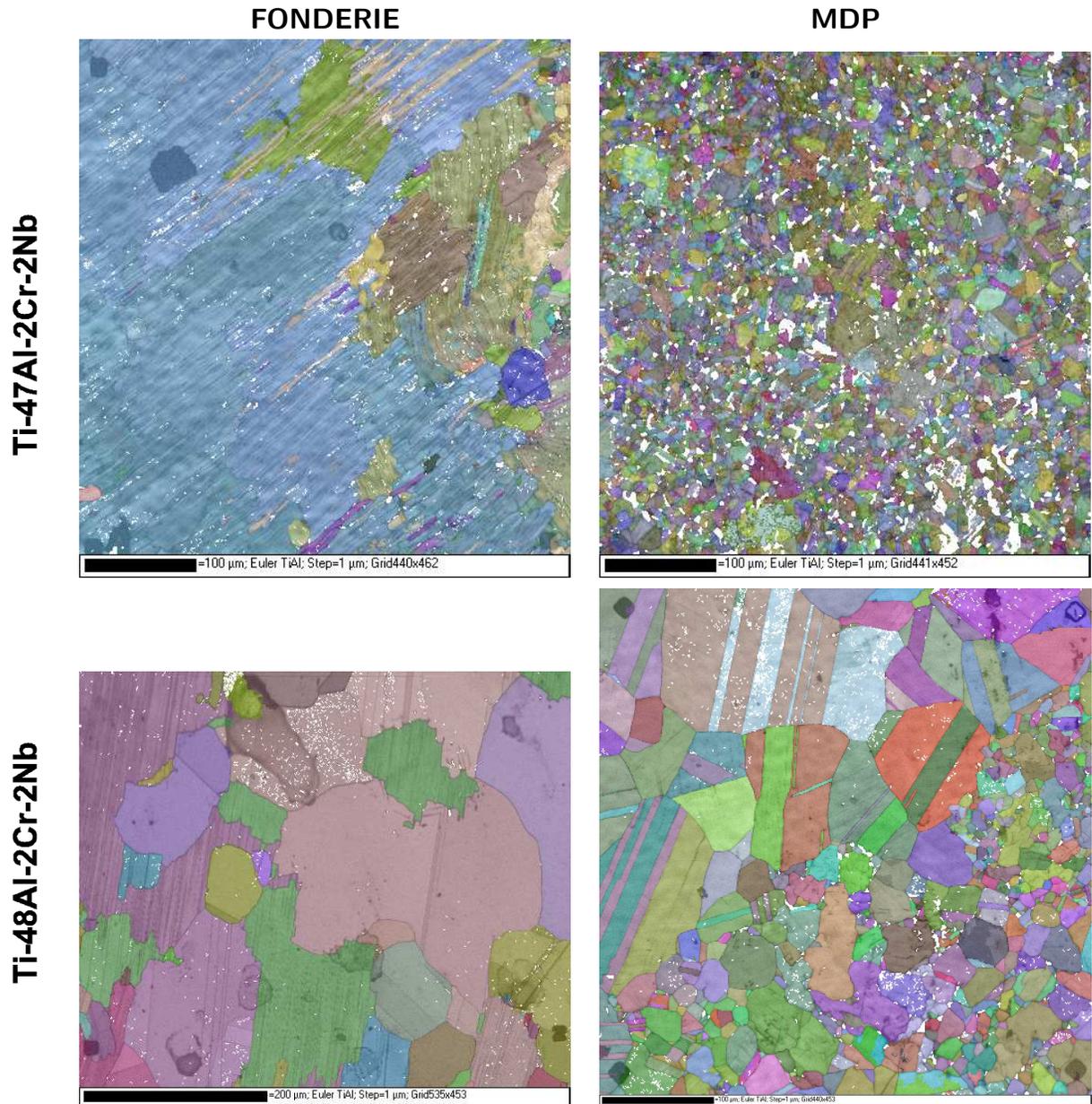


FIG. 2.12 – Microstructures des quatre matériaux de l'étude représentées par la superposition des orientations cristallographiques de la maille  $\gamma$ , obtenues par analyse EBSD, avec le contraste de bande, indice de qualité des clichés de Kikuchi.

L'utilisation de l'EBSD permet de mesurer des champs d'orientations cristallographiques en associant, à chaque point (X,Y) de la surface, les 3 angles d'Euler ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ) représentant l'orientation de la maille considérée par rapport au repère de l'éprouvette. Ceci permet d'obtenir des cartographies d'orientations cristallines (cf. fig. 2.12). A partir de telles mesures, il est possible de caractériser précisément la morphologie des grains, l'orientation cristalline de chacun d'entre eux ainsi que la distribution de ces paramètres. Dans un second temps, il est possible de relier ces champs aux champs de déformation

que l'on mesure à l'échelle de la microstructure, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.

En ce qui concerne la caractérisation microstructurale, il existe nombre d'outils qui permettent une analyse statistique tant du point de vue morphologique, telle que l'analyse de la distribution de tailles de grains et des rapports de forme des grains, que du point de vue cristallographique telle que la texture globale et les désorientations relatives entre chaque paire de grains voisins. Ces outils sont donc nécessaires pour une caractérisation statistique de la microstructure à condition de faire l'analyse sur une surface suffisamment grande, car, comme nous l'avons vu au cours du paragraphe 2.1.4, les propriétés mécaniques dépendent fortement de cette dernière.

La composition chimique ainsi que le mode d'élaboration confèrent à ces microstructures des caractéristiques morphologiques et cristallographiques différentes, qui sont présentées dans les paragraphes suivants.

### 2.2.2 Analyse morphologique

Les matériaux issus de la fonderie possèdent, pour la composition à 47 % at. d'aluminium (47F), une microstructure totalement lamellaire avec une taille de grains millimétrique, et une microstructure duplex pour l'autre composition chimique (48F).

La métallurgie des poudres permet d'obtenir des microstructures plus fines puisque celle obtenue dans le cas de la composition à 47 % at. d'aluminium (47MdP) est composée de grains de phase  $\gamma$  d'une taille égale à 10 micromètres environ et d'îlots de phases  $\alpha_2$  localisés aux joints triples (représentés en blanc sur la figure 2.12).

La microstructure à 48 % at. d'aluminium (48MdP) possède une distribution de tailles de grains plutôt bimodale, composée de très gros grains (de taille comprise entre 50 et 200 micromètres) et de grains beaucoup plus petits de taille inférieure à la quinzaine de micromètres. D'autre part, la répartition de ces deux populations n'est pas homogène dans l'espace. On aperçoit sur la cartographie EBSD de la figure 2.13, des regroupements des grains de petite taille entre les grains plus gros.

Les grains lamellaires pour les deux alliages de fonderie présentent des interfaces (plans d'accrolement entre les lamelles de phases  $\alpha_2$  et  $\gamma$ ) globalement perpendiculaires au rayon du lingot, comme cela est représenté sur la figure 2.14, pour laquelle le rayon du lingot est parallèle à l'axe horizontal et les grains lamellaires sont surlignés par la couleur associée à une des orientations cristallographique d'un variant de la phase  $\gamma$ . Ceci résulte du gradient de température et de vitesse de refroidissement au cours de la solidification du lingot.

Les quatre microstructures possèdent donc des caractéristiques morphologiques très différentes en termes de taille, de distribution et de forme des grains (les grains lamellaires ayant en général, des formes de joints de grains beaucoup plus découpées).

### 2.2.3 Analyse cristallographique

L'orientation privilégiée des lamelles perpendiculairement à la direction de solidification confère aux microstructures de fonderie non seulement une texture morphologique, mais également une texture cristallographique très marquée, comme on peut le voir par l'analyse des figures de pôles de la figure 2.15. Ces figures de pôles font apparaître les deux groupes de variants de la phase  $\gamma$  de la microstructure lamellaire [25] (voir §2.1.2).

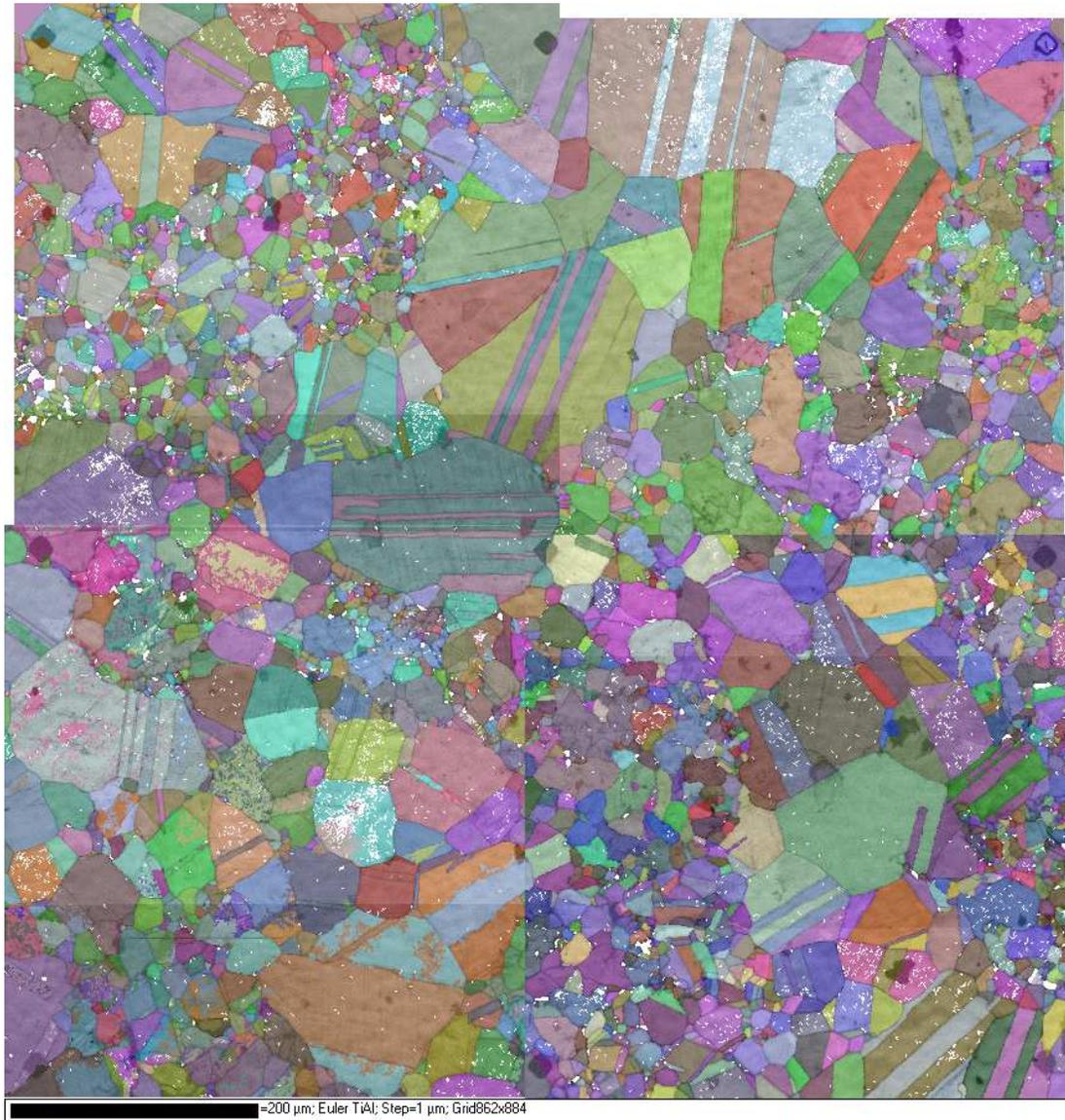


FIG. 2.13 – Cartographie EBSD d'une zone de 1 mm<sup>2</sup> de l'alliage 48MdP (superposition contraste de bandes - angles d'Euler de la phase  $\gamma$ ).

La texture cristallographique des matériaux provenant de la voie métallurgie des poudres est beaucoup plus isotrope comme le montrent les figures de pôle obtenues pour les alliages 47MdP et 48MdP (fig. 2.16).

Une autre donnée importante, notamment lors de l'étude de l'endommagement des matériaux cristallins, peut être la distribution des relations d'orientation entre les différents grains voisins. La figure 2.17 représente les statistiques de ces désorientations.

Sur cette figure sont représentées, pour chaque microstructure, les distributions des désorientations des grains voisins (en bleu), que l'on peut comparer à la distribution des désorientations de ces mêmes grains dont les binômes sont choisis aléatoirement dans la microstructure (en rouge) ainsi qu'à la distribution théorique des désorientations dans le cas où les orientations cristallographiques seraient totalement aléatoires comme dans le cas d'un matériau non texturé (en noir). Ces statistiques montrent que, malgré une texture relative-

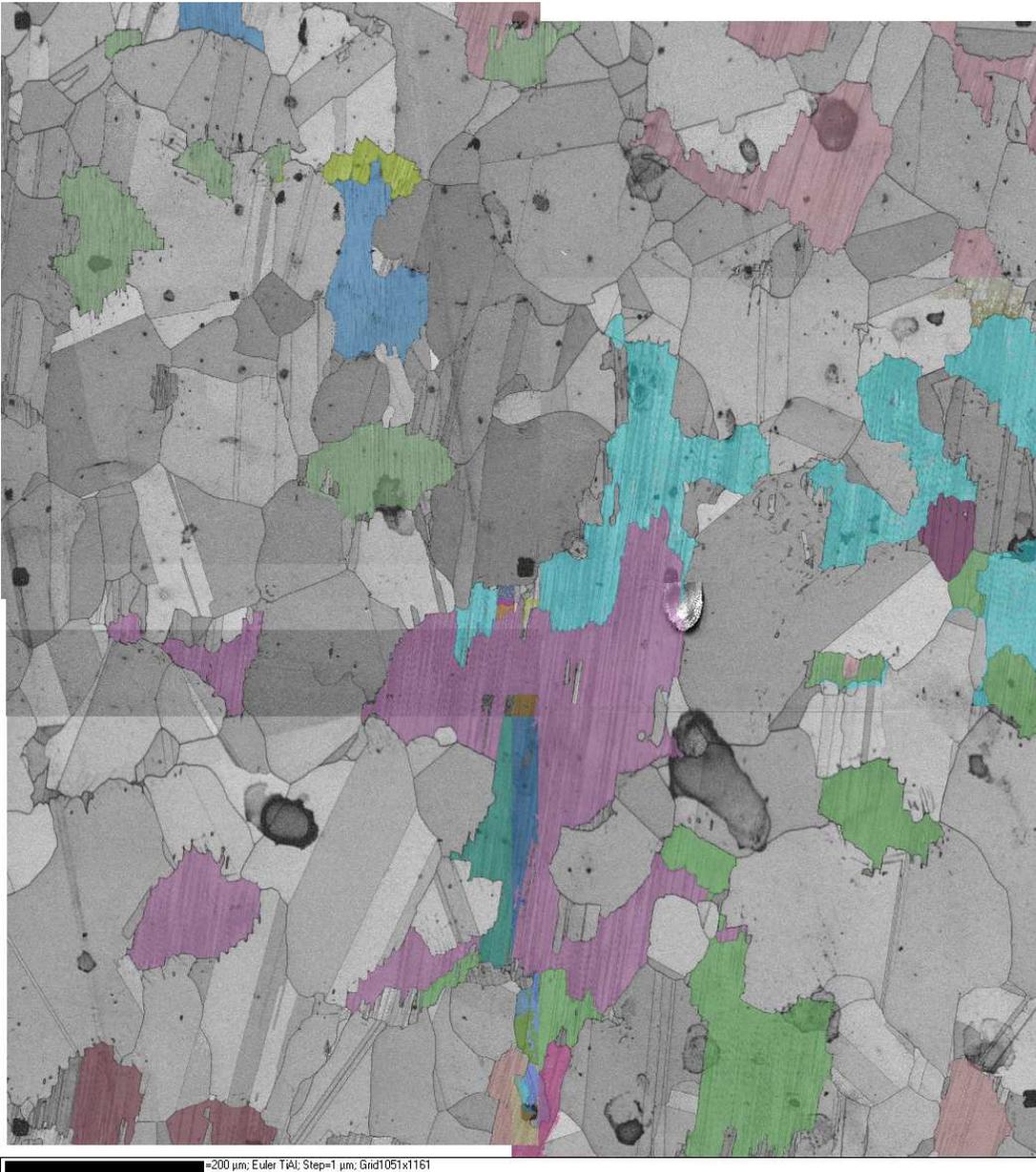


FIG. 2.14 – Image, en contraste de bandes obtenue par EBSD, d'une zone de 1 mm<sup>2</sup> de l'alliage 48F - Rayon du lingot parallèle à l'horizontale.

ment isotrope du matériau 47MdP, la distribution des désorientations n'est pas aléatoire. On observe deux pics : un pour les désorientations inférieures à 10 ° et un pour celles légèrement inférieures à 90 °, provenant vraisemblablement des erreurs de désorientations de 90 ° dues à la faible quadraticité de la maille  $\gamma$  (cf. §3.1.2, page 61). On observe également pour cette microstructure, un pourcentage assez important de désorientations proches de 60 °, signe de la présence de macles de recuit.

Cette observation peut être également faite pour la microstructure du 48MdP. Cependant, les statistiques pour des binômes choisis aléatoirement dans ce dernier matériau (courbe rouge de la figure 2.17), montrent une distribution aléatoire ce qui n'est pas le cas du 47MdP.

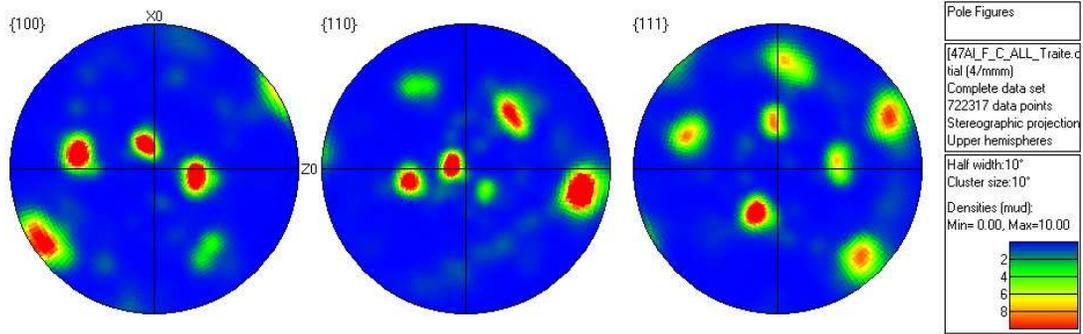
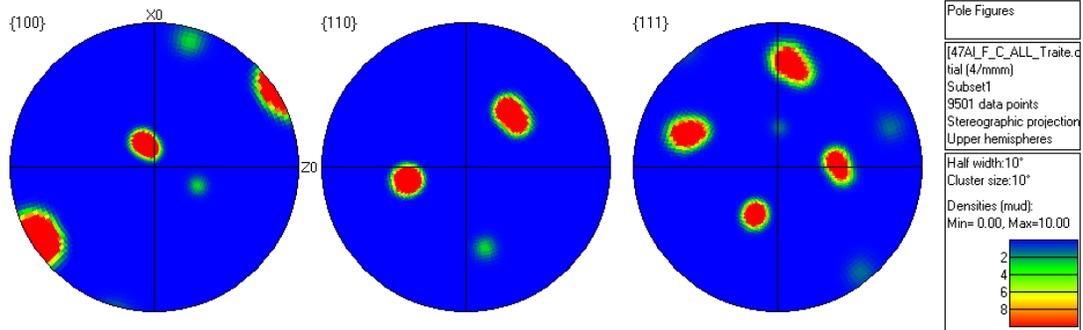
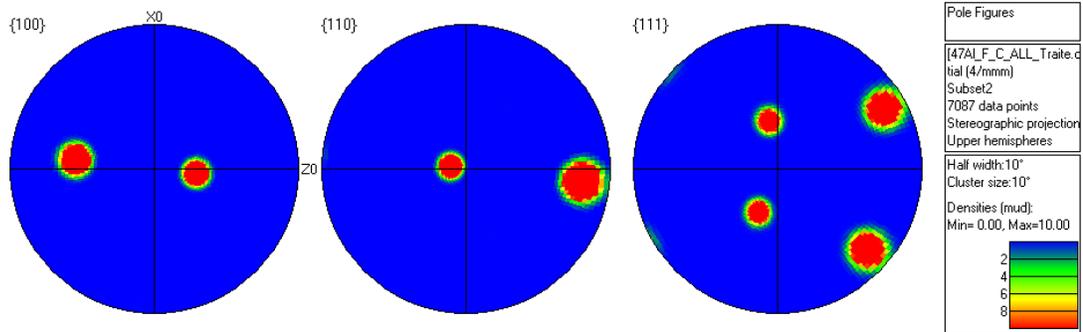
(a) Figure de pôles d'une zone de 1 mm<sup>2</sup>(b) Figure de pôles d'un groupe de variants de la phase  $\gamma$ (c) Figure de pôles du deuxième groupe de variants de la phase  $\gamma$ 

FIG. 2.15 – Figures de pôles de l'alliage 47F-entièrement lamellaire.

La dernière figure 2.17(c) montre une distribution non aléatoire pour la microstructure 48F avec une probabilité plus importante de désorientations entre grains voisins égales à environ 40 ° et environ 70 ° respectivement. Il est à noter qu'une macle désorientée possédant une erreur d'orientation de 90 ° est désorientée de 70 ° par rapport au grain auquel elle appartient.

Ces statistiques montrent qu'un seul matériau (le 48MdP) peut être considéré comme ayant une microstructure isotrope car il possède des désorientations entre grains (non voisins) totalement aléatoires. Le matériau 47MdP, quant à lui, malgré une texture globale peu marquée peut difficilement être considéré comme cristallographiquement isotrope. La caractéristique générale de ces 3 microstructures est leur forte proportion de macles qui peut jouer un rôle non négligeable dans la répartition des déformations intragranulaires ainsi que dans celle de l'endommagement.

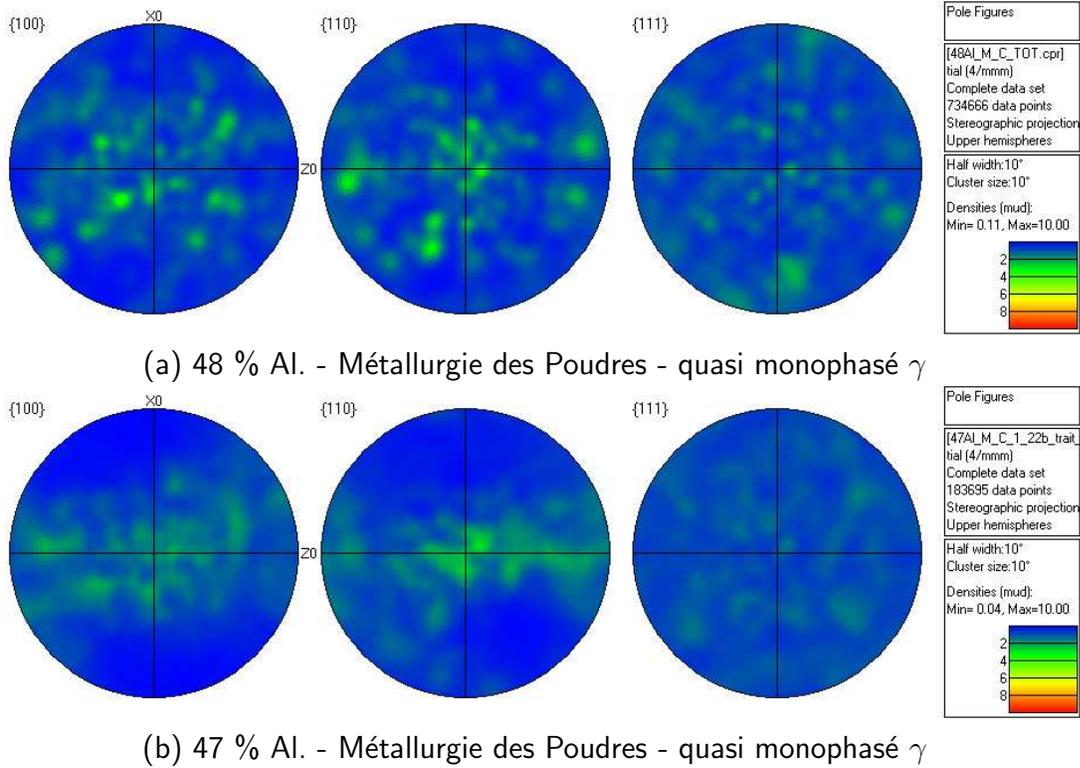
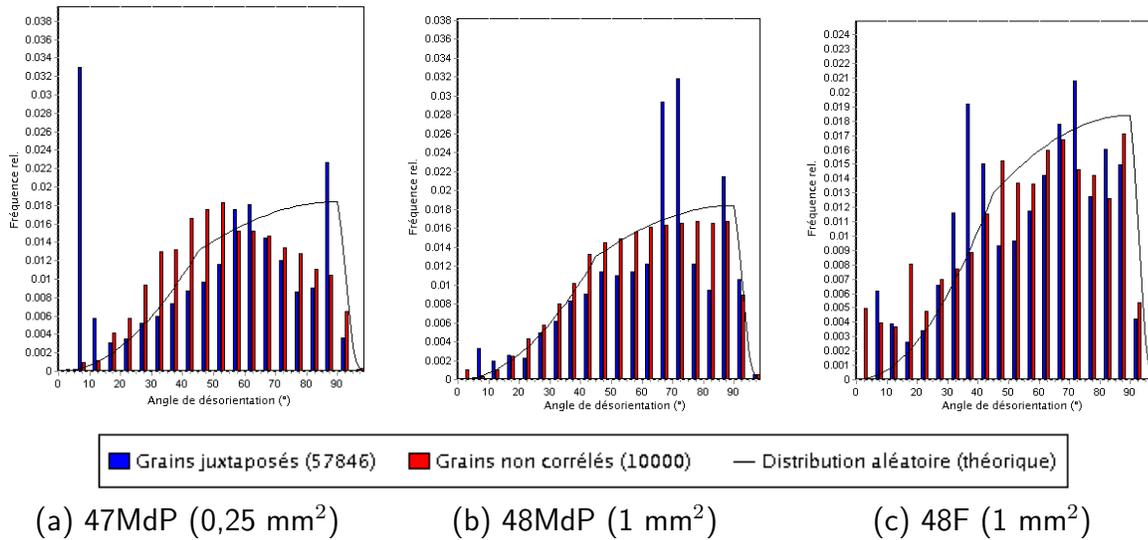
FIG. 2.16 – Figures de pôles des alliages (a) 48 MdP et (b) 47 MdP quasi monophasé  $\gamma$ .

FIG. 2.17 – Statistiques des désorientations cristallographiques des microstructures de 47MdP, 48MdP et 48F.

## 2.2.4 Récapitulatif des propriétés microstructurales

Le tableau 2.3 récapitule l'ensemble des propriétés de chaque microstructure. Tous ces résultats proviennent d'analyses réalisées avec le logiciel *Flamenco*<sup>4</sup> de traitement des résultats EBSD sur des zones de 1 mm × 1 mm environ. Ainsi, il est à noter que le

4. de la société *HKL technology*

|                                     | 47F                       | 47MdP                        | 48F                             | 48MdP                                       |
|-------------------------------------|---------------------------|------------------------------|---------------------------------|---|
| Surface moyenne des grains          | > 1 mm <sup>2</sup>       | 45 μm <sup>2</sup><br>(6 μm) | 1543 μm <sup>2</sup><br>(22 μm) | 211* / 365 μm <sup>2</sup><br>(11* / 14 μm) |
| Distribution des tailles de grains  | Voir figure 2.18          |                              |                                 |   |
| Pourcentage de phase lamellaire     | 95 %                      | 0 %                          | 25 %                            | 0 %   |
| Pourcentage de phase α <sub>2</sub> | 2 %                       | 7 %                          | 1 %                             | 2 %   |
| Texture cristallographique          | très fortement anisotrope | faiblement anisotrope        | fortement anisotrope            | isotrope                                    |

\* En considérant les macles comme des grains à part entière.

TAB. 2.3 – Récapitulatif des caractéristiques de chaque microstructure étudiée - Analyses effectuées sur des zones de près de 1 mm<sup>2</sup> pour tous les cas sauf 47MdP (zone de 400 μm × 400 μm).

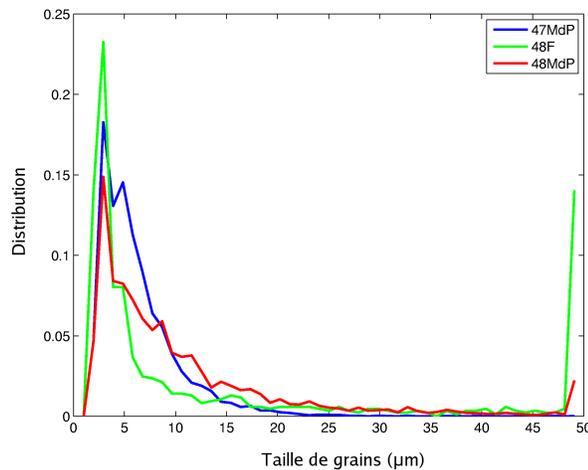


FIG. 2.18 – Distribution de la taille de grains dans les microstructures 47MdP, 48F et 48MdP.

pourcentage de phase α<sub>2</sub> est sans doute sous-estimé étant donné que lors du *nettoyage* des résultats, les points isolés sont retirés (cf. §3.1.2). Or, cette phase se trouve la plupart du temps sous forme de lamelles de taille nettement inférieures au micromètre et donc quasi indétectables par EBSD, pour lequel le pas d'analyse est de l'ordre de 1 μm<sup>3</sup>. Le retrait des points isolés de phase α<sub>2</sub> diminue donc la fraction volumique réelle de cette phase. L'analyse EBSD sera traitée en détails dans le chapitre 3.1.2. En ce qui concerne les statistiques sur les tailles de grains, nous n'avons considéré que les grains de diamètre supérieur ou égal à 2 μm.

### 2.2.5 Représentativité des zones étudiées

Comme précédemment noté, la taille des zones analysées est d'environ  $1 \text{ mm}^2$  pour les alliages 47F, 48F et 48MdP alors que pour le dernier matériau, 47MdP, la zone est quatre fois plus faible (environ  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ ). On peut s'interroger sur la représentativité (en termes de textures cristallographique, morphologique et du comportement mécanique pour lesquels le VER sera supposé identique) de ces zones, à savoir si elles contiennent le Volume Élémentaire Représentatif (VER). Compte tenu de la taille des grains de 47F, supérieure au millimètre, la zone n'est vraisemblablement pas représentative de l'ensemble de la microstructure, cela explique notamment le manque de statistiques sur ce matériau.

Il est difficile de conclure quant à la représentativité des zones de 48F et 48MdP. Le nombre relativement élevé de grains inclus dans ces zones laisse à penser que la texture cristallographique obtenue est représentative de la structure, cependant, il est difficile de conclure quant à la répartition spatiale des grains lamellaires dans le matériau 48F ou encore celle des gros grains dans la microstructure du 48MdP.

Le matériau 47MdP, possédant une taille moyenne de grains de  $6 \mu\text{m}$ , semble bien représenté par la zone de  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ . Cependant l'analyse au MEB de sa microstructure fait apparaître localement quelques gros grains lamellaires (en quantité très limitée) de taille de l'ordre de la centaine de micromètres (voir figure 2.19). L'homogénéité de la microstructure, identifiée sur la cartographie EBSD de la figure 2.12, n'est donc pas totalement représentative de l'ensemble de l'éprouvette.

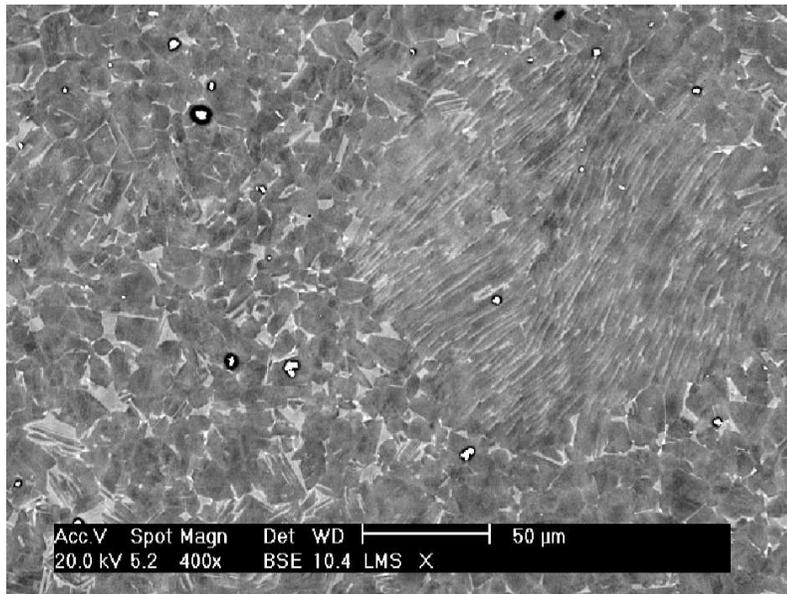


FIG. 2.19 – Micrographie MEB prise en électrons rétrodiffusés d'une zone d'un alliage 47F présentant un grain lamellaire.

Pour conclure quant à la taille du VER, il serait nécessaire de réaliser des analyses de textures cristallographiques globales par Rayons X. Ceci permettrait, par comparaison avec les statistiques obtenues sur la zone analysée par EBSD, de vérifier que la zone est représentative en termes de texture. Une deuxième vérification pourra également être réalisée après essai mécanique en vérifiant que la moyenne des déformations locales, qui seront obtenues par corrélation d'images, est égale à la déformation totale obtenue à l'échelle

de l'éprouvette.

## 2.3 Simulations de microstructures<sup>5</sup>

Nous avons vu que l'analyse faite par EBSD permet d'obtenir une information sur la microstructure de surface. Si la zone est suffisamment grande, c'est-à-dire contient le VER, une telle démarche est suffisante pour réaliser une étude statistique de la texture cristallographique des microstructures et reste suffisante également pour une étude statistique de la morphologie dans le cas d'une microstructure morphologiquement isotrope (forme des grains équiaxe). Dans le cas de morphologies de grains anisotropes, comme c'est le cas des matériaux laminés par exemple, ces statistiques doivent être complétées par des analyses sur des surfaces perpendiculaires.

Si l'on souhaite réaliser des calculs numériques sur des microstructures réelles en vue de la comparaison avec les résultats expérimentaux, comme c'est l'ambition de cette étude, il s'avère indispensable de simuler une microstructure réaliste tridimensionnelle afin, par exemple, de vérifier l'influence de la microstructure sous la surface (non accessible par EBSD) sur les champs de déformation en surface. Expérimentalement, la microstructure 3D réelle ne peut être obtenue qu'après une méthode destructive et très fastidieuse du type polissages successifs (plus couramment appelés coupes sériées) [67, 65, 50] suivis de l'analyse de chaque surface polie, ou bien l'utilisation de la méthode d'EBSD 3D, certes non destructive mais qui nécessite l'utilisation d'un rayonnement synchrotron [3]. Une alternative à ces études expérimentales consiste en la simulation de microstructures possédant le maximum de propriétés mesurées expérimentalement sur diverses coupes perpendiculaires, et notamment une surface expérimentale, obtenue par EBSD par exemple. D'une part, ceci permettra d'analyser l'influence de la microstructure sous la surface sur les champs mécaniques de surface, en simulant différentes microstructures tri-dimensionnelles possédant une surface identique. D'autre part, cet outil permettra de simuler des microstructures difficiles à élaborer expérimentalement de manière à comprendre l'influence des différents paramètres de la microstructure sur les propriétés mécaniques.

Ces travaux ont fait l'objet du stage de fin d'études d'ingénieur de Luc St-Pierre [68] encadré en partenariat avec Marie Dexet. Ils ont suivi les premières études réalisées par Nicolas Bilger [9] et ont ainsi permis au programme *Micro3D* de voir le jour. A ces travaux, a été ajoutée ensuite la possibilité d'intégration d'une deuxième phase et de macles, notamment nécessaire pour la génération de microstructures réalistes de l'alliage TiAl quasi monphasé  $\gamma$ .

### 2.3.1 Simulations bi-dimensionnelles

La technique de simulations de microstructures couramment utilisée est basée sur un pavage de l'espace par la génération de polyèdres de Voronoï [12, 49, 23, 13, 40]. Celle-ci consiste à distribuer des points, ou germes, dans l'espace puis de faire croître ces germes de manière isotrope. Autrement dit, chaque point de l'espace euclidien est associé au germe le plus proche. Les cellules ainsi formées sont appelées cellules de Voronoï et représentent

---

5. Cette partie fait l'objet d'un article co-écrit avec M. Dexet et L. St-Pierre [21]

les grains de la microstructure. Afin de maîtriser la taille des grains générés, il est alors possible d'associer à chaque germe un poids ou une sphère rigide [23]. Cependant cette technique génère des microstructures à grains équiaxes, ce qui n'est pas le cas de toutes les microstructures étudiées (voir fig. 2.12 page 36).

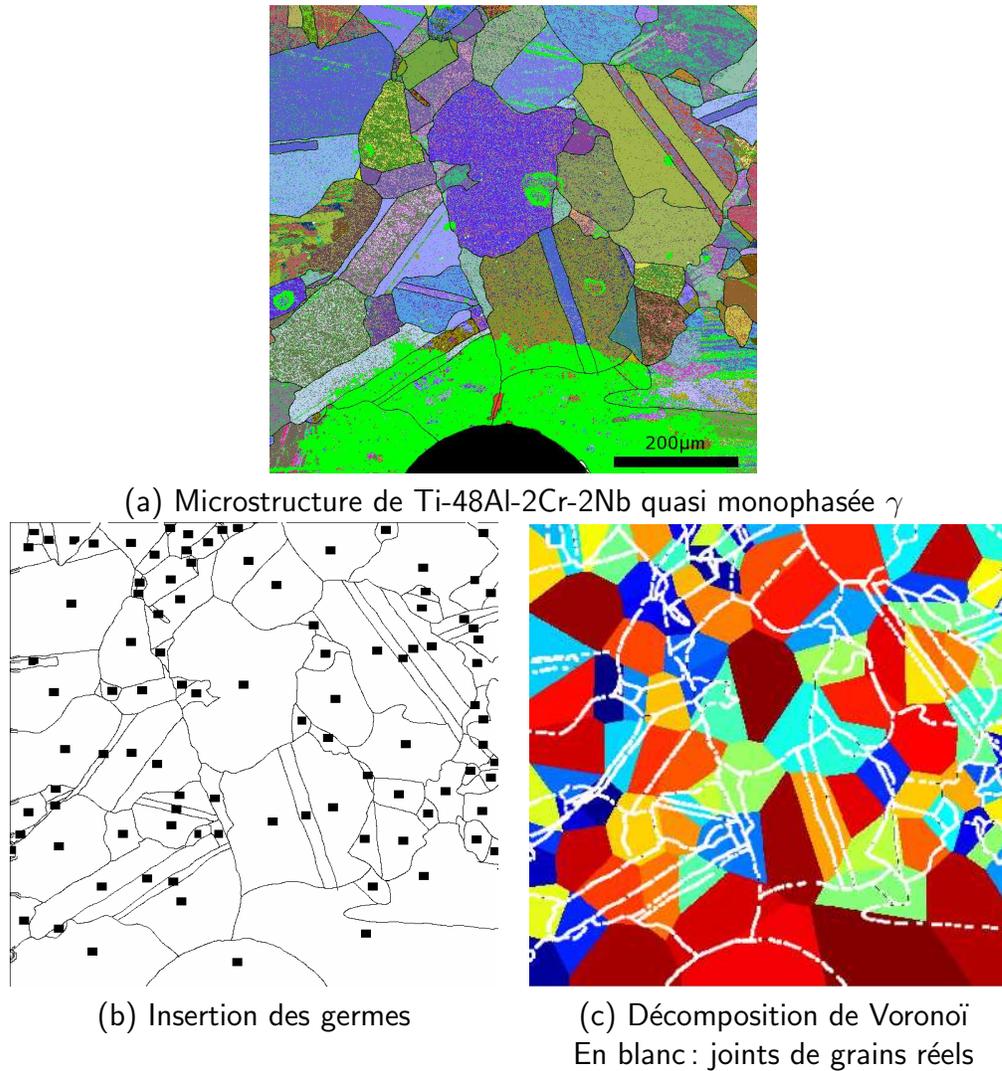


FIG. 2.20 – Génération de microstructures par la technique de décomposition de Voronoï. Application aux microstructures quasi monophasées  $\gamma$  des alliages TiAl.

La figure 2.20 représente un exemple d'application de pavage de l'espace par la technique de décomposition de Voronoï. Pour vérifier l'applicabilité de la méthode aux microstructures TiAl, dont un exemple est représenté sur la figure 2.20-(a), les germes n'ont pas été positionnés de manière aléatoire, mais ont été superposés aux coordonnées des barycentres de chaque grain de la microstructure réelle, obtenue par l'EBSD (cf. fig. 2.20-(b)), premier exemple d'introduction de mesures expérimentales. Le pavage a ensuite été réalisé comme décrit précédemment. La microstructure créée (cf. fig. 2.20-(c)) est très différente de la microstructure réelle (dont les joints de grains sont représentés en blanc) car cette technique est incapable de gérer les grains allongés ainsi que les macles. Afin de contrer ce problème, une variante a été apportée à la technique de Voronoï : l'information morphologique est in-

roduite via l'utilisation d'ellipses, représentant la forme des grains. Elles ont été associées à chaque germe comme cela est représenté par la figure 2.21-(a).

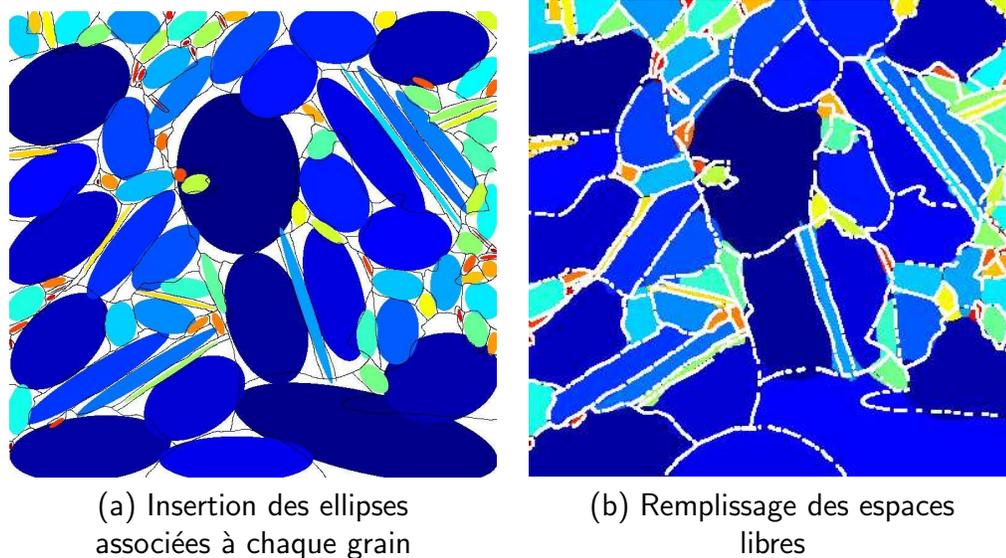


FIG. 2.21 – Génération de microstructures par une variante de la décomposition de Voronoï. Application aux microstructures quasi monophasées  $\gamma$  des alliages TiAl.

Les ellipses associées à chaque grain ont été obtenues grâce au logiciel *ImageJ*[2] à partir de l'image des joints de grains. Elles possèdent la même surface que les grains qui leur sont associés, et leur rapport de forme ainsi que leur positionnement sont optimisés de manière à recouvrir au maximum la zone correspondant au grain réel associé, garantissant ainsi l'obtention de la texture expérimentale. Les points de l'espace attachés à aucune des ellipses, sont ensuite associés, non plus au centre du germe le plus proche, mais au point du contour de l'ellipse la plus proche. Cela permet de créer des microstructures telles que celle présentée sur la figure 2.21-(b). La superposition des joints de grains obtenus après traitement de la cartographie EBSD avec la microstructure générée permet de vérifier la concordance entre les deux microstructures. Dans ce cas, on peut remarquer qu'il y a une très bonne similitude entre la microstructure virtuelle et la microstructure réelle.

Si les joints de grains sont superposés à l'analyse EBSD originale (fig. 2.22), on observe une erreur sur le positionnement du joint de grain de 10 pixels (correspondant ici à 10  $\mu\text{m}$ ) environ au maximum. Cette erreur est de l'ordre de grandeur de l'erreur obtenue lorsque l'on superpose la cartographie EBSD aux champs de déformation mesurés comme nous le verrons lors du chapitre suivant.

L'association d'ellipses aux germes de l'espace semble donc être une méthode beaucoup plus performante pour la génération de microstructures réalistes que la méthode de Voronoï. D'autre part, les joints de grains ainsi créés sont moins rectilignes que ceux formés par le pavage de Voronoï. Ces résultats nous laissent donc penser que la simulation de microstructures en trois dimensions à partir d'ellipsoïdes distribués dans l'espace permettrait de représenter des microstructures réalistes. Cette étude fait l'objet du paragraphe suivant.

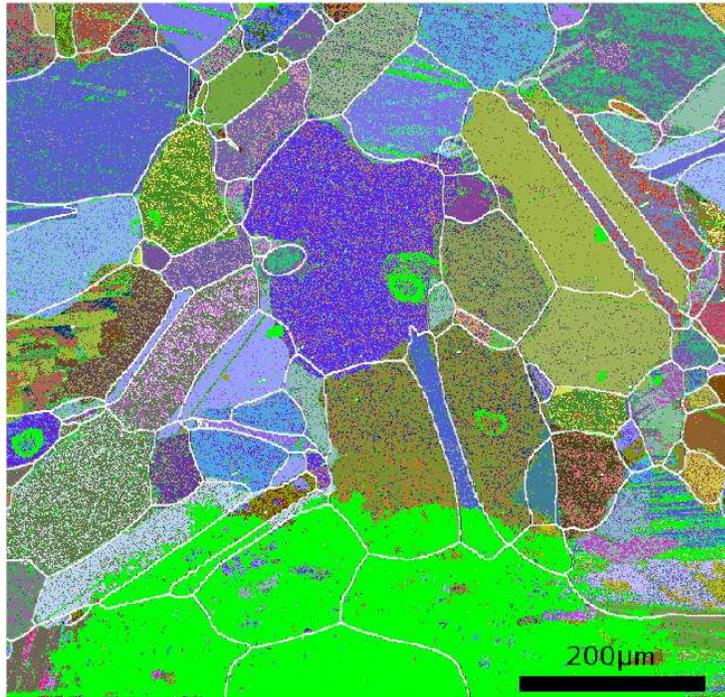


FIG. 2.22 – Superposition des joints de grains de la microstructure simulée avec la cartographie réelle EBSD.

### 2.3.2 Simulations tri-dimensionnelles

La simulation de microstructures réalistes en 3D permettrait, comme cela a déjà été mentionné en introduction de cette section, de pouvoir répondre à la question de l'influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques mesurés expérimentalement. Ainsi, l'objectif ici est de simuler des grains sous une surface caractérisée expérimentalement par l'analyse EBSD, en prenant en compte le maximum d'informations statistiques expérimentales (textures morphologique et cristallographique) de manière à réaliser des microstructures les plus réalistes possible. Nous avons vérifié précédemment en 2D que l'utilisation des polyèdres de Voronoï ne suffisait pas à décrire correctement les microstructures et que l'introduction d'ellipses permettrait de simuler des microstructures beaucoup plus réalistes. L'utilisation d'ellipsoïdes en 3D permettra de décrire correctement la texture morphologique du matériau. Il restera ensuite à attribuer des orientations cristallographiques à chacun des grains créés de manière à représenter correctement la texture cristallographique.

#### Méthodologie de génération de microstructures volumiques [21]

La création de microstructures en 3 dimensions, avec surface expérimentale, peut se décomposer en quatre étapes : (1) la définition des ellipses associées à la microstructure de surface obtenue après analyse EBSD, (2) l'association des ellipsoïdes aux ellipses de surface (3) la création des ellipsoïdes de la microstructure sous la surface et enfin (4) le remplissage des voxels non affectés situés entre les ellipsoïdes.

Les ellipses sont obtenues par analyse d'une image de joints de grains avec le logiciel *ImageJ*, comme explicité précédemment.

L'évaluation du volume des grains à partir d'une coupe de surface n'est pas direct. Aussi peut-on s'intéresser aux techniques de champs de phase ou de Monte-Carlo pour évaluer la distribution de tailles de grains dans le volume [62]. Dans notre cas, nous avons émis plusieurs hypothèses à partir des informations de surface et évalué ensuite leur pertinence en comparant des statistiques (distribution de taille de grains, texture, etc.) de coupes effectuées aléatoirement dans le volume avec les statistiques expérimentales, obtenues en surface.

Dans le cas de microstructures ne possédant pas de texture morphologique marquée, nous estimons qu'une seule coupe suffit. Dans le cas contraire, il est nécessaire de réaliser au moins une, voire deux, analyses complémentaires de coupes perpendiculaires entre elles. Ensuite les hypothèses suivantes ont été prises pour la création des ellipsoïdes de surface :

1. Le centre de l'ellipsoïde coïncide avec le centre de l'ellipse associée au grain de la surface considérée.
2. Un des trois axes principaux de l'ellipsoïde coïncide avec l'un des deux axes principaux de l'ellipse.

Ces hypothèses permettent de simplifier le problème, tout en étant restrictif, de manière à respecter les distributions obtenues en surface, ce qui pourrait ne pas être le cas en utilisant trop de paramètres aléatoires pour la création des ellipsoïdes de surface. En effet, c'est à partir de cette couche surfacique que sont réalisées les statistiques *expérimentales* sur la distribution du volume des ellipsoïdes servant de base à la génération des ellipsoïdes sous la surface. Avec ces hypothèses, il faut donc tirer au hasard un des axes de l'ellipsoïde et un des axes de l'ellipse, puis un angle pour positionner la direction des deux autres axes de l'ellipsoïde. Enfin, les longueurs des deux axes non définis sont choisis de manière à respecter les distributions des rapports  $c/a$  et  $b/a$  reproduisant la distribution expérimentale  $b/a$  ( $a$ ,  $b$  et  $c$  étant les axes des ellipsoïdes avec  $a < b < c$ ).

Après réalisation de ces deux premières étapes illustrées par les figures 2.23(a - b), l'étape suivante consiste à remplir le volume sous la surface. Pour cela, les statistiques de distribution de volume des grains et des ratio  $c/a$  et  $b/a$  sont évalués à partir des ellipsoïdes "surfaiques" créés précédemment. Un certain nombre d'ellipsoïdes (défini par l'utilisateur) sont ensuite intégrés dans le volume en respectant ces statistiques de surface. Cette implémentation ne peut pas être réalisée entièrement de manière aléatoire. En effet, les premiers essais ont montré des pourcentages très importants de voxels non affectés, après insertion des ellipsoïdes, ce qui empêchait le contrôle de la distribution de taille de grains. Ainsi, une méthode a été proposée et implémentée par St-Pierre [68]. Elle consiste à commencer l'implémentation par le tiers des ellipsoïdes correspondant aux plus gros grains puis de remplir le "vide" restant avec les autres ellipsoïdes de tailles plus petites. Pour la première étape, le centre et l'orientation des ellipsoïdes sont tirés au hasard et un test est effectué, pour chaque nouvel ellipsoïde ajouté, afin de connaître le pourcentage de superposition éventuel de celui-ci avec un ellipsoïde déjà présent dans le volume. Si ce taux est inférieur à une borne estimée par l'utilisateur, l'ellipsoïde est accepté, sinon, celui-ci est décalé dans la direction définie par la droite passant par les centres des deux ellipsoïdes en question.

Les deux tiers d'ellipsoïdes restants sont implémentés en combinant cette dernière technique avec une recherche d'emplacement optimum (procédure de compactage). Pour cela, le volume est divisé en sous-volumes (généralement 1000) et ces derniers sont ensuite classés

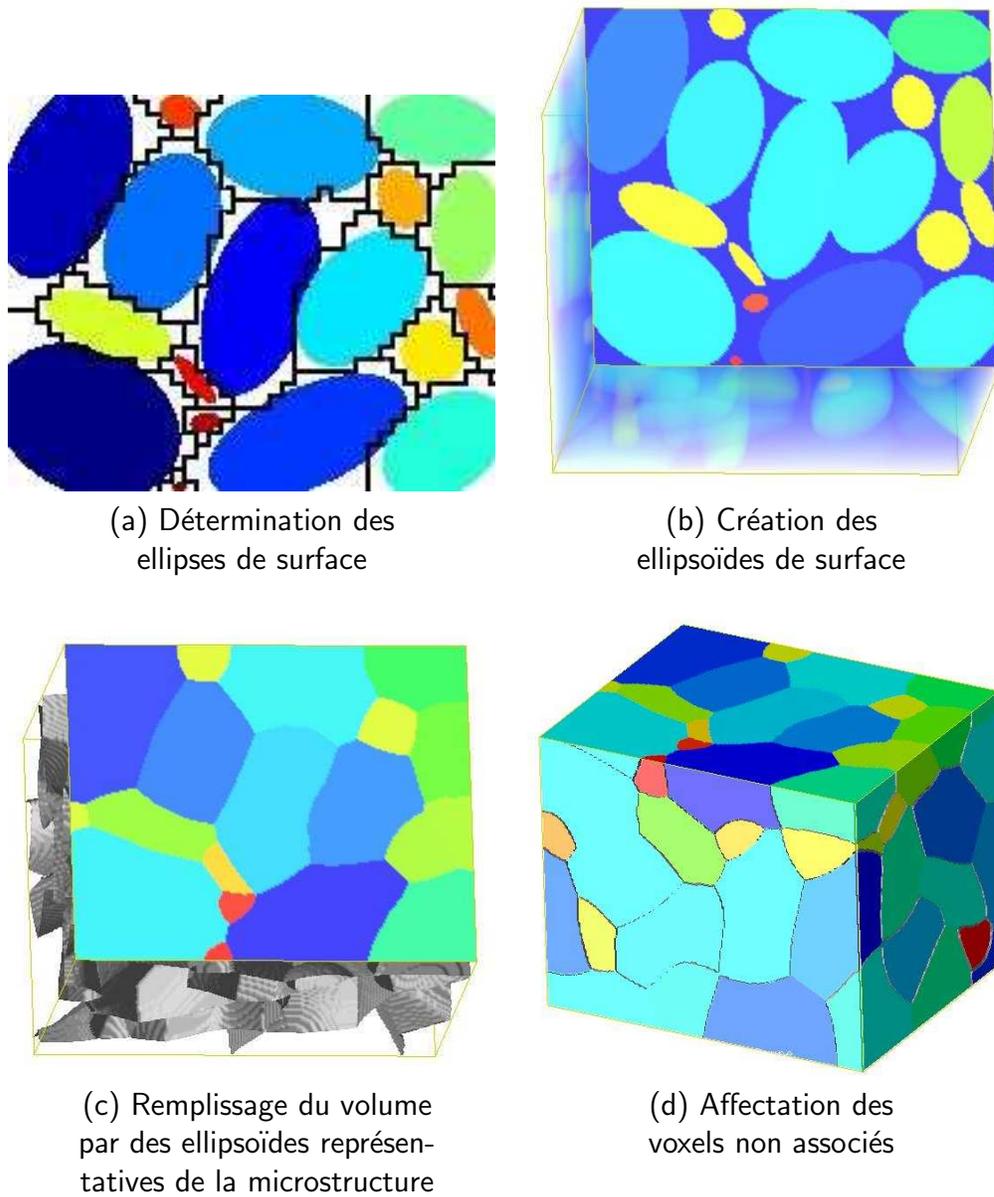


FIG. 2.23 – Différentes étapes de la création d’une microstructure sous une surface connue expérimentalement [21].

suivant leur pourcentage de vide (c’est-à-dire de voxels non attribués à un ellipsoïde). L’implémentation des ellipsoïdes de plus grande taille sera donc réalisée en priorité dans les sous-volumes contenant le plus de voxels libres. La procédure d’implémentation au sein des sous-volumes est identique à celle précédemment décrite. Le déplacement pour respecter le pourcentage de superposition est également appliqué.

Cette technique permet de passer de 55 % de voxels non affectés, dans le cas d’une distribution aléatoire, à 35 % de vide après implémentation de tous les ellipsoïdes. Elle permet donc de maîtriser au mieux les tailles de grains préalablement définies par les ellipsoïdes de surface. Le vide est ensuite comblé en associant chaque voxel libre à l’ellipsoïde le plus proche [68].

La toute dernière étape dans le processus de création de microstructure consiste en

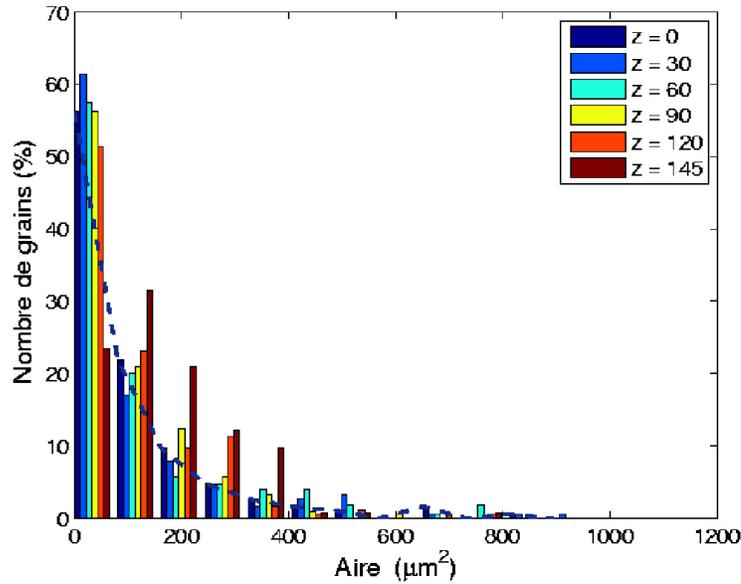


FIG. 2.24 – Distribution des surfaces de grains pour différentes coupes effectuées parallèlement à la surface ( $z=0$ ) observée expérimentalement [21].

l'association d'une orientation cristallographique (définie par les trois angles d'Euler  $\phi_1, \Phi$  et  $\phi_2$ ) à chaque ellipsoïde en se basant sur la distribution des orientations (ou texture cristallographique) obtenue par l'analyse de la surface. La méthodologie employée est similaire à celle de Saylor et al. [64] et est décrite dans l'article [21]. Elle consiste simplement en l'attribution d'un même pourcentage de voxels d'une orientation donnée que le pourcentage de pixels obtenu par l'analyse EBSD par rapport au nombre de pixels de l'image. En l'absence d'informations sur les corrélations entre morphologies et orientations cristallographiques, le plus fort pourcentage de texture sera attribué aux ellipsoïdes de plus grand volume et ainsi de suite.

L'analyse de différentes coupes d'un volume simulé a été réalisée sur une microstructure de Zirconium possédant une texture cristallographique très marquée [21]. Cette analyse présente une très bonne similitude entre la texture de différentes coupes et celle obtenue en surface ainsi qu'une bonne concordance entre les distributions des tailles de grains comme le montre la figure 2.24 pour une microstructure de  $145 \times 145 \times 145$  voxels.

Différentes options peuvent maintenant être ajoutées aux microstructures simulées, comme la présence d'une deuxième phase ou de macles de recuit.

### Introduction d'une seconde phase

Pour l'introduction d'une deuxième phase, nous avons considéré, dans un premier temps, des particules sphériques distribuées aléatoirement dans la microstructure. Cette distribution peut, par exemple, représenter des précipités dans la matrice. Une distance minimale de séparation entre deux inclusions peut être ajoutée.

Une amélioration possible de cette partie pourrait être la distribution de cette deuxième phase de façon non aléatoire, comme au niveau des joints de grains comme c'est le cas de la phase  $\alpha_2$  dans les microstructures monophasées gamma de l'alliage 47M (figure 2.12, page 36).

## Introduction de macles

La dernière amélioration du programme *Micro3D* est l'ajout de macles de recuit pour les mailles de structure Cubique à Faces Centrées. Pour cela, après la création de la microstructure sans macle, un pourcentage de volume maclé est intégré au sein de cette dernière. Une position dans le grain est donc tirée au hasard puis, connaissant l'orientation cristallographique du matériau et l'épaisseur de la macle, une "bande" est extraite du grain respectant les caractéristiques morphologiques de la macle, c'est-à-dire joints de macles parallèles au plan d'accrolement cristallographique et volume inférieur à un certain pourcentage du volume du grain. Cette bande possédera une orientation cristallographique désorientée d'un angle de  $60^\circ$  par rapport à un axe de type (111) tiré au hasard, par rapport à l'orientation du grain auquel elle appartient.

La mise en place de ces outils de simulation devrait permettre la réalisation de microstructures les plus réalistes possibles grâce à l'intégration d'un maximum de paramètres microstructuraux obtenus par les techniques d'analyse de microstructures telles que l'EBSD. Cet outil de simulation nous semblait indispensable afin d'être capable de répondre à l'objectif global de l'étude de mettre en place une méthodologie permettant de mieux comprendre l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques des alliages TiAl. D'autre part, cet outil permet de pouvoir apporter des informations quant à la validité de la méthodologie employée pour laquelle, seule des mesures surfaciques de la microstructure ne peuvent être réalisées comme nous l'avons présenté dans ce chapitre. Le couplage entre ces analyses de microstructures avec les mesures de champs de déformation ainsi que les modélisations par éléments finis est présenté dans le chapitre suivant.



# Bibliographie

- [1] <<http://www.cfm56.com>>.
- [2] ImageJ. Disponible sur <http://rsb.info.nih.gov/ij/>.
- [3] A. Alpers, E. Knudsen, H.F. Poulsen, and G.T. Herman. Resolving ambiguities in reconstructed grain maps using discrete tomography. Electronic Notes in Discrete Mathematics, 20 : 419–437, 2005.
- [4] F. Appel, M. Oehring, and R. Wagner. Novel design concepts for gamma-base titanium aluminide alloys. Intermetallics, 8 : 1283–1312, 2000.
- [5] F. Appel and R. Wagner. Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides. Mat. Sc. Eng., R22 : 187–268, 1998.
- [6] M. Badami and F. Marino. Fatigue tests of un-HIP'ed  $\gamma$ -TiAl engine valves for motorcycles. Int. J. Fat., 28 : 722–732, 2006.
- [7] O. Berteaux. Etude des mécanismes d'écrouissage et d'endommagement cycliques des alliages TiAl élaborés par métallurgie des poudres. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, France, 2005.
- [8] M. Beschliesser, A. Chatterjee, A. Lorich, W. Knabl, H. Kestler, G. Dehm, and H. Clemens. Design fully lamellar microstructures in a  $\gamma$ -TiAl based alloy: adjustment and microstructural changes upon long-term isothermal exposure at 700 and 800°C. Mat. Sc. Eng. A, 329-331 : 124–129, 2002.
- [9] N. Bilger, G. Bertolino, J. Crépin, M. Dexet, and E. Héripéré. Simulations et effet de la microstructure sur la réponse globale et sur les champs locaux. Journée Thématique MECAMAT, Marne la Vallée, France, 2004.
- [10] M.J. Blackburn. The science, technology and application of titanium. Pergamon Press, 1970.
- [11] M. Blum, G. Jarczyk, H. Scholz, S. Pleier, P. Busse, H.J. Laudenberg, K. Segtrop, and R. Simon. Prototype plant for the economical mass production of TiAl-valves. Mat. Sc. Eng. A, 329-331 : 616–620, 2002.
- [12] A. Brückner-Foit and X. Huang. Numerical simulation of micro-crack initiation of martensitic steel under fatigue loading. Int. J. of Fatigue, 28 : 963–971, 2006.
- [13] G. Cailletaud, S. Forest, D. Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury, and S. Quilici. Some elements of microstructural mechanics. Comp. Mat. Sc., 27 : 351–374, 2003.
- [14] K.S. Chan and Y.-W. Kim. Influence of microstructure on crack-tip micromechanics and fracture behaviors of a two-phase TiAl alloy. Metal. Trans. A, 23A : 1663–1677, 1992.
- [15] D. Chandley. Use of gamma titanium aluminide for automotive engine valves. Metall. Sc. Tech., 18 : 8–11, 2000.

- [16] X. F. Chen, R. D. Reviere, B. F. Oliver, and C. R. Brooks. The site location of Zr atoms dissolved in TiAl. Scripta Metal. Mater., 27: 45–49, 1992.
- [17] H. Clemens, A. Bartels, S. Bystrzanowski, H. Chladil, H. Leitner, G. Dehm, R. Gerling, and F.P. Schimansky. Grain refinement in  $\gamma$ -TiAl-based alloys by solid state phase transformations. Intermetallics, 14: 1380–1385, 2006.
- [18] A. Couret, M. Grange, A. Lasalmonie, Y. Bréchet, and P. Belaygue. Le contrat de programme et de recherche TiAl : un exemple de collaboration coordonnée entre recherche académique et industrie. Mat. Techn., 1-2: 3–12, 2004.
- [19] A. Denquin. Etude des transformations de phase et approche du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl : une contribution au développement de nouveaux alliages intermétalliques. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologie de Lille, France, 1994.
- [20] A. Denquin and S. Naka. Phase transformation mechanisms involved in two-phase TiAl based alloys - I. Lamellar structure formation. Acta Mater., 44 (1): 343–352, 1996.
- [21] M. Dexet, E. Héripéré, L. St-Pierre, J. Crépin, G. Bertolino, and N. Bilger. 3D simulations of microstructures and comparison with surfaces coming from O.I.M. analysis. En cours de rédaction, pages 1–8, 2006.
- [22] P Duwez and J.L. Taylor. Crystal structure of TiAl. JOM, 4: 70–71, 1952.
- [23] Z. Fan, Y. Wu, X. Zhao, and Y. Lu. Simulation of polycrystalline structure with Voronoi diagram in Laguerre geometry based on random closed packing of spheres. Comp. Mat. Sc., 29: 301–308, 2004.
- [24] K. Gebauer. Performance, tolerance and cost of TiAl passenger car valves. Intermetallics, 14: 355–360, 2006.
- [25] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l’alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [26] A.-L. Gloanec. Mécanismes gouvernant le comportement cyclique et la résistance à la fissuration par fatigue des alliages TiAl. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, France, 2003.
- [27] A. Godfrey, D. Hu, and M. H. Loretto. Properties and microstructure of TiAl-based alloys. Mat. Sc. Eng. A, 239-240: 559–563, 1997.
- [28] F. Guo. L’influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d’un alliage intermétallique biphasé à partir de TiAl. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, Paris, France, 2001.
- [29] Y. L. Hao, D. S. Xu, Y. Y. Cui, R. Yang, , and D. Li. Site occupancies of alloying elements in TiAl and Ti<sub>3</sub>Al alloys. Acta Mater., 47: 1129–1139, 1999.
- [30] K. Hashimoto, Kimura M., and Mizuhara Y. Alloy design of gamma titanium aluminides based on phase diagrams. Intermetallics, 6: 667–672, 1998.
- [31] L. M. Hsiung and T. G. Nieh. Microstructures and properties of powder metallurgy TiAl alloys. Mat. Sc. Eng. A, 364: 1–10, 2004.
- [32] D. Hu, X. Wu, and M.H. Loretto. Advances in optimisation of mechanical properties in cast TiAl alloys. Intermetallics, 13: 914–919, 2005.
- [33] S.C. Huang. Alloying considerations in gamma-based alloys. Proc. First Int. Symp. Struct. Intermet., TMS, USA, 1993.

- [34] S.C. Huang and E.L. Hall. The effects of Cr additions to binary TiAl-base alloys. Metal. Trans. A, 22: 427–438, 1991.
- [35] S.C. Huang, D.W. McKee, D.S. Shih, and J.C. Chesnutt. TiAl alloys containing chromium and niobium. Intermetallic Compounds - Structure and Mechanical properties, JIMIS 6, 1991.
- [36] H. Inui, M.H. Oh, A. Nakamura, and M. Yamaguchi. Ordered domains in TiAl co-existing with  $Ti_3Al$  in the lamellar structure of Ti-rich TiAl compounds. Phil. Mag. A, 66 (1): 539–555, 1992.
- [37] Y. Jin, J. N. Wang, J. Yang, and Y. Wang. Microstructure refinement of cast TiAl alloys by  $\beta$  solidification. Scripta Mater., 51: 113–117, 2004.
- [38] S.A. Jones and M.J. Kaufman. Phase equilibria and transformations in intermediate titanium–aluminum alloys. Acta Met. Mat., 41: 387–398, 1993.
- [39] M.T. Jovanovic, B. Dimcic, I. Bobic, S. Zec, and V. Maksimovic. Microstructure and mechanical properties of precision cast TiAl turbocharger wheel. J. Mar. Proc. Tech., 167: 14–21, 2005.
- [40] T. Kanit, S. Forest, I. Galliet, V. Mounoury, and D. Jeulin. Determination of the size of the representative volume element for random composites: statistical and numerical approach. Int. J. Sol. Struct., 40: 3647–3679, 2003.
- [41] U.R. Kattner, J.-C. Lin, and Y.A. Chang. Thermodynamic assessment and calculation of the Ti-Al system. Met. Trans. A, 23A: 2081–2090, 1992.
- [42] Y.-W. Kim. Progress in the understanding of gamma titanium aluminides. JOM, pages 40–47, 1991.
- [43] Y.-W. Kim. Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy. Acta metall. mater., 40 (6): 1121–1134, 1992.
- [44] Y.-W. Kim. Ordered intermetallic alloys, part III: Gamma titanium aluminides. JOM, pages 30–39, 1994.
- [45] Y.-W. Kim. Effects of microstructure on the deformation and fracture of  $\gamma$ -TiAl alloys. Mat. Sc. Eng. A, 192/193: 519–533, 1995.
- [46] C. Koeppe, A. Bartels, J. Seeger, and H. Mecking. General aspects of the thermomechanical treatment of two-phase intermetallic TiAl compounds. Met. Trans. A, pages 1795–1806, 1993.
- [47] D. G. Konitzer, I. P. Jones, and H. L. Fraser. Site occupancy in solid solutions of Nb in the intermetallic compounds TiAl and  $Ti_3Al$ . Scripta Metal., 20: 265–268, 1986.
- [48] D. E. Larsen, L. Christodoulou, S. L. Kampe, and R. Sadler. Investment-cast processing of  $XD^{TM}$  near- $\gamma$  titanium aluminides. Mat. Sc. Eng. A, 144: 45–49, 1991.
- [49] R.A. Lebensohn, O. Castelnau, R. Brenner, and P. Gilormini. Study of the anti-plane deformation of linear 2-d polycrystals with different microstructures. Int. J. Sol. Struct., 42: 5441–5459, 2005.
- [50] A.C. Lewis and A.B. Geltmacher. Image-based modeling of the response of experimental 3D microstructures to mechanical loading. Scripta Mater., 55: 81–85, 2006.
- [51] H.A. Lipsitt, D. Shechtman, and R.E. Schafrik. The deformation and fracture of TiAl at elevated temperature. Metall. Trans., 6A: 1991–1996, 1975.
- [52] C.T. Liu and P.J. Maziasz. Microstructural control and mechanical properties of dual-phase TiAl alloys. Intermetallics, 6: 653–661, 1998.

- [53] K. Liu, Y.C. Ma, M. Gao, G.B. Rao, Y.Y. Li, K. Wei, X. Wu, and M.H. Loretto. Single step centrifugal casting TiAl automotive valves. Intermetallics, 13: 925–928, 2005.
- [54] M.H. Loretto, D. Horspool, R. Botten, D. Hu, Y.G. Li, D. Srivastava, and R. Sharman. Controlling the properties of some ordered Ti-based alloys. Mat. Sc. Eng. A, 329-331: 1–6, 2002.
- [55] E.A. Loria. Gamma titanium aluminides as prospective structural materials. Intermetallics, 8: 1339–1345, 2000.
- [56] E.A. Loria. Quo vadis gamma titanium aluminide. Intermetallics, 9: 997–1001, 2001.
- [57] S. Malinov, T. Novoselova, and W. Sha. Experimental and modelling studies of the thermodynamics and kinetics of phase and structural transformations in a gamma TiAl-based alloy. Mat. Sc. Eng. A, 386: 344–353, 2004.
- [58] J.B. McAndrew and H.D. Kessler. Ti-36%Al as a base for high temperature alloys. J. Metals, 8: 1348–1353, 1956.
- [59] C. McCullough, J.J. Valencia, C.G. Levi, and R. Mehrabian. Phase equilibria and solidification in Ti-Al alloys. Acta Metallurgica, 37: 1321–1336, 1989.
- [60] E. Mohandas and P. A. Beaven. Site occupation of Nb, V, Mn and Cr in  $\gamma$ -TiAl. Scripta Metal. Mater., 25: 2023–2027, 1991.
- [61] A. Ricaud. Etude microstructurale d’alliages TiAlCr et TiAlCrNb. Thèse de doctorat, Université de Rouen, France, 2003.
- [62] P.R. Rios, T.G. Dalpian, V.S. Brandão, J.A. Castro, and A.C.L. Oliveira. Comparison of analytical grain size distributions with three-dimensional computer simulations and experimental data. Scripta Mater., 54: 1633–1637, 2006.
- [63] L.L. Rishek, N.E. Biery, R. Raban, V.Z. Gandelsman, T.M. Pollock, and A.W. Cramb. Cast structure and property variability in gamma titanium aluminides. Intermetallics, 6: 629–636, 1998.
- [64] D.M. Saylor, J. Fridy, B.S. El-Dasher, K.Y. Jung, and A.D. Rollett. Statically representative three-dimensional microstructures based on orthogonal observation sections. Met. Mat. Trans. A, 35A: 1969–1979, 2004.
- [65] H. Singh and A.M. Gokhale. Visualization of three-dimensional microstructures. Mat. Char., 54: 21–29, 2005.
- [66] Y. Song, R. Yang, D. Li, Z. Q. Hu, and Z. X. Guo. A first principles study of the influence of alloying elements on TiAl: site preference. Intermetallics, 8: 563–568, 2000.
- [67] J.E. Spowart, H.M. Mullens, and B.T. Puchala. Collecting and analyzing microstructures in three dimensions: a fully automated approach. JOM, 55: 35–37, 2003.
- [68] L. St-Pierre. Etude de l’influence de la troisième dimension sur les déformations surfaciques des matériaux métalliques. Projet de Fin d’Etudes, EPF, France, 2005.
- [69] Y.Q. Sun. Strengthening of fully-lamellar TiAl: a dislocation pileup analysis. Mat. Sc. Eng. A, 239-240: 131–136, 1997.
- [70] J. Tang, B. Huang, Y. He, W. Liu, K. Zhou, and A. Wu. HallPetch relationship in two-phase TiAl alloys with fully lamellar microstructures. Mat. Res. Bull., 37: 1315–1321, 2002.
- [71] M. Thomas and S. Naka. Research and development activities on gamma titanium aluminides at ONERA. Mat. Techn., 1-2: 13–24, 2004.

- [72] M. Thomas, J.L. Raviart, and F. Popoff. Cast and PM processing development in gamma aluminides. Intermetallics, 13: 944–951, 2005.
- [73] T. Toshimitsu. Development of a TiAl turbocharger for passenger vehicles. Mat. Sc. Eng., 329-331: 582–588, 2002.
- [74] T. Tsujimoto and K. Hashimoto. Structures and properties of TiAl-base containing Mn. Proceedings Mat. Res. Soc. Symp., 1989.
- [75] V.K. Vasudevan, S.A. Court, P. Kurath, and H.L. Fraser. Effect of grain size and temperature on the yield stress of the intermetallic compound TiAl. Scripta Metal., 23: 467–469, 1989.
- [76] C. Verstraete. Etude de transformations de phase d’alliages à base TiAl se solidifiant par la phase  $\beta$ . Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, France, 1998.
- [77] J.N. Wang and Xie K. Refining of coarse lamellar microstructure of TiAl alloys by rapid heat treatment. Intermetallics, 8: 545–548, 2000.
- [78] Y. Wang, J.N. Wang, and Yang J. Superplastic behavior of a high-Cr TiAl alloy in its cast state. J. Alloys Compd., 364: 93–98, 2004.
- [79] X. Wu, D. Hu, and M.H. Loretto. Alloy and process development of TiAl. J. Mater. Sc., 39: 3935–3940, 2004.
- [80] J.P. Xu, X.J. Lin, Y.L. Wang, J.F. Gao, Z. Lin, and G.L. Chen. Microstructure and tensile properties of as-cast Ti45Al(89)Nb(W, B, Y) alloy. J. Alloys. Comp., 414: 131–136, 2006.
- [81] Y. Q. Yan, L. Zhou, W. S. Wang, and Y. N. Zhang. 8.5NbTiAl alloy with fine grains. J. All. Comp., 361: 241–246, 2003.
- [82] J. Yang, J. N. Wang, Y. Wang, Q. Xia, and B. Zhang. Control of the homogeneity of the lamellar structure of a TiAl alloy refined by heat treatment. Intermetallics, 9: 369–372, 2001.
- [83] W.J. Zhang, S.C. Deevi, and G.L. Chen. On the origin of superior high strength of Ti-45Al-10Nb alloys. Intermetallics, 10: 403–406, 2002.
- [84] R. T. Zheng, Y. G. Zhang, C. Q. Chen, and G. A. Cheng. The ambient temperature tensile behavior of duplex  $\gamma$ -TiAl-based alloys. Mat. Sc. Eng. A, 362: 192–199, 2003.
- [85] R.T. Zheng, Y.G. Zhang, and C.Q. Chen. Microcrack nucleation and its effect on plastic deformation of FL  $\gamma$ -TiAl alloy. J. Mater. Sc., 39: 1721–1725, 2004.



## Chapitre 3

# Méthodologie du couplage expériences / calculs numériques

---

Comme le montre la revue bibliographique du chapitre précédent, la microstructure des aluminures de titane joue un rôle important sur leurs propriétés mécaniques macroscopiques. Afin de mieux comprendre cette forte dépendance, une étude micromécanique a été mise en place. Celle-ci consiste à étudier le matériau à l'échelle de sa microstructure par l'analyse des champs mécaniques intragranulaires en utilisant un calcul par éléments finis avec un maillage des grains de cette microstructure. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser des lois de comportement à base physique, prenant en compte l'orientation cristallographique, ainsi que les systèmes de déformation de chaque grain, permettant de modéliser au mieux leur comportement. Dans cette étude, nous nous sommes donc attachés à mettre en place une méthodologie permettant d'optimiser les paramètres de la loi de comportement. Dans un premier temps, une loi élasto-(visco)-plastique simple à écrouissage quasi linéaire sur chaque système de glissement, ne contenant que peu de paramètres à identifier (la cission résolue critique  $\tau_0^s$  ainsi qu'un paramètre d'écrouissage), a été choisie.

L'objet de ce chapitre est donc de décrire la procédure mise en place pour l'optimisation de ces coefficients. Il s'agit de minimiser l'écart entre les résultats de la simulation numérique réalisée sur microstructure réelle et les résultats expérimentaux obtenus, non seulement à l'échelle macroscopique classique, mais également à l'échelle de la microstructure. Pour cela, les méthodes EBSD, de microlithographie, et de corrélation d'images numériques sont utilisées. La procédure peut être décomposée en 3 étapes : (1) la préparation de la surface et l'analyse de la microstructure, puis (2) l'essai mécanique et les mesures de champs, et enfin, (3) le calcul numérique et les comparaisons entre simulations et essais permettant d'optimiser les paramètres de la loi de comportement.

L'analyse de la microstructure a pour objectif principal de fournir les éléments constitutifs du maillage pour la réalisation des simulations. Il s'agit de déterminer la position des joints de grains ainsi que l'orientation cristallographique de chaque monocristal constituant la microstructure. Les orientations cristallographiques servent à alimenter la loi de comportement cristalline utilisée pour le calcul par éléments finis.

La corrélation d'images de microgrilles déposées sur la surface à étudier, permet de mesurer les déformations intragranulaires qui peuvent être directement comparées aux résultats du calcul, ou moyennées, permettant ainsi une comparaison multi-échelles. Elles

peuvent également être corrélées aux informations microstructurales par superposition aux joints de grains par exemple, de manière à connaître la localisation des concentrations des déformations au sein de la microstructure.

A chaque étape de la méthodologie, seront identifiées les sources d'incertitudes présentes et une quantification de celles-ci sera réalisée. L'objectif de cette quantification est de pouvoir définir une fonction coût pour l'optimisation des coefficients qui permette de minimiser l'influence de ces incertitudes. La connaissance de ces incertitudes permettra également de connaître l'ordre de grandeur du minimum de la fonction coût au-dessous de laquelle, l'optimisation n'a plus de sens.

---

## 3.1 Préparation de la surface et analyse de la microstructure

Dans cette partie sont décrites toutes les étapes préliminaires à l'essai mécanique, depuis la préparation de la surface de l'échantillon, jusqu'à la création du contraste local pour la corrélation d'images numériques, en passant par le dépôt de repères sur la surface de l'éprouvette et l'analyse cristallographique par EBSD. Le but principal de cette préparation est de connaître précisément la microstructure de la zone étudiée de manière à superposer ensuite les champs de déformation locaux, obtenus par la corrélation d'images, à la forme et l'orientation cristallographique des grains. La connaissance de ces deux dernières informations permet, par ailleurs, de réaliser le maillage de la microstructure réelle. D'autre part, l'analyse EBSD, lorsqu'elle est réalisée sur une surface assez grande pour être représentative de l'ensemble de la structure, permet d'obtenir des informations statistiques sur la microstructure telles que les textures cristallographique et morphologique.

Cette partie s'intéressera également à l'ensemble des incertitudes pouvant survenir dans la description de la microstructure. Ces incertitudes, lors de mesures statistiques, peuvent être négligées, mais peuvent être du premier ordre lorsque l'on veut s'intéresser à des phénomènes locaux tels que le glissement aux joints, l'endommagement ou, plus généralement, lorsque l'on souhaite décrire le champ de déplacement en tout point de la surface.

### 3.1.1 Préparation de la surface de l'échantillon

La surface à analyser nécessite une préparation soignée pour l'analyse cristallographique. Celle-ci est donc polie mécaniquement au papier abrasif jusqu'au grade 4000. Puis, un polissage électrolytique est réalisé dans une solution de 6 % d'acide perchlorique, 34 % de butylcellosolve et 60 % de méthanol. L'électrolyse est effectuée pendant 6 à 7 minutes sous une tension de 22V et à une température de -45 °C obtenue par un bain-marie d'azote liquide. Cette étape de polissage électrolytique est nécessaire pour la suppression des rayures de polissage introduisant du relief et pour la diminution des contraintes résiduelles, néfastes à l'analyse par électrons rétrodiffusés (EBSD).

L'or, répondant à ces critères, a été utilisé. Un dépôt par la technique de microlitho-

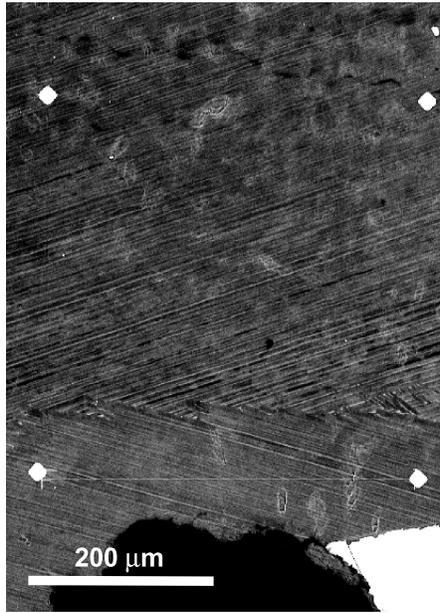


FIG. 3.1 – Image en électrons retrodiffusés de plots d'or (deux grains lamellaires).

Afin de sélectionner et retrouver la surface à étudier, des repères sont déposés sur la surface de l'éprouvette. Il s'agit de créer des marques, visibles au cours des analyses successives, qui permettent une superposition des différents champs mesurés. Ces repères doivent donc avoir un contraste chimique important avec le matériau étudié pour être visibles au microscope électronique à balayage (MEB) en mode retrodiffusé, et doivent posséder des paramètres de maille bien différents de ceux du matériau étudié pour être visibles sur une cartographie obtenue par EBSD.

graphie [1, 3] a donc été réalisé pour la création de carrés ou losanges de  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  espacés de  $400 \mu\text{m}$ . Ce choix de taille permet de retrouver aisément les plots sur une cartographie EBSD obtenue avec un pas de balayage de  $1$  à  $2 \mu\text{m}$ . La distance de  $400 \mu\text{m}$  est adaptée à la taille des images numériques prises en microscopie électronique à balayage pour la mesure du champ de déplacement.

### 3.1.2 Analyse cristallographique

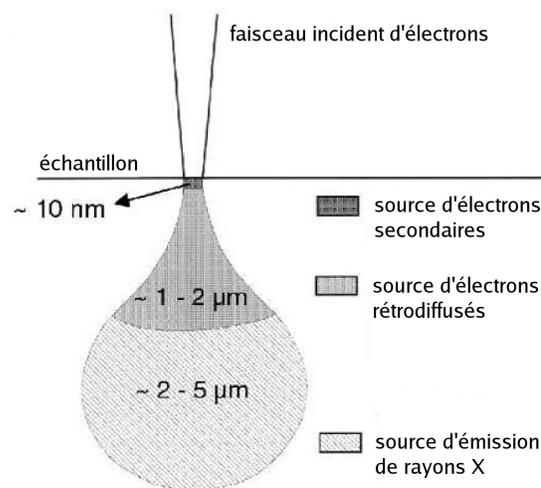


FIG. 3.2 – Interaction entre les électrons et la matière - Poire d'émission.

Suivant le type de microstructure, et notamment la taille de grain moyenne, la zone

analysée sera plus ou moins grande, car elle doit être représentative de l'ensemble de la structure si une analyse multi-échelles ou des statistiques sont souhaitées. Elle doit donc posséder la même texture cristallographique et morphologique que l'ensemble de la structure. Pour les matériaux de cette étude, cette zone varie entre  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$  pour les microstructures à grains fins, telles que celle de l'échantillon à 47 % at. d'aluminium élaboré par la voie MdP, et  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  pour les autres microstructures à grains plus gros. La validation de ces tailles de zone choisies sera effectuée si la déformation moyenne de la zone est égale à la déformation macroscopique, ce qui permettra de confirmer la représentativité, en terme de comportement mécanique, de la zone choisie. La taille du pas a été fixée à  $1 \mu\text{m}$  pour chaque analyse. Ce dernier correspond à peu près à la taille du volume de matière diffractant duquel proviennent les électrons rétrodiffusés dans le cas d'une analyse EBSD effectuée à l'aide d'un MEB classique (de l'ordre du micromètre cube - cf. fig. 3.2 pour un faisceau à incidence normale), ce qui permet d'avoir une résolution suffisante pour les grains de taille supérieure à  $10 \mu\text{m}$ .

Dans notre cas, pour un MEB XL40, la taille de spot (correspondant à la taille du faisceau d'électrons incident) est choisie égale à une valeur comprise entre 5 et 6, la tension d'accélération est de 20 kV, et l'échantillon est positionné à une distance de travail de 25 mm et un angle d'inclinaison de  $70^\circ$  pour maximiser la diffraction des électrons. Un exemple de résultat d'analyse, correspondant à la zone de la figure 3.1, est donné par la figure 3.3, où les plots d'or sont nettement visibles aux quatre coins de l'image. Chaque couleur représente un triplet d'angles d'Euler (légende en figure 3.4). Deux points sont définis comme appartenant au même grain lorsque leur désorientation relative est inférieure ou égale à  $1^\circ$ . La technique consiste à analyser une grille de points espacés d'un pas régulier.

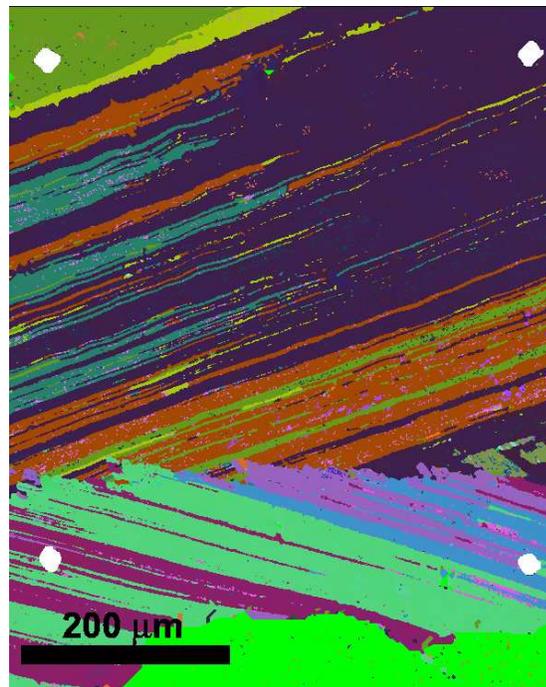
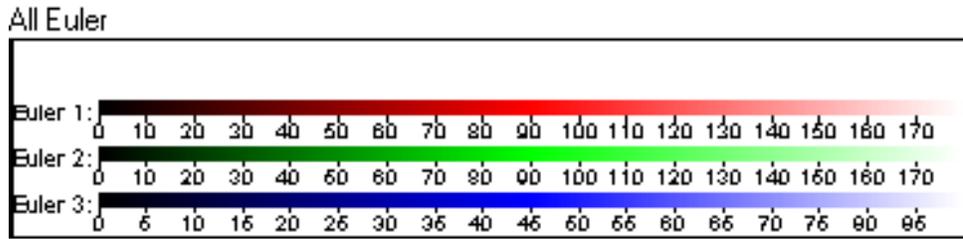
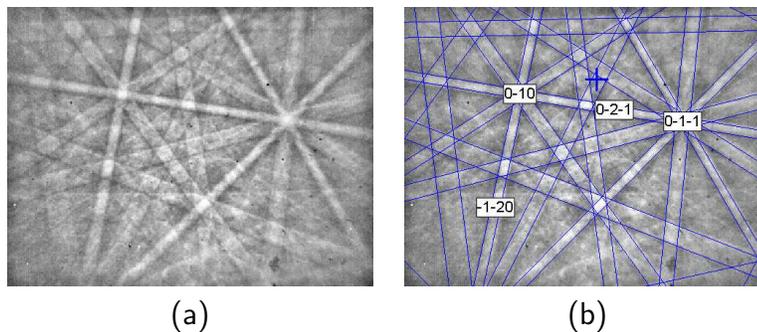


FIG. 3.3 – Cartographie EBSD d'une surface de  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ .

Pour chaque point, l'ensemble des électrons rétrodiffusés est capté par un écran phosphorescent. La diffraction des électrons suit la loi de Bragg :  $\lambda = 2d_{(hkl)} \cdot \sin\theta_{(hkl)}$  avec  $\lambda$ , la

FIG. 3.4 – Légende des cartographies EBSD.

longueur d'onde du faisceau monochromatique incident,  $d_{(hkl)}$ , la distance entre deux plans diffractants et  $\theta_{(hkl)}$ , l'angle de diffraction associé. Le faisceau d'électrons étant monochromatique, il existe donc un seul angle  $\theta_{(hkl)}$  pour chaque famille de plans diffractants  $(hkl)$ . La diffraction des électrons sur les plans va donc former deux cônes symétriques (très aplatis du fait de la petite valeur de l'angle  $\theta$  de l'ordre de  $0,5^\circ$ ). L'intersection de ces cônes avec l'écran phosphorescent forme une paire de lignes parallèles appelées lignes de Kikuchi et chaque paire de lignes est associée à un plan diffractant. La figure formée par l'ensemble de ces lignes, appelée diagramme de Kikuchi, est caractéristique d'une orientation de la maille cristalline dans l'espace (voir figure 3.5).

FIG. 3.5 – (a) Diagramme de Kikuchi associé à une orientation cristalline de la maille  $\gamma$  et (b) indexation de celui-ci.

Le résultat brut, fourni par la technique de l'EBSA, ne permet pas toujours d'avoir une cartographie exploitable pour toute analyse ultérieure. En effet, certains points ne sont pas indexés, ce qui signifie que le diagramme de Kikuchi résultant de la diffraction des électrons retrodiffusés n'a pas pu être analysé. Ce phénomène s'observe notamment lors de passage aux joints de grains (ou de lamelles) où deux clichés sont superposés, ou encore lors de passage sur des endroits à fort relief. Le type de cartographie obtenu est représenté sur la figure 3.6-(1) dans le cas d'un alliage à 48 % at. d'aluminium élaboré par fonderie (cf. §2.2 page 34). Celui-ci possède une microstructure duplex et nécessite donc plusieurs traitements pour le cas des grains monophasés et pour le cas des grains lamellaires biphasés.

Le traitement des cartographies EBSD, réalisé avec le logiciel *Flamenco* de la société *HKL technology*, peut être décomposé en quatre étapes successives comme suit :

1. **Retrait des points isolés et remplissage des points non indexés (fig. 3.6(2)) :** cette étape, nécessaire au traitement de n'importe quelle analyse EBSD, consiste, dans un premier temps, à remplacer les points isolés (c'est-à-dire indexés mais dont l'ensemble des voisins possède une orientation cristallographique différente) par l'orien-

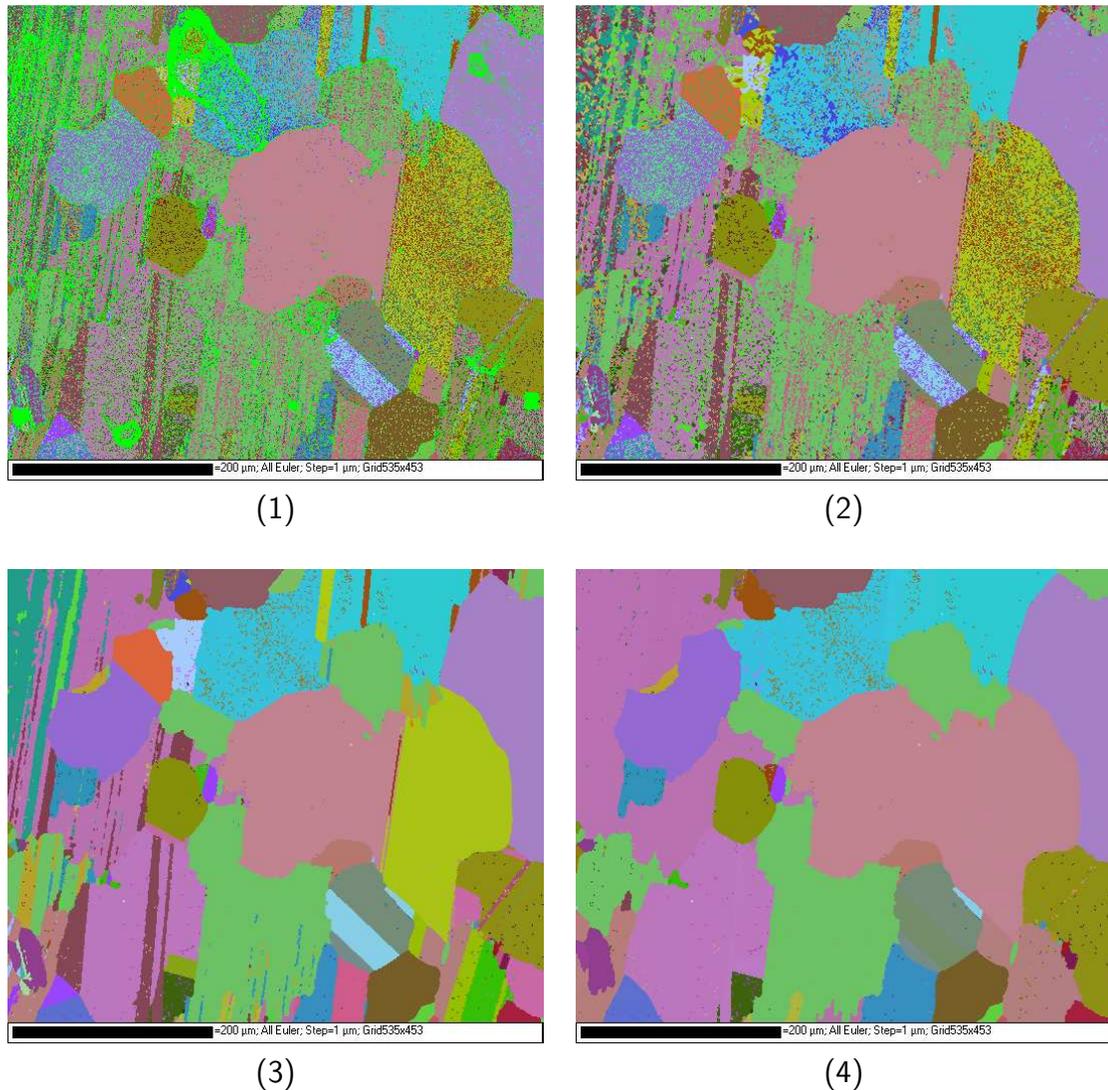


FIG. 3.6 – Différentes étapes dans le processus de traitement des résultats EBSD, illustrées ici par le matériau 48F à microstructure de type Duplex.

tation de la majorité de ses voisins, puis de choisir l'orientation la plus appropriée pour les points non indexés. Pour cela, différentes méthodologies peuvent être employées. On peut, par exemple, choisir le nombre minimum de points voisins possédant la même orientation avant d'associer cette dernière au point non indexé. Deux cas extrêmes ont été étudiés ici pour connaître l'influence de ces paramètres sur la description du joint de grain. Cette information est nécessaire à la suite de l'étude, car les joints de grains vont servir de données d'entrée pour la réalisation du maillage pour les simulations numériques.

La description du contour du grain indiqué par un carré noir sur le haut de la figure 3.7(1) est mal définie, car celui-ci est situé à un endroit particulièrement mal indexé du fait de la présence d'une tache, probablement de résine, sur la surface de l'échantillon. Deux traitements différents ont été appliqués à cette analyse : le premier a consisté à associer une orientation cristalline aux points non indexés étape par étape en diminuant au fur et à mesure le nombre de voisins minimum à considérer



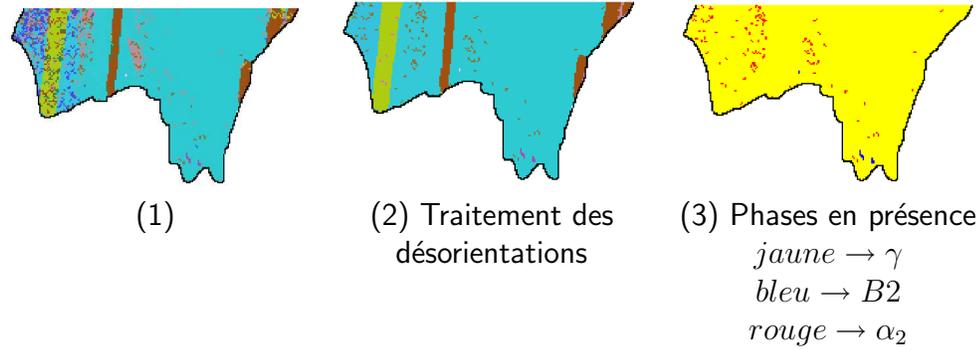


FIG. 3.8 – Traitement des désorientations de 90 °.

B2. Dans la plupart des cas, la phase B2 est tout simplement remplacée par la phase  $\gamma$ . Dans le cas d'amas qui ne sont pas situés à l'intérieur d'un autre grain (à un point triple par exemple), on considère qu'il s'agit bien de phase B2. Il n'en a pas été observé dans les quatre microstructures étudiées, ce qui est vraisemblablement dû au fait que cette phase, dans ce type d'alliages, se trouve aux joints  $\gamma$ - $\alpha_2$  sous forme d'amas de taille de l'ordre du micromètre [6, 11].

4. **Retrait des désorientations de macles pour les grains lamellaires (fig. 3.6(4)) :** la dernière phase du processus de traitement consiste en l'étude des grains lamellaires. En effet, la résolution spatiale de l'EBSD, qui est de l'ordre du micromètre, ne permet pas de visualiser chacune des lamelles de façon indépendante. Pour extraire les joints de grains, il suffit donc de considérer comme appartenant au même grain, deux points en relation de macle. Cette étape permet de retrouver le contour des grains lamellaires, cependant, elle annule également les informations relatives à la microstructure intragranulaire (différents variants de  $\gamma$  et macles) or les macles au sein des grains  $\gamma$  semblent jouer un rôle non négligeables dans l'hétérogénéité de la déformation intragranulaire. Aucune solution simple n'a été trouvée pour résoudre ce problème. La méthode usuelle consiste à sélectionner manuellement les grains lamellaires et à les traiter à part, c'est-à-dire retirer toutes les zones qui auraient été identifiées comme macle.

### 3.1.3 Création du contraste local pour la corrélation d'images

Afin de mesurer les champs de déformation à l'échelle de la microstructure, la corrélation d'images numériques, prises au MEB, est utilisée. Celle-ci consiste à mesurer les déplacements d'une grille de points virtuels sur lesquels sont centrées des *imassettes* ou domaines de corrélation. Ces domaines de corrélation, définis sur une image prise à l'instant  $t_n$ , sont recherchés dans une autre image, prise à l'instant  $t_{n+1}$ . La différence de positionnement entre les deux images définit le champ de déplacement à une translation de corps rigide près. Ce champ de déplacement est ensuite dérivé par rapport aux coordonnées de l'espace, de manière à obtenir le champ de déformation.

Afin de créer une grille virtuelle de pas le plus faible possible, dans le but d'avoir des déformations mesurées avec une base de mesure (cf. §3.2.2) la plus petite possible (inférieure à la taille de grains), un contraste artificiel à la surface de l'éprouvette doit être créé. Pour cela, plusieurs possibilités sont offertes : l'attaque chimique [15], le dépôt de particules à

la surface [7], la photo-lithographie [9, 13] ou la micro-électro-lithographie [1, 3]. C'est cette dernière technique qui a été utilisée. Un masque est donc créé par irradiation d'une résine électro-sensible (PMMA) suivant la forme d'une grille. De l'or est ensuite pulvérisé puis évaporé sur la surface avant dissolution du masque de résine. L'avantage des grilles par rapport aux autres méthodes comme le mouchetis, est de pouvoir visualiser la micro-structure sous-jacente tout en ajoutant un marquage régulier. Celui-ci permet également de retrouver facilement, à partir d'un nombre discret d'étapes, un point de mesure dans une image "très déformée", le champ de déformation étant souvent, à cette échelle, très hétérogène. Ainsi, appliquer une déformation homogène à l'imagerie de référence pour la retrouver dans l'image déformée peut ne pas être suffisant et il est alors parfois nécessaire de sélectionner manuellement les points homologues dans l'image déformée. On peut évoquer, par exemple, le cas du glissement aux joints de grains dans le cas d'essais à chaud.

L'or est choisi comme métal d'apport pour sa bonne capacité à suivre la déformation de la surface ainsi que pour son numéro atomique élevé, permettant d'obtenir un contraste suffisant, en imagerie en électrons rétrodiffusés, entre la grille et le substrat. A titre de comparaison, les numéros atomiques des éléments en présence sont repris dans le tableau 3.1 suivant :

| Élément  | Au | Ti | Al | Cr | Nb |
|----------|----|----|----|----|----|
| Num. at. | 79 | 22 | 13 | 24 | 41 |

TAB. 3.1 – Numéros atomiques de l'or par rapport aux différents éléments chimiques présents dans les alliages TiAl étudiés.

La taille du pas de la grille a été choisie égale à 1 ou 2  $\mu\text{m}$  pour tous les cas. Cette taille est proche de la taille minimale (de l'ordre de 0,7  $\mu\text{m}$ ), qui puisse être réalisée avec cette technique et le matériel utilisé (MEB Philips XL40). Elle est tout à fait adaptée à la taille moyenne des grains étudiés puisque celle-ci est supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Nous aurons donc une information sur les déformations intragranulaires. Les points de la grille virtuelle auxquels sont mesurés les déplacements, coïncident la plupart du temps avec les intersections de la grille.

## 3.2 Essai mécanique et mesures de champs

Après la préparation de la surface de l'éprouvette puis la prise des images de référence des microgrilles dans leur état non déformé, l'essai mécanique peut être réalisé.

### 3.2.1 Essai mécanique

L'essai mécanique peut être réalisé au sein de la chambre du MEB, sous microscope optique ou encore de manière conventionnelle. L'avantage d'un essai sous microscope est de pouvoir déterminer le champ de déformation à différentes étapes de l'essai et, qui plus est, sous charge. Cependant la microscopie électronique à balayage possède le désavantage de nécessiter un temps d'intégration long pour avoir des images de bonne qualité et limiter ainsi le bruit de mesure. Cette durée, de l'ordre de 20 minutes, peut générer des distorsions d'images dues à la divergence du faisceau avec le temps ou encore une relaxation du

matériau. En général, une petite décharge est effectuée pour éviter ce phénomène de relaxation. L'essai mécanique sous microscopie optique ne possède pas ce problème de temps de prise d'images. Toutefois, la résolution des images est limitée à  $0,5 \mu\text{m}$  par la longueur d'onde des photons de la lumière blanche qui varie entre 380 et 780 nm. Le microscope électronique à balayage, quant à lui, peut atteindre une résolution 100 fois supérieure pour nos applications. Cependant, pour le cas de microstructures à gros grains, le microscope optique peut être le moyen le plus approprié, car les images comportent moins de bruit de mesure, et l'incertitude sur les déformations peut ainsi être plus faible. Toutefois, la profondeur de champs étant faible, le déplacement hors plan ne doit pas être trop élevé pour garder une bonne précision sur les résultats [14].

Dans le cas de chargements complexes nécessitant un montage spécial ou dans le cas d'essais en température, l'essai in-situ est quasi impossible et, dans ce cas, les déformations sont mesurées après décharge. Il faut veiller à ne pas appliquer une déformation moyenne trop importante afin de pouvoir utiliser la corrélation d'images basée sur des hypothèses de petites perturbations liées au critère de ressemblance utilisé. Lors d'un tel essai, les conditions aux limites à appliquer au contour du domaine maillé devront être étudiées de manière détaillée afin de rendre compte de cet état déchargé [5]. Ceci fera l'objet d'une étude plus complète lors du chapitre 5.

### 3.2.2 Mesure des champs de déformation

#### Mesure du champ de déplacement

La corrélation d'images numériques permet d'obtenir, à l'étape  $n$ , le champ de déplacement des points d'une grille virtuelle entre un état à l'instant  $t_n$  et l'état à l'instant  $t_{n+1}$ . Pour cela, en chaque point de la grille, est défini un domaine de corrélation dans l'image de référence qui sera recherché dans la deuxième image. La taille de ce domaine de corrélation (appelé aussi *imagette*) est fonction du contraste de l'image. Dans le cas d'un dépôt de grille, celle-ci peut être choisie égale à la taille du pas de grille. L'objectif est donc de retrouver dans l'image déformée, un domaine de pixels qui soit le plus semblable, en termes de niveaux de gris, à l'imagette de l'image non déformée. La procédure consiste à minimiser une fonction de corrélation définie par [3]:

$$C(\underline{\Phi}) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} [g(\underline{\Phi}(X_i)) - \bar{g}_D] \cdot [f(X_i) - \bar{f}_D]}{\sqrt{\sum_{i \in D} [g(\underline{\Phi}(X_i)) - \bar{g}_D]^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} [f(X_i) - \bar{f}_D]^2}} \quad (3.1)$$

où

- $C$  est le coefficient de corrélation,
- $D$  est le domaine de corrélation,
- $\underline{\Phi}$  est la transformation mécanique, supposée être une simple translation avec éventuellement prise en compte d'une déformation homogène,
- $X_i$  et  $x_i = \underline{\Phi}(X_i)$  sont respectivement la position des pixels des domaines dans l'image de référence (non déformée) et dans l'image déformée,
- $f(X)$  et  $g(x)$  sont les niveaux de gris respectifs des domaines de pixels de l'image de référence et de l'image déformée.
- $\bar{f}_D$  et  $\bar{g}_D$  sont les moyennes des niveaux de gris sur  $D$ .

Cette technique de minimisation permet de connaître les déplacements au pixel près tout en minimisant la sensibilité à la différence de contraste entre les deux images. Une recherche *sub-pixelle* est ensuite effectuée par interpolation des niveaux de gris de l'image déformée de manière à minimiser l'incertitude à une valeur de l'ordre du dixième de pixel [3].

A l'issue de cette procédure, on connaît la valeur du champ de déplacement dans le plan en chaque intersection des barreaux de la grille :

$$\underline{u}(\underline{X}_i) = \underline{\Phi}(\underline{X}_i) - \underline{X}_i \quad (3.2)$$

Ce champ de déplacement est ensuite utilisé pour le calcul du champ de déformation. Il existe plusieurs manières de calculer le champ de déformation à partir d'un champ de déplacement. Deux méthodes sont décrites ici. La première méthode est celle utilisée par le logiciel de corrélation d'images numériques *CorrelManuV*, développé au LMS, et permet de visualiser directement les déformations à partir des déplacements connus aux intersections d'une grille régulière (virtuelle ou non). Cette méthode sera utilisée pour tous les traitements uniquement expérimentaux (superposition avec la microstructure, histogramme des déformations, ...). Pour permettre l'interface et la comparaison avec les calculs par éléments finis, une deuxième méthode sera préférée. Celle-ci consiste à utiliser les fonctions de forme des éléments finis pour calculer les déformations aux points de Gauss des éléments, à partir des déplacements connus aux nœuds du maillage.

### Calcul des déformations - première méthode [1, 3]

Le tenseur des déformations de Green-Lagrange est le plus couramment utilisé. Celui-ci, défini au point  $\underline{X}$  dans la configuration de référence, s'exprime ainsi :

$$\underline{\underline{E}}(\underline{X}) = \frac{1}{2}(\underline{\underline{F}}\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{1}}) \quad (3.3)$$

où  $\underline{\underline{F}}$  est le gradient de la transformation :

$$\underline{\underline{F}}(\underline{X}) = \frac{\partial \underline{\Phi}}{\partial \underline{X}} \quad (3.4)$$

où  $\underline{\Phi}$  est la transformation mécanique connue uniquement aux points de corrélation (points d'intersection de la grille dans notre cas).

Pour une fonction unidimensionnelle  $f$ , connue de manière discrète, l'estimation de la dérivée est donnée par une différence finie :

$$\frac{df}{dX}(X) \approx \frac{f(X + \Delta X) - f(X)}{\Delta X} \quad (3.5)$$

où les points  $X$  et  $(X + \Delta X)$  correspondent aux points de mesure et  $\Delta X$  à la base de mesure.

L'estimation de l'équation (3.5) correspond en fait à la moyenne de la dérivée cherchée sur le domaine  $D(X) = [X; X + \Delta X]$  :

$$\frac{f(X + \Delta X) - f(X)}{\Delta X} = \frac{1}{\Delta X} \int_X^{X + \Delta X} \frac{df}{dX}(u) du. \quad (3.6)$$

Cette relation unidimensionnelle peut s'étendre aux quantités tensorielles nécessaires à la caractérisation des déformations. Pour cela, on utilise le théorème de Green permettant de transformer une intégrale de surface (double) en intégrale de contour simple :

$$\underline{\underline{F}}(\underline{X}) \approx \langle \underline{\underline{F}} \rangle_{S(\underline{X})} \equiv \frac{1}{|S(\underline{X})|} \oint_{\partial S(\underline{X})} \underline{\Phi}(\underline{u}) \otimes \underline{n}(\underline{u}) d\ell_{\underline{u}} \quad (3.7)$$

où

- $S(\underline{X})$  est un domaine autour du point  $\underline{X}$  dont le contour fermé  $\partial S(\underline{X})$  s'appuie sur les points de mesure et
- $\underline{n}$  est la normale sortante du contour  $\partial S(\underline{X})$ .

Le tenseur de déformation de Green-Lagrange se déduit du gradient ainsi déterminé à l'échelle du domaine  $S(\underline{X})$  selon la relation donnée par l'équation (3.3). Ainsi :

$$\underline{\underline{E}}(\underline{X}) \approx \underline{\underline{E}}_{S(\underline{X})}(\underline{X}) = \frac{1}{2} ({}^T \langle \underline{\underline{F}} \rangle_{S(\underline{X})} \langle \underline{\underline{F}} \rangle_{S(\underline{X})} - \underline{\underline{1}}) \quad (3.8)$$

Quatre types de contour sont généralement utilisés (figure 3.9). Ils consistent en des lignes brisées passant par des points de mesure du déplacement adjacents. En supposant que le déplacement varie linéairement entre deux points de mesure, on peut écrire :

$$\begin{aligned} \langle F_{xx} \rangle_S &\approx \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ \langle F_{xy} \rangle_S &\approx \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N x_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \\ \langle F_{yx} \rangle_S &\approx \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (Y_{n+1} - Y_{n-1}) \\ \langle F_{yy} \rangle_S &\approx \frac{1}{2|S|} \sum_{n=1}^N y_n (X_{n+1} - X_{n-1}) \end{aligned} \quad (3.9)$$

où :

- $x_n$  et  $y_n$  sont respectivement les abscisse et ordonnée du  $n^{\text{ième}}$  point du contour du domaine  $S$  dans la configuration déformée et
- $X_n$  et  $Y_n$  sont les abscisse et ordonnée du  $n^{\text{ième}}$  point du contour dans la configuration initiale.

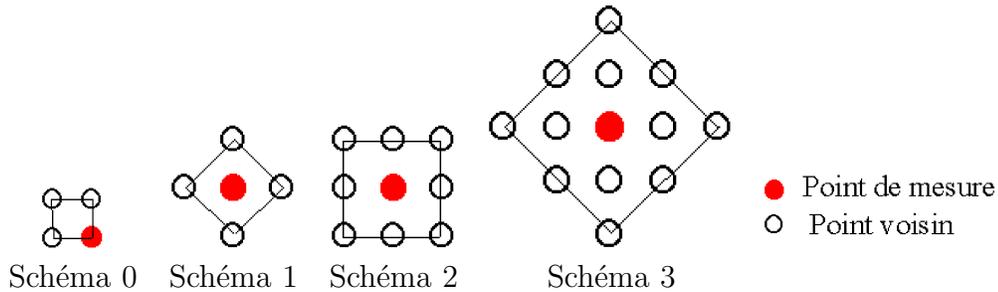


FIG. 3.9 – Schémas d'intégration possibles.

Ainsi, suivant le schéma d'intégration utilisé, la base de mesure de la déformation est plus ou moins grande et les déformations plus ou moins locales. Un compromis doit donc être fait entre l'incertitude de la mesure et la résolution spatiale. Plus le schéma comportera un nombre de points élevé, plus la mesure sera précise mais plus la base de mesure sera grande.

### Calcul des déformations : deuxième méthode [2]

Dans la méthode des éléments finis, l'espace est discrétisé en un ensemble d'éléments finis s'appuyant sur des nœuds. Chaque point de l'espace sera ensuite repéré par sa distance par rapport aux nœuds de l'élément auquel il appartient à l'aide des fonctions de forme de cet élément. On définit pour cela un espace de référence de taille unitaire dans lequel les coordonnées de tout point  $\underline{X}$  sont exprimés, dans l'espace de référence, en fonction des coordonnées des nœuds de la manière suivante (fig.3.10) :

$$\underline{X} = \sum_i \underline{N}_i(\underline{\eta}) \underline{X}_i \quad (3.10)$$

avec  $\underline{X}_i$  les coordonnées des nœuds de l'élément considéré,  $\underline{N}_i(\underline{\eta})$  la matrice des fonctions de forme de l'élément associée au nœud  $i$  de coordonnées  $\underline{X}_i$  et  $\underline{\eta}$  les coordonnées du point dans l'espace de référence. Les fonctions de forme doivent vérifier les deux conditions suivantes :

$$\begin{aligned} \underline{N}_i(\underline{\eta}_j) &= \underline{\delta}_{ij} \\ \sum_i \underline{N}_i(\underline{\eta}) &= \underline{\underline{1}} \end{aligned} \quad (3.11)$$

( $\underline{\eta}_j$  représentant les coordonnées du nœud  $j$  dans l'espace de référence).

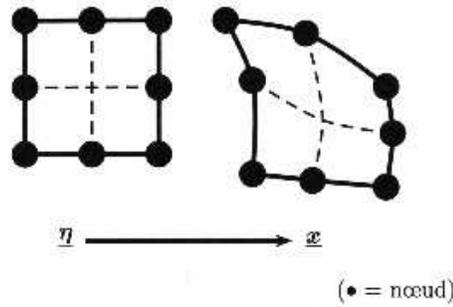


FIG. 3.10 – Nœuds d'un élément dans l'espace de référence et dans l'espace réel [2].

De la même manière, le déplacement en chaque point de l'espace peut être calculé en fonction des déplacements aux nœuds de l'élément à l'aide des fonctions d'interpolation :

$$\underline{u}(\underline{x}) = \underline{\tilde{N}}_i(\underline{\eta}) \underline{u}_i \quad (3.12)$$

Lorsque  $\underline{\tilde{N}}_i = \underline{N}_i$  (dans la plupart des cas), l'élément est dit isoparamétrique. Les fonctions de forme ou d'interpolation sont en général des polynômes fonction de  $x$ ,  $y$  et  $z$ . Le nombre de nœuds de l'élément définit le degré du polynôme : degré 1 pour des éléments linéaire possédant deux nœuds par arêtes et degré 2 pour les éléments quadratiques possédant 3 nœuds par arêtes.

Les déformations peuvent ensuite être calculées par dérivation du champ de déplacement de la manière suivante (formalisme petites déformations) :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}) = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\text{grad}}}\underline{u}(\underline{x}) + {}^T \underline{\underline{\text{grad}}}\underline{u}(\underline{x}) \right) \quad (3.13)$$

que l'on peut réécrire de la manière suivante :  $\underline{\varepsilon}(\underline{x}) = \underline{S} \cdot \underline{u}(\underline{x})$ . La déformation en tout point  $x$  dans l'élément  $i$  peut donc être déterminée à partir des déplacements aux nœuds de la manière suivante :

$$\underline{\varepsilon}_i(\underline{x}) = \underline{S} \tilde{N}_i(\eta) u_i \quad (3.14)$$

Lors du calcul par éléments finis, la déformation est calculée uniquement aux points d'intégration (ou point de Gauss) de l'élément. Deux exemples d'emplacement de points de Gauss sont illustrés par la figure 3.11.

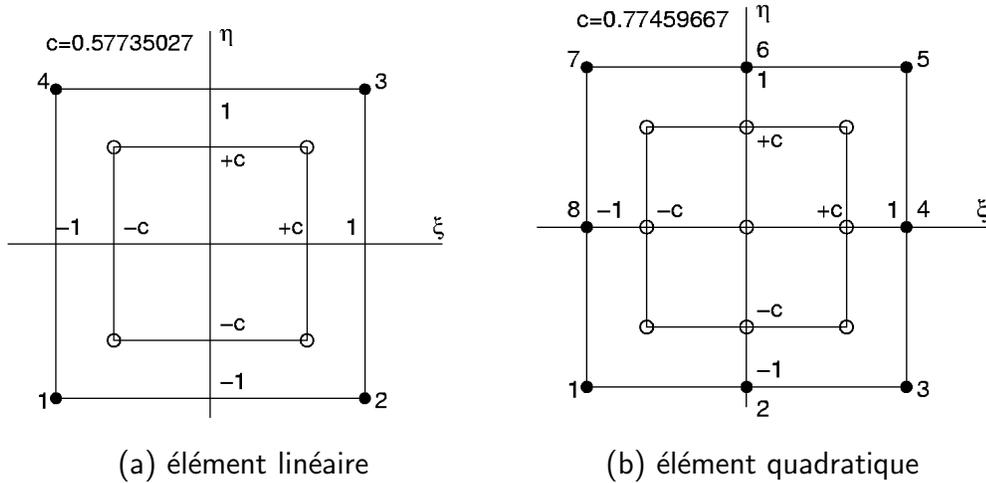


FIG. 3.11 – Emplacement des points d'intégration pour deux types d'éléments.

### Evaluation des incertitudes de mesures par corrélation d'images

Les incertitudes de mesures proviennent essentiellement de l'utilisation du MEB et du bruit inhérent à ce moyen de visualisation. L'analyse EBSD donne donc une image qui est parfois distordue, fait accentué par l'angle d'inclinaison de 70 ° (§3.1.2). Les images MEB (en électrons secondaires et retrodiffusés) possèdent également leur lot d'incertitudes. D'après Doumalin [3], l'erreur sur la mesure des déplacements par corrélation sur des images MEB provient de trois sources principales :

1. la variation de grandissement (qui est surtout présente lors d'essais in-situ pour lesquels on ne peut pas modifier la distance de travail),
2. le balayage (générant des sauts de lignes par exemple ou des rapports de forme de pixel incorrects) et
3. la dérive du faisceau d'électrons (générant une distorsion de l'image finale).

Ces erreurs peuvent être quantifiées en faisant une corrélation de deux images d'une même zone prise à deux instants différents et correspondant au même état mécanique. Les légères modifications dans les conditions de prise d'image génèrent des déformations apparentes qui permettent de quantifier le bruit de mesure soit la précision sur la base de mesure considérée. La figure 3.12 représente une telle corrélation. Dans ce cas, il n'y a eu aucun déplacement de platine ni aucune variation de grandissement, et les images ont été prises l'une après l'autre. Les variations représentent donc le minimum des incertitudes possibles (avec une base de mesure de 30 pixels) lors de la corrélation d'images prises avec ce type de

microscope (MEB Philips XL40). Les valeurs moyennes sont très proches de zéro (cf. tableau 3.2) avec un écart type de l'ordre de 0,3 % (correspondant à une incertitude standard de 0,1 pixel sur la mesure du déplacement).

Ces informations sont importantes dans le cas d'une comparaison mesures / calculs point par point, car elles devront être prises en compte lors du calcul de l'erreur (ou fonction coût) pour l'optimisation des paramètres de la loi de comportement. Ces résultats concordent avec les résultats de la thèse de Racine [10] qui observait un écart type sur la distribution des erreurs locales dans la direction 1, correspondant à la direction de balayage, d'environ 0,25 % (résultats obtenus avec une base de mesure de 41 pixels et un schéma d'intégration de type 2). Ses résultats mettent également en évidence une erreur plus élevée dans la direction 2.

Cependant, lorsque l'on prend en compte les éventuels déplacements pouvant apparaître si l'on ne positionne pas l'éprouvette exactement de la même manière dans le MEB pour les deux images, Racine montre que ces erreurs sont multipliées par un facteur 2 environ. L'analyse de l'écart type faite sur l'erreur sur le déplacement révèle des valeurs de 0,3 pixel environ pour la direction 1 et 0,9 pixel pour la direction 2 et des écarts maximum compris entre 1 et 2 pixels.

|            | $\varepsilon_{11}$ | $\varepsilon_{22}$ | $\varepsilon_{12}$ |
|------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Moyenne    | -0,002 %           | 0,005 %            | -0,005 %           |
| Ecart type | 0,266 %            | 0,350 %            | 0,170 %            |

TAB. 3.2 – Déformations moyennes et écart type générés par la distorsion d'images prises sous MEB (base de mesure : 30 pixels).

L'écart type peut être diminué en prenant une base de mesure plus grande (c'est-à-dire un schéma d'intégration plus grand), comme le montre la figure 3.12(c). Cela permet d'améliorer la qualité des résultats au détriment de la résolution spatiale de la mesure, car il s'agit d'une moyenne de la déformation sur une plus grande surface (voir fig. 3.9).

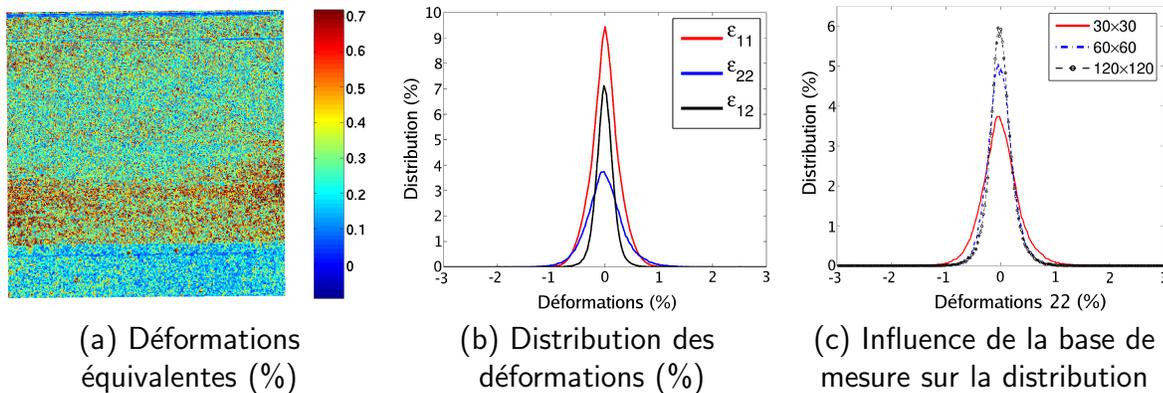


FIG. 3.12 – Corrélation sur deux images d'une même zone non déformée.

Ces études permettent de mettre en évidence une partie des erreurs associées à l'utilisation d'images numériques prises à l'aide du MEB pour l'étude de champs de déformation par corrélation d'images. Il est à noter que d'autres sources d'erreurs interviennent, comme indiqué précédemment, telles que la distance de travail générant une variation de grossissement qui est inévitable lors d'essais mécaniques in-situ.

Pour des études plus approfondies sur l'évaluation des erreurs faites lors de la corrélation d'images prises au MEB, le lecteur peut se référer, par exemple, aux travaux de thèse de Doumalin [3] et Racine [10].

Pour la suite de l'étude, nous considérerons une erreur sur le déplacement d'environ 1 pixel au maximum. L'erreur ainsi faite sur la déformation dépendra de la base de mesure (en pixel) qui dépend du grandissement auquel les images ont été réalisées.

La corrélation d'images sera également utilisée, comme nous le verrons au chapitre 4.2.3, pour l'évaluation des déformations à une échelle plus grande qui sera qualifiée de mésoscopique. Pour cela, les images d'un mouchetis, préalablement déposé sur la surface de l'éprouvette, sont prises à l'aide d'une caméra CCD. Le mouchetis est nécessaire dans notre cas, car la surface de l'éprouvette ne présente pas assez de contraste à l'état naturel. Le principe de corrélation est alors identique à celui décrit pour les microgrilles. Dans ce cas, il existe beaucoup moins de sources d'incertitude et les erreurs obtenues lors de la corrélation d'images prises à quelques secondes d'intervalle sont beaucoup plus faibles que pour la corrélation sur microgrilles, comme le montrent les résultats de la figure 3.13 et du tableau 3.3 associé. Les valeurs des écarts types sont 5 fois plus petits dans le cas du mouchetis. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par Racine [10], qui obtient une erreur maximale sur le déplacement égale à 0,06 pixel dans la direction 1 et 0,1 pixel environ pour la direction 2 dans le cas où l'on considère qu'il n'y a pas de translation entre la première et la deuxième image.

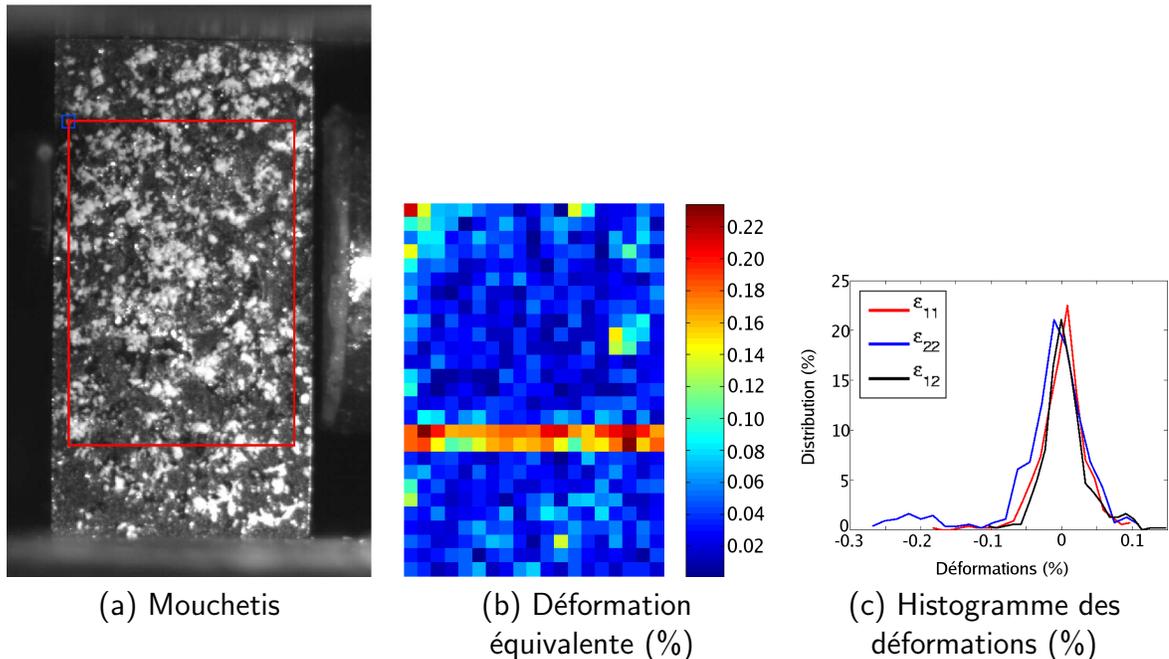


FIG. 3.13 – Correlation d'images numériques à l'échelle mésoscopique.

Dans ce cas, la taille des domaines de corrélation n'est pas imposée par la taille de la microgrille. L'utilisateur peut donc choisir la taille du domaine (ou imagerie). Il doit donc être choisi de manière à être le plus fin possible tout en garantissant un contraste de niveau de gris et en restant suffisamment large pour limiter les erreurs de mesure.

|            | $\varepsilon_{11}$ | $\varepsilon_{22}$ | $\varepsilon_{12}$ |
|------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Moyenne    | 0,001 %            | -0,018 %           | 0,006 %            |
| Ecart type | 0,033 %            | 0,065 %            | 0,032 %            |

TAB. 3.3 – Déformations moyennes et écart type caractéristiques des erreurs dans le cas de corrélation d’images sur mouchetis (base de mesure : 35 pixels).

Une autre corrélation a été réalisée sur les mêmes images que pour l’étude précédente mais avec un changement de la taille du domaine de corrélation et de la base de mesure (2 fois plus faible). Les histogrammes des déformations résultant de cette nouvelle corrélation sont représentés sur la figure 3.14(b) et mettent en évidence un étalement des histogrammes, signifiant que les incertitudes sont nettement moins élevées en prenant un domaine de corrélation plus faible, comme observé par Lecompte et al. [8]. En revanche, si l’on choisit une taille de domaine de corrélation plus grande que la distance entre deux points de mesures (fig. 3.14(a)), l’histogramme des erreurs est moins étalé mais se pose alors la question du positionnement réel du point de mesure dans l’image déformée. En effet, comme nous l’avons vu par l’équation (3.1), le point (défini par son domaine de corrélation) recherché dans l’image déformée, sera obtenu par minimisation de la différence de niveau de gris sur l’ensemble du domaine de corrélation entre l’image  $n$  et l’image  $n + 1$ , ce qui peut manquer de précision. Une déformation homogène peut toutefois être appliquée au domaine de corrélation initial de manière à mieux le retrouver dans l’image  $n + 1$ . Cette méthodologie considère donc une déformation homogène du domaine et ne tient pas compte des éventuelles fluctuations des déplacements à l’intérieur de ce domaine.

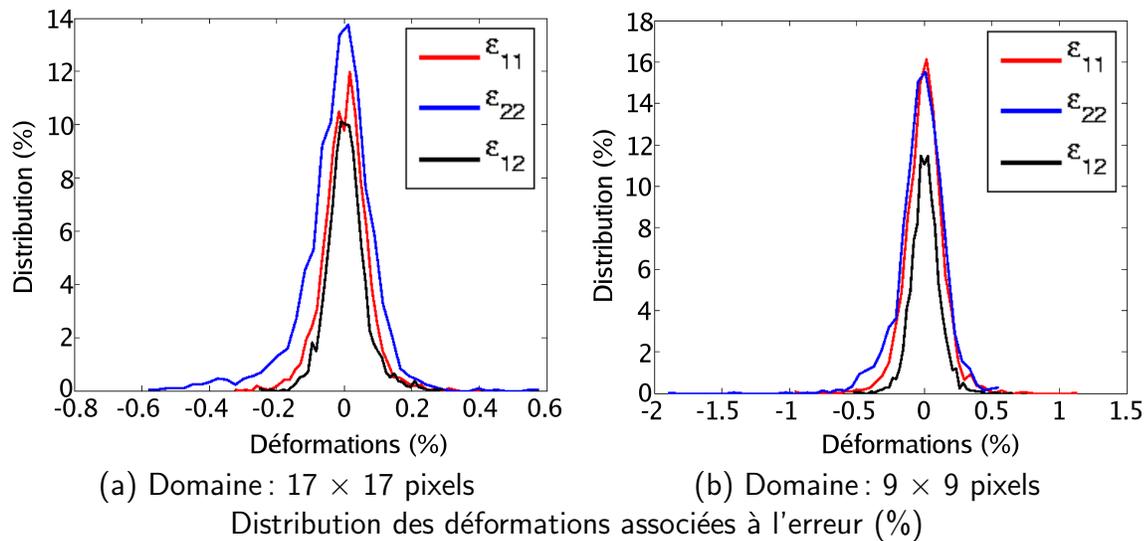


FIG. 3.14 – Influence de la taille du domaine de corrélation sur l’erreur de mesure.

Cette méthode de mesure de champs, comme nous le verrons au cours du chapitre sur la plasticité (chap. 5), est utilisée pour évaluer le degré d’hétérogénéité des déformations à l’échelle mésoscopique.

### 3.2.3 Superposition Microstructure/Champs de déformation

Nous venons de voir que l'analyse EBSD ainsi que la prise des images numériques sous MEB génèrent des distorsions inévitables. Il est donc impossible de superposer directement les informations obtenues par l'EBSD (joints de grains par exemple) avec les champs de déformation. Une des manières de s'en rendre compte assez aisément est de réaliser une mesure de déformations par corrélation de deux images, correspondant au même état mécanique, prises avec des directions de balayage de faisceau différentes ( $0^\circ$  et  $90^\circ$ ). Il est à noter que pour les analyses EBSD de cette étude, l'axe horizontal correspond à la direction suivant la longueur de l'éprouvette alors que les images MEB ont été prises à  $90^\circ$  par rapport à cette direction (axe horizontal parallèle à la direction de la largeur). Cette étude est représentée par la figure 3.15 effectuée sur une zone de  $426 \times 313 \mu\text{m}^2$  avec une base de mesure de 30 pixels soit  $2 \mu\text{m}$  (schéma d'intégration n°2). On peut ainsi avoir un aperçu de la distorsion d'image avec une déformation plus importante dans la direction 2 (égale à  $-3,9\%$  en moyenne) que dans la direction 1 (égale à  $1,5\%$  en moyenne) comme indiqué dans le tableau 3.4.

|            | $\varepsilon_{11}$ | $\varepsilon_{22}$ | $\varepsilon_{12}$ |
|------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Moyenne    | -3,92 %            | 1,54 %             | -0,23 %            |
| Ecart type | 0,67 %             | 0,44 %             | 0,18 %             |

TAB. 3.4 – Déformations moyennes et écart type générés par la distorsion d'images. Erreurs pour une modification de l'orientation de balayage de  $90^\circ$  (base de mesure : 30 pixels).

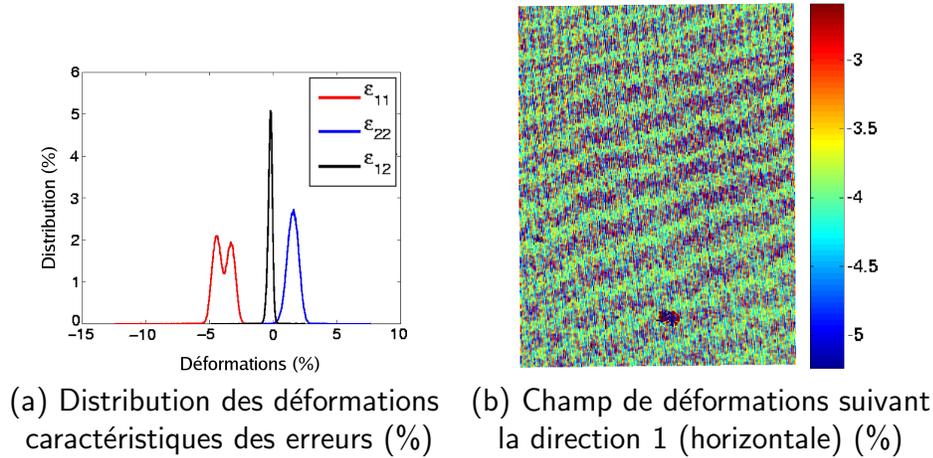


FIG. 3.15 – Erreur lors d'un changement de direction de balayage.

Il faut donc appliquer une fonction de transformation aux points d'une des deux images pour la superposer à la deuxième de la même manière que pour le calcul des déformations par corrélation d'images. Il est choisi de prendre l'image de la grille comme référence, car cette image subit moins de distorsion puisqu'elle est mieux définie dans le repère du microscope (image à plat et non inclinée). Il faut donc appliquer ensuite à l'ensemble des points de l'analyse EBSD la transformation suivante [4]:

$$\underline{x}_g = \underline{F}(\underline{X}_E + \underline{T}) \quad (3.15)$$

où  $\underline{x}_g$  représente les coordonnées du point EBSD dans l'image de la grille,  $\underline{X}_E$ , ses coordonnées dans l'image EBSD d'origine,  $\underline{T}$ , un vecteur translation permettant de prendre en compte le déplacement de corps rigide, et  $\underline{F}$ , la fonction de transformation prenant en compte les rotations et distorsions existant entre les deux images.

Pour obtenir la matrice  $\underline{F}$ , il suffit de repérer 3 points dans l'image EBSD et leurs homologues dans l'image des grilles. C'est ici qu'apparaît l'importance des plots d'or qui sont choisis comme repère dans les deux images pour la construction de  $\underline{F}$ , ce qui permet d'avoir les coordonnées des 6 points suivants :  $\underline{x}_{g,1}$ ,  $\underline{x}_{g,2}$ ,  $\underline{x}_{g,3}$ ,  $\underline{X}_{E,1}$ ,  $\underline{X}_{E,2}$  et  $\underline{X}_{E,3}$  correspondant à trois plots d'or. L'indice  $g$  fait référence au repère de la grille et  $E$ , à l'EBSD.  $\underline{T}$  est ensuite défini par  $\underline{T} = \underline{x}_{g,1} - \underline{X}_{E,1}$  et  $\underline{F}$  est obtenue par résolution du système :

$$\begin{cases} \underline{x}_{g,2} - \underline{x}_{g,1} = \underline{F} \left( \underline{X}_{E,2} - \underline{X}_{E,1} \right) \\ \underline{x}_{g,3} - \underline{x}_{g,1} = \underline{F} \left( \underline{X}_{E,3} - \underline{X}_{E,1} \right) \end{cases}$$

Il est ensuite possible d'appliquer la transformation aux coordonnées des points définissant les joints de grains par exemple, pour mettre en relation la localisation de la déformation avec la microstructure. Un exemple est représenté sur la figure 3.16. Cette méthodologie suppose la transformation homogène et linéaire, or on peut remarquer sur la figure un décalage entre les deux images plus important vers le bas. Ceci évoque donc le fait que cette transformation n'est pas homogène. Il suffira d'en tenir compte lors de la comparaison calculs / mesures en accordant moins d'importance, par exemple, aux résultats situés près des joints de grains. Le décalage surligné par une ellipse rouge représente environ 10 points de mesures soit 10 micromètres, ce qui représente un décalage de 2,5 % de la taille de la zone. Une solution pour diminuer cette erreur consiste à utiliser une fonction de transformation non homogène en prenant en compte les quatre plots d'or au lieu de trois.

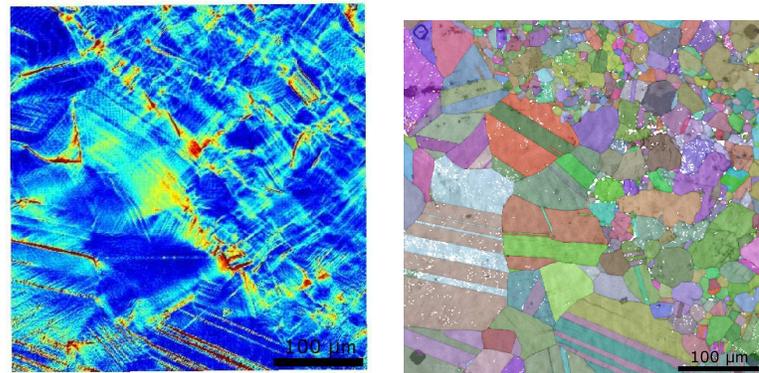
Il est également possible d'avoir un aperçu de l'*inhomogénéité* de la transformation en reprenant l'étude de la figure 3.15. Une transformation homogène est appliquée à l'ensemble des points de l'image de référence et ils sont ensuite comparés aux points de l'image pour laquelle le balayage est tourné de 90°. Le résultat de cette étude est représenté sur la figure 3.17 pour le déplacement horizontal (a) et pour le déplacement vertical (b). On remarque effectivement une hétérogénéité de la déformation. Les différences sur les déplacements, dans ce cas, ne sont pas très élevées puisqu'elles sont de l'ordre de 0,5 pixel. Mais, ces images ont été prises avec une vitesse de balayage identique et relativement élevée (de l'ordre du quart d'heure) par rapport à une analyse EBSD (de l'ordre de 12 heures pour une zone de cette taille). On imagine donc bien que ces hétérogénéités seront plus importantes avec une image obtenue par EBSD, comme indiqué sur la figure 3.16.

## 3.3 Calcul par éléments finis et comparaison avec les résultats expérimentaux

### 3.3.1 Création du maillage

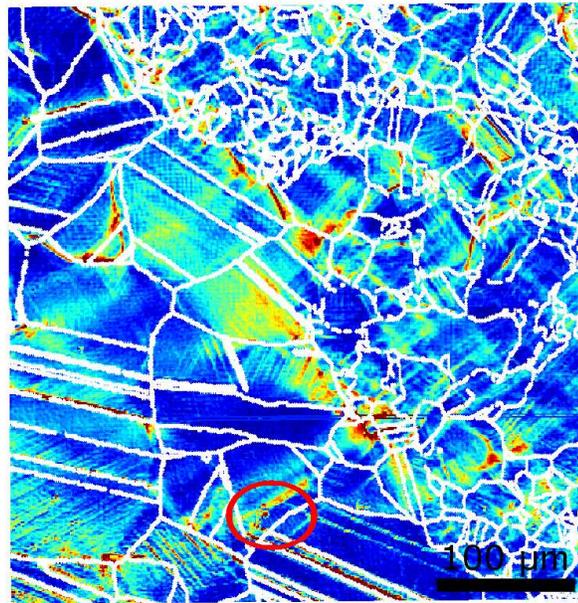
Il existe trois manières de créer un maillage à partir des résultats expérimentaux présentés menant à trois résultats distincts :

1. Maillage carré à partir de la cartographie EBSD : chaque élément ou point de Gauss du maillage correspond à un pointé EBSD,



(a) Déformation équivalente de von Mises

(b) cartographie EBSD associée



(c) Superposition

FIG. 3.16 – Superposition champ de déformation / microstructure.

2. Maillage carré à partir de la grille: chaque intersection de grille correspond à un nœud du maillage,
3. Maillage triangulaire à partir d'une image des joints de grains pour lequel le contour du grain est décrit de manière plus réaliste.

Chaque type de construction de maillage possède ses avantages et ses inconvénients. Le maillage carré créé à partir de la cartographie EBSD est le plus simple et permet d'utiliser au maximum l'information sur la microstructure, contrairement au maillage créé à partir de la grille pour lequel un élément peut se trouver à cheval entre deux grains. L'avantage de ce deuxième maillage est la possibilité de comparaison directe entre les déplacements aux nœuds du maillage avec les déplacements aux intersections des barreaux de grille sans avoir à réaliser une interpolation générant probablement une erreur sur le déplacement, ce qui peut être gênant si l'on veut minimiser l'écart sur les déplacements. Ces deux maillages,

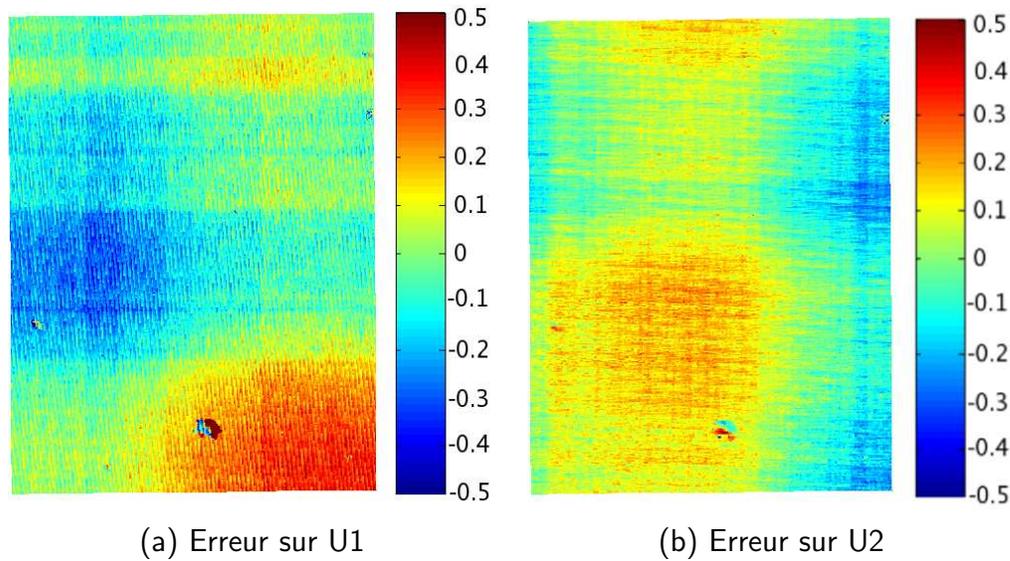


FIG. 3.17 – Erreur sur le déplacement (en pixels) dans le cas d'une hypothèse de déformation homogène entre deux images correspondant au même état mécanique, mais prises avec des directions de balayage désorientées de 90 ° l'une par rapport à l'autre.

relativement simples à créer, génèrent des joints de grains en escalier. Or, si l'on souhaite étudier l'endommagement aux joints de grains, par intégration d'éléments cohésifs par exemple, il est nécessaire de décrire au mieux la forme du grain, d'où l'intérêt du maillage à éléments triangulaires. La réalisation de ces trois types de maillage est brièvement décrite dans la suite.

### Maillage carré à partir de la cartographie EBSD

Pour la création de ce maillage, chaque pointé EBSD représente un élément du maillage (quadratique ou linéaire) ou un point de Gauss. La différence entre les quatre maillages possibles est discutée plus en détails dans la section 5.2.1. Cependant, il est à noter que les déplacements surfaciques sont connus dans le repère de la grille. Ainsi, si l'on veut appliquer les déplacements réels aux nœuds du contour du maillage, il est nécessaire d'appliquer la transformation  $\underline{\underline{F}}$  (cf eq. (3.15)) pour passer du repère EBSD au repère des grilles.

### Maillage carré à partir de la grille

Dans ce cas, chaque intersection de grille correspond à un nœud d'un maillage linéaire ou quadratique. Cette méthode présente des difficultés quant à l'association de l'orientation cristallographique aux points de Gauss du maillage.

### Maillage triangulaire suivant les joints de grains

L'analyse EBSD présentée précédemment permet d'obtenir une image binaire des joints de grains qui peut éventuellement être traitée de nouveau de manière à avoir le moins de défauts possibles. L'étape suivante consiste à rechercher les points spéciaux de la microstructure qui ont été classés en trois catégories :

les **points triples** qui sont les points communs aux contours de trois grains différents,

**les points doubles** qui sont les points appartenant aux joints de deux grains juxtaposés et

**les points coins** qui sont les points situés aux quatre coins de l'image.

L'ensemble de ces points forment le canevas du maillage. Ensuite, pour chaque grain de la microstructure, sont associées les coordonnées des points de son contour. Enfin, on sélectionne un certain nombre de points situés sur le joint entre deux points spéciaux afin de définir la finesse du maillage. Ce critère est défini par l'utilisateur.

La création du maillage proprement dit est réalisée avec un fichier écrit en *zLanguage*, qui est un langage de commande permettant d'utiliser les fonctions du code ZéBuLoN<sup>1</sup>, et de construire des applications à base de scripts sans qu'aucune recompilation soit nécessaire. Il permet notamment de créer un maillage paramétrique, comme c'est le cas avec cet exemple. La surface est maillée avec des éléments "triangle" linéaires ou quadratiques. Ayant une information sur les grains uniquement en surface, il a été choisi d'extruder les grains perpendiculairement à la surface. Cet aspect est discuté en détail lors de la section 5.2.

### 3.3.2 Loi de comportement et conditions aux limites

La loi de comportement utilisée est une loi élasto(visco)plastique cristalline. Celle-ci est présentée dans le paragraphe 5.1.2. Cette loi tient compte de l'orientation cristalline de chaque grain ainsi que des différents systèmes de déformation présents : systèmes de glissements, et maclage, qui sera considéré comme du glissement unidirectionnel. Le glissement des dislocations est gouverné par deux paramètres : la cission résolue critique, appelée  $R_0$  par la suite, et un paramètre d'écrouissage linéaire  $H$ . Par souci de simplicité et par manque de données dans la littérature, la matrice d'interaction est choisie diagonale (aucune interaction entre systèmes de glissement de type différent).

Pour le cas particulier des grains lamellaires, étant donné que les lamelles ne peuvent pas être maillées une à une du fait de leur petite taille, un modèle multi-échelles est utilisé [12]. Une transition d'échelle de type TFA (Transformation Field Analysis) est utilisée pour effectuer les changements d'échelles entre l'échelle macroscopique et le grain, ainsi que pour le passage de l'échelle du grain à celle de la lamelle (voir §5.1.2).

Afin de tenir compte de l'effet des grains voisins sur le comportement de la partie maillée de la microstructure, en chaque nœud du contour du maillage, est appliqué le déplacement expérimentalement mesuré en ce point. Ces déplacements sont les résultats de la mesure par corrélation d'images numériques vue au paragraphe 3.2.2. Ils permettent de tenir compte non seulement de l'interaction des grains de surface, mais ils intègrent également l'effet des grains qui sont situés sous la surface et qui ne sont pas détectables par l'analyse surfacique effectué par EBSD. L'étude détaillée de l'intérêt de ce type de conditions aux limites et du mode d'application de celles-ci est réalisée et exposée dans le paragraphe 5.2.3.

L'étude particulière de la fissuration, qui ne peut se réaliser qu'après l'assurance d'une bonne description des champs mécaniques locaux, est discutée lors du dernier chapitre de cette thèse. Dans ce cas, des éléments cohésifs sont intégrés dans le maillage afin de simuler l'avancée réelle d'une fissure au sein d'une microstructure (§6.3.2).

---

1. code par éléments finis développé par l'ONERA, Northwest Numerics et le Centre des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris

### 3.3.3 Comparaison calculs/essais

La dernière étape de cette méthodologie de couplage essais mécaniques / calculs éléments finis (E.F.) consiste en la comparaison des résultats. Cette comparaison doit s'effectuer non seulement à l'échelle macroscopique, à l'aide d'un maillage suffisamment grand pour être représentatif de la structure, mais également à l'échelle de la microstructure pour s'assurer que les champs de déformation en sortie du calcul E.F. sont bien identiques à ceux qui sont mesurés. C'est ce dernier point qui fait une partie de l'originalité de ce travail. Il existe plusieurs manières de comparer les résultats du calcul avec ceux qui sont obtenus par corrélation d'images numériques :

1. Comparaison par champs de déformation moyen intragranulaire
2. Comparaison des distributions des déformations sur la surface
3. Comparaison point à point des champs de déformation
4. Comparaison point à point des champs de déplacement

Il est difficile de choisir l'une ou l'autre des comparaisons. La comparaison des moyennes permet de minimiser les erreurs de mesure et/ou de calcul mais ne permet pas d'être sûr de la bonne représentativité de l'hétérogénéité de la déformation intragranulaire. La distribution permet de bien représenter cette hétérogénéité mais ne permet pas de garantir la bonne localisation des bandes de déformation couramment observées. Les deux dernières comparaisons (3. et 4.) permettent de s'assurer de la bonne description des champs de déformation par une comparaison des résultats point par point. Cependant, pour utiliser correctement cette méthode, il est nécessaire de prendre en compte les erreurs pouvant intervenir non seulement au niveau de la mesure mais également au niveau du calcul. Pour essayer de répondre à cette question, une étude systématique des erreurs pouvant intervenir dans chaque étape de la mesure et du calcul a été réalisée de manière à tenter de quantifier l'ensemble de ces erreurs.

## 3.4 Récapitulatif des incertitudes associées à chaque étape du couplage

Comme présenté dans ce chapitre, le couplage mesures de champs / calculs par éléments finis mis en place est basé sur une corrélation précise d'informations microstructurales et mécaniques et une comparaison multi-échelles des champs entre simulation et expérience. Cette dernière permet d'identifier les paramètres de la loi de comportement utilisée en minimisant la différence calculs-mesures. Pour mener à bien cette étude, il est donc nécessaire d'avoir une connaissance précise des différentes sources d'incertitudes provenant de l'analyse expérimentale et de la simulation numérique. L'objet de ce dernier paragraphe est de dresser un récapitulatif de l'ensemble de ces incertitudes afin de déterminer l'importance relative de chacune d'entre elles. Elles ont été classées en 3 catégories : les incertitudes d'origine expérimentales uniquement, les incertitudes purement numériques et enfin les incertitudes intervenant lors de la comparaison calculs / mesures.

### 3.4.1 Incertitudes expérimentales

Les incertitudes expérimentales proviennent essentiellement de la mesure de champs de déplacement. Les incertitudes sur la courbe de comportement macroscopique n'ont pas été

abordées dans ce chapitre mais elles sont négligeables par rapport aux incertitudes associées à la corrélation d'images numériques (cf. §4.2.3). Comme l'ont montré les paragraphes précédents, ces incertitudes de mesure de positionnement des points dépendent fortement du moyen utilisé pour la prise d'images, et de la base de mesure utilisée lorsque l'on s'intéresse aux déformations. Les images acquises à l'aide d'une caméra CCD ne génèrent que très peu d'incertitudes par rapport aux images prises sous microscopie électronique à balayage, puisque la différence est d'un facteur 10 pour une base de mesure de 30 pixels. Toutefois, les déformations obtenues à l'échelle mésoscopique, par corrélation d'images de mouchetis, ne sont mesurées qu'à titre indicatif, de manière à contrôler l'homogénéité de la déformation à l'échelle de la structure, car leur résolution spatiale n'est pas suffisante pour être en adéquation avec l'échelle de la microstructure. Nous ne nous attarderons donc pas sur les incertitudes associées à ces échelles.

En revanche, les champs de déformation obtenus à l'échelle microscopique sont directement comparés aux résultats du calcul par éléments finis. L'étude présentée précédemment fait apparaître des incertitudes maximales de l'ordre de 1 % (ce qui représente une incertitude sur le déplacement d'environ 0,3 pixel pour une base de mesure de 30 pixels correspondant à 2  $\mu\text{m}$ ) dans des conditions idéales de mesures, c'est-à-dire sans variation de grandissement et sans modification du positionnement de l'échantillon dans la chambre du microscope. En prenant en compte les autres sources de bruit de mesure énoncées précédemment et en se référant aux résultats de la bibliographie [3, 10], l'incertitude maximale sur le déplacement peut donc être assimilée à une valeur de l'ordre du pixel. L'incertitude relative sur les composantes de la déformation dépendra donc de la base de mesure choisie et un compromis est à trouver entre résolution spatiale et incertitude de la mesure.

### 3.4.2 Incertitudes numériques

Les incertitudes numériques proviennent du choix du maillage ainsi que du choix de la loi de comportement. Cette deuxième source d'incertitudes n'a pas été étudiée ici, nous ne pourrions donc pas l'évaluer. Cependant, intégrer plus de paramètres physiques, comme par exemple des lois en densité de dislocations, pourraient permettre de réduire encore les écarts entre calculs et mesures (en supposant qu'on soit capable d'identifier les nouveaux coefficients de ces lois en comparant avec les résultats aux échelles inférieures). On peut également s'interroger sur l'opportunité d'utilisation des grandes déformations, intégrant la rotation du réseau cristallin, qui s'avère peut-être nécessaire lors de déformations locales élevées, comme il est couramment observé par les mesures expérimentales par corrélation d'images (cf. §4.2.3). Tatschl et al. [15] mettent en évidence des rotations de réseau cristallin pouvant aller jusqu'à 14 ° près des joints de grains de polycristaux de cuivre soumis à une déformation moyenne de 7,4 % (la moyenne des désorientations étant de 4 °).

En ce qui concerne le choix du maillage, l'étude est réalisée lors du paragraphe 5.2.1 (page 136) dans le cas d'un maillage carré. Les incertitudes maximales associées au choix du maillage sont de l'ordre de 0,1 % sur les déformations. Si l'on associe un élément à chaque pointé EBSD effectué tous les micromètres, la base de mesure associée à une valeur obtenue à un point de Gauss est alors de 0,5  $\mu\text{m}$ . L'incertitude sur le déplacement associée au calcul avec les hypothèses d'une loi de comportement bien choisie et un calcul bien convergé possède alors une précision dans les résultats inférieure à 0,005  $\mu\text{m}$ . Le grandissement des images prises au MEB est tel que 1  $\mu\text{m}$  correspond à 15 pixels. 0,005  $\mu\text{m}$  d'incertitude sur le déplacement correspond donc à une incertitude de 0,075 pixel ce qui est nettement

négligeable par rapport aux incertitudes associées à la mesure par corrélation d'images.

### 3.4.3 Incertitudes dans la comparaison expériences / calculs

Il a été mis en évidence une forte distorsion des images de microstructures obtenues par EBSD, due notamment aux conditions d'acquisition des clichés de Kikuchi. Ces images, après correction par une transformation homogène, présentent toujours une incertitude de positionnement de l'ordre de 2,5 % de la taille de l'image de référence (image classique de microscopie électronique à balayage prise avec un temps d'intégration de l'ordre de 15-20 minutes). Cette incertitude est non négligeable dans notre étude, car le maillage est réalisé à partir de la cartographie obtenue par EBSD. Une incertitude dans la description des joints de grains amène, lors de la comparaison entre calculs et mesures, à comparer un résultat numérique obtenu avec une orientation cristallographique donnée, à un résultat de mesure qui est peut-être situé sur un grain possédant une autre orientation cristallographique. Il est toutefois difficile d'évaluer une incertitude absolue dans ce cas, car cela dépend du degré d'hétérogénéité des déformations de l'image ainsi que de la désorientation entre les grains voisins concernés. Cette incertitude sera d'autant plus faible lorsque les images EBSD seront plus petites.

Nous avons montré également qu'une désorientation de 90 ° de l'orientation cristallographique des grains peut subsister après traitement des images EBSD. Le grain maclé de la figure 3.8 (page 66) a été utilisé pour quantifier l'erreur sur les champs mécaniques résultant d'un tel type d'incertitude sur l'orientation cristallographique. Une partie du grain a donc été maillée et un calcul a été réalisé sur celle-ci en appliquant un déplacement homogène sur les bords gauche et droit du maillage de manière à avoir une déformation moyenne de 5,3 % et en utilisant les orientations cristallographiques obtenues par l'EBSD. Ensuite, deux autres calculs ont été réalisés en prenant en compte une désorientation de 90 ° de la première macle pour le premier calcul puis une désorientation de 90 ° de la deuxième macle. Les paramètres de la loi utilisée sont répertoriés dans le tableau 3.5 suivant (cf. §5.1.2):

| Dislocations ordinaires |          | Super-dislocations |          | Mâcles  |          |
|-------------------------|----------|--------------------|----------|---------|----------|
| $R_0$                   | $H$      | $R_0$              | $H$      | $R_0$   | $H$      |
| 250 MPa                 | 1230 MPa | 333 MPa            | 1230 MPa | 250 MPa | 1230 MPa |

TAB. 3.5 – Paramètres de la loi de comportement cristalline utilisée.

Les résultats sont présentés sur les figures 3.18 et 3.19. Ces graphiques représentent les variations des incertitudes sur le déplacement horizontal dans le cas de désorientations de 90 °. Les valeurs calculées représentent la différence entre les calculs 2 et 3, et le calcul 1 pris comme référence pour les points de lignes horizontales situées à 5, 10, 15, 20, 25 et 30  $\mu\text{m}$  du bord haut. On remarque donc, dans les deux cas, des incertitudes localisées au voisinage de la macle désorientée. Les valeurs maximales des incertitudes sont de l'ordre de 0,1 micromètre que l'on doit relier à la taille de l'image numérique afin de les comparer aux incertitudes de mesure. Dans le cas des images prises pendant cette étude, 1 micromètre sur une image MEB est représenté par 15 pixels. 0,1  $\mu\text{m}$  d'erreur correspond donc à 1,5

pixels. La valeur est donc légèrement supérieure à l'incertitude de mesure. Si l'on considère que cette incertitude de  $90^\circ$  est inévitable, deux solutions peuvent être envisagées pour l'optimisation des coefficients: (1) ôter les points les plus proches des joints de grains, là où se trouvent les incertitudes les plus importantes, (2) utiliser plutôt les moyennes sur les grains de manière à noyer les incertitudes proches du joint de grain dans l'erreur intragranulaire. Cette discussion sera reprise lors du paragraphe 5.4.

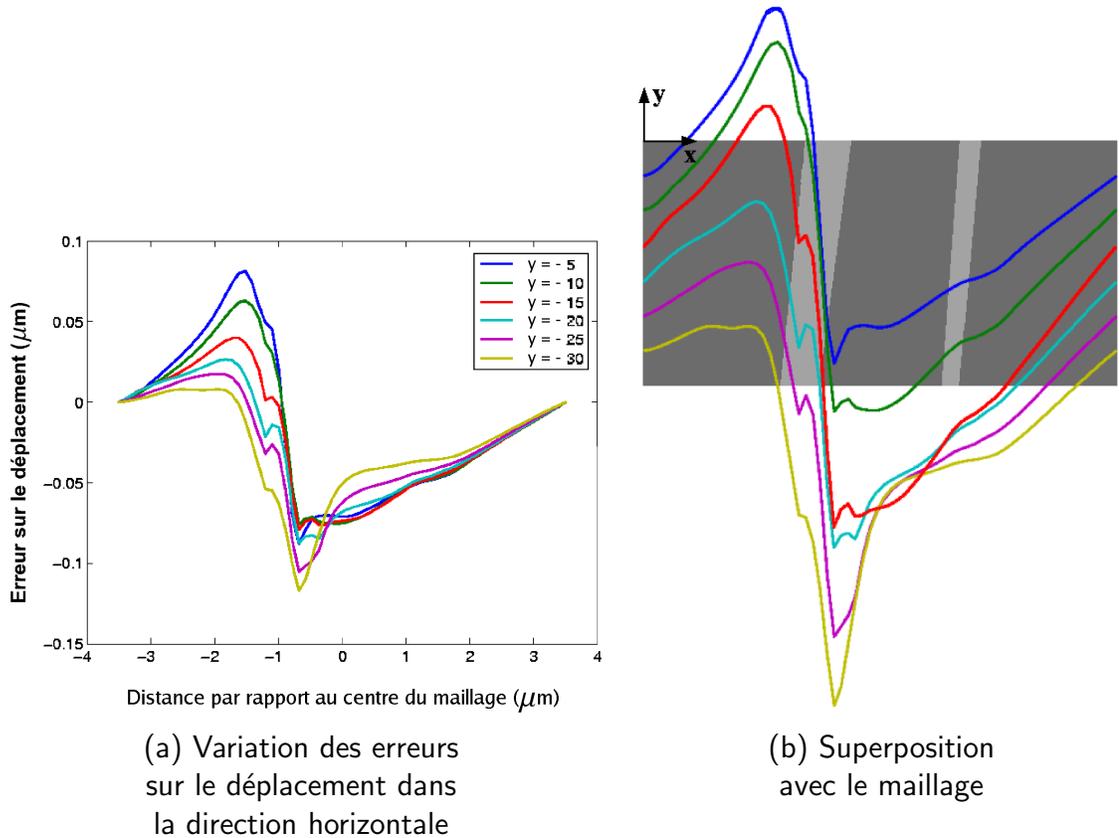


FIG. 3.18 – Effet sur le champ de déplacement, d'une erreur de  $90^\circ$  sur l'orientation cristalline de la maille  $\gamma$ . Cas 1 : désorientation de la macle de gauche.

Pour résumer les différentes sources d'incertitudes, le tableau 3.6 récapitule les résultats obtenus dans le cas d'images pour lesquelles  $1 \mu\text{m}$  correspond à 15 pixels et la taille de l'image EBSD est de  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$ .

La source d'incertitude la plus importante intervient donc dans la superposition entre l'EBSD et les mesures de champs. Cette incertitude n'est pas homogène sur l'ensemble de l'image, comme nous l'avons déjà mentionné. Cette valeur maximale de 10 micromètres (ce qui correspond à 150 pixels des images MEB prises) peut être réduite en analysant des zones plus petites ou en corrigeant des sous-zones de l'image. L'incertitude du positionnement du joint de grain de l'ordre du micromètre ne pourra en aucun cas être améliorée avec les moyens de mesure utilisé. Afin d'éviter cette incertitude, il pourrait être envisageable de déterminer les joints de grains à partir d'une image MEB en électrons secondaires après attaque chimique par exemple. Si ces joints de grains sont nettement visibles sur ces images, un traitement à l'aide d'un logiciel d'images permettrait d'extraire les joints de grains. L'analyse EBSD pourrait ainsi servir à associer une orientation cristallographique à

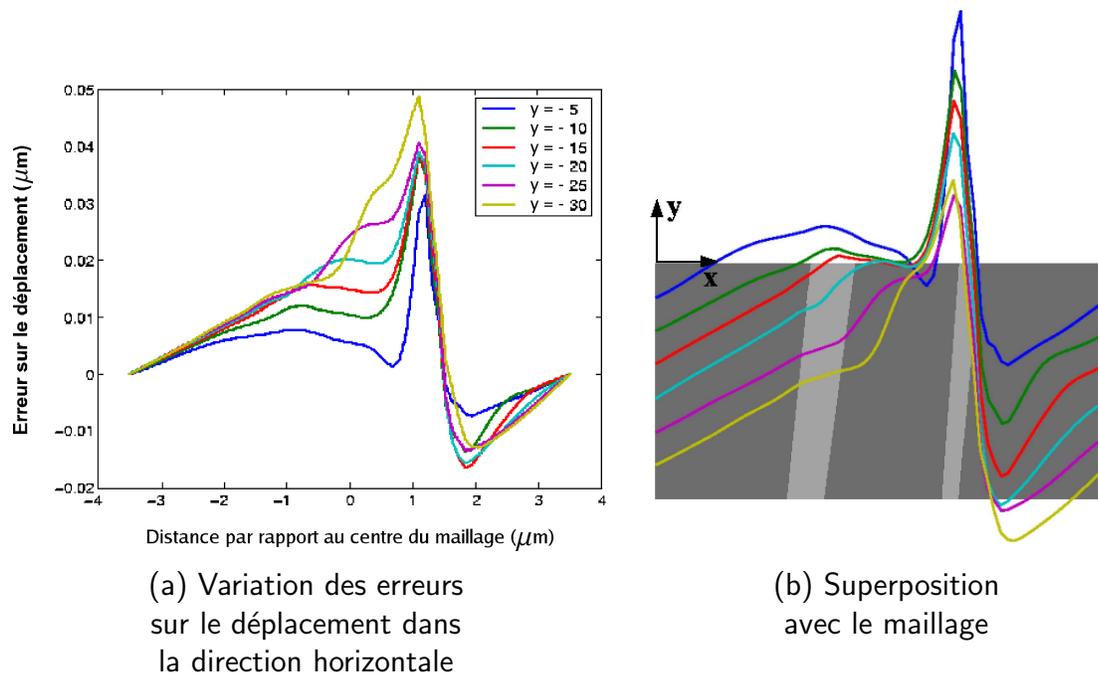


FIG. 3.19 – Effet sur le champ de déplacement d'une erreur de  $90^\circ$  sur l'orientation cristalline de la maille  $\gamma$ . Cas 2 : désorientation de la macule de droite.

| Origine de l'incertitude                                   | Valeur de l'incertitude maximale (cumulée) |
|--|--|
| Mesure du déplacement par ..<br>..corrélation d'images MEB | 1 pixel                                    |
| Distorsion de l'image EBSD                                 | 150 pixels                                 |
| Choix du maillage  | 0,07 pixel                                 |
| Erreur d'orientation de $90^\circ$                         | 1,5 pixels                                 |

TAB. 3.6 – Récapitulatif des différentes sources d'incertitude (en pixel *MEB* avec 1 pixel =  $0,07 \mu\text{m}$ ).

chacun de ces grains pour le calcul par éléments finis. La distorsion de l'image des joints de grains dans ce cas serait du même ordre de grandeur que celle des images de microgrilles utilisées pour la corrélation d'images. La superposition des joints de grains (et donc du maillage) avec les champs de déformation serait alors beaucoup plus précise.

### 3.4.4 Choix de la méthodologie la plus appropriée

Ce paragraphe a pour objet de résumer l'ensemble des étapes de la méthodologie et de récapituler les choix réalisés pour corréler les mesures de champs provenant de l'EBSD, de la corrélation d'images et des éléments finis.

1. L'EBSD permet de réaliser un maillage de la microstructure carré ou basé sur les joints de grains.

2. L'application de la transformation  $\underline{F}$  aux nœuds du maillage permet ensuite de transposer ce maillage dans le repère des grilles ce qui facilitera l'application des conditions aux limites (déplacement dans le système de coordonnées des grilles) et la comparaison directe avec les champs de déplacement expérimentaux.
3. Les déplacements connus aux intersections de la micro-grille sont transférés aux nœuds du maillage à l'aide des fonctions de forme des éléments finis (cf. §3.2.2) de manière à connaître les déplacements à appliquer aux nœuds du contour.
4. Le calcul peut ensuite être effectué avec ces conditions aux limites dites "réelles".
5. Pour la comparaison des champs de déplacement calculés et mesurés, il est préférable de transférer les déplacements des nœuds du maillage aux coordonnées des intersections de la grille à l'aide des interpolations du post-traitement éléments finis et des fonctions de forme. Cela permet d'utiliser les valeurs de déplacement là où elles sont mesurées et permettre ainsi d'éviter une autre source d'incertitudes qui pourraient apparaître lors d'une interpolation.
6. Les paramètres peuvent ainsi être optimisés par comparaison entre les résultats du calcul et les résultats des mesures.

# Bibliographie

- [1] L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, and D. Caldemaison. Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. Acta Metal. and Mater., 42 (11): 3865–3880, 1994.
- [2] J. Besson, G. Cailletaud, J.L. Chaboche, and S. Forest. Mécanique non linéaire des matériaux. Hermès, 2001.
- [3] P. Doumalin. Microextensométrie par corrélation d’images. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2000.
- [4] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l’alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [5] L. Gélébart, M. Dexet, M. Sauzay, J. Crépin, and A. Roos. Identification of crystalline behaviour on macroscopic response and local strain field analysis. J. of ASTM Inter., 1 (9): 585–601, 2004.
- [6] B. J. Inkson, H. Clemens, and J. Marien.  $\gamma$   $\alpha_2$  B2 lamellar domains in rolled TiAl. Scripta Mat., 38: 1377–1382, 1998.
- [7] F. Lagattu, F. Bridier, P. Villechaise, and J. Brillaud. In-plane strain measurements on a microscopic scale by coupling digital image correlation and an in situ SEM technique. Mater. Charac., 56: 10–18, 2006.
- [8] D. Lecompte, A. Smits, S. Bossuyt, H. Sol, J. Vantomme, D. Van Emelrijck, and A.M. Habraken. Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation. Optics and Lasers in Eng., 44: 1132–1145, 2006.
- [9] Y.L. Liu and G. Fischer. In situ measurement of local strain in a metal matrix composite by the object grating technique. Scripta Mater., 36: 1187–1194, 1997.
- [10] A. Racine. Influence de l’orientation des hydrures sur les modes de déformation, d’endommagement et de rupture du Zircaloy-4 hydruré. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2005.
- [11] A. Ricaud, A. Hauet, and A. Menand. Study of chromium role in TiAl-base alloys. Mat. Techn., 1-2: 25–30, 2004.
- [12] A. Roos, J.-L. Chaboche, L. Gélébart, and J. Crépin. Multiscale modelling of titanium aluminides. Int. J. Plast., 20: 811–830, 2004.
- [13] B.M. Schroeter and D.L. McDowell. Measurement of deformation fields in polycrystalline OFHC copper. Int. J. Plast., 19: 1355–1376, 2003.
- [14] Z. Sun, J.S. Lyons, and McNeill S.R. Measuring microscopic deformations with digital image correlation. Opt. Las. Eng., 27: 409–428, 1997.
- [15] A. Tatschl and O. Kolednik. On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals. Mat. Sc. Eng., A356: 447–463, 2003.



# Chapitre 4

## Etude de la plasticité - Etude bibliographique et expérimentale

---

Après la description de la problématique et de la méthodologie choisie pour l'étude de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques (chap. 2), ces troisième et quatrième chapitres visent à appliquer la méthodologie aux différentes microstructures présentées lors du chapitre 1.

Après une revue bibliographique des mécanismes de déformation observés dans les différents composants des microstructures, puis l'étude des moyens numériques offerts pour la modélisation du comportement en plasticité des matériaux qui prennent en compte le maximum de paramètres physiques, les résultats expérimentaux seront présentés. Les essais consistent en des essais de compression, avec un dispositif expérimental et une préparation des éprouvettes permettant non seulement de caractériser le comportement macroscopique, mais également de mesurer les déformations à deux échelles inférieures : l'échelle de la *macrostructure* et l'échelle de la *microstructure*. Un capteur d'émission acoustique permet également de capter des événements dissipatifs d'énergie liés aux mécanismes de déformation. Par ces essais, nous essaierons de mettre en évidence l'influence de la composition chimique et de la microstructure sur la plasticité des alliages TiAl à température ambiante. L'ensemble de ces résultats est nécessaire pour la modélisation de la réponse mécanique en plasticité des microstructures, qui fera l'objet du chapitre suivant.

---

### 4.1 Bibliographie

Dans ce chapitre, nous nous attacherons à l'étude de la déformation des alliages TiAl à température ambiante et à l'échelle de la microstructure. Après une revue bibliographique des modes de déformation des différentes phases et grains des microstructures de TiAl, les différents modes de calculs numériques sur agrégats polycristallins seront présentés. Une revue des différents couplages entre essais expérimentaux et simulations numériques, pour une meilleure compréhension de l'influence de la microstructure sur les paramètres mécaniques, est également présentée à la fin de cette section.

### 4.1.1 Travaux expérimentaux

#### Mécanismes de déformation des différentes phases

Les principaux mécanismes de déformation observés dans la phase  $\gamma$  sont les suivants (fig. 4.1(a)):

- les dislocations ordinaires:  $\frac{1}{2}\langle 1\bar{1}0 \rangle \{111\}^1$ ,
- les superdislocations:  $\langle 01\bar{1} \rangle \{111\}$ ,
- le maillage:  $\frac{1}{2}\langle 11\bar{2} \rangle \{111\}$ .

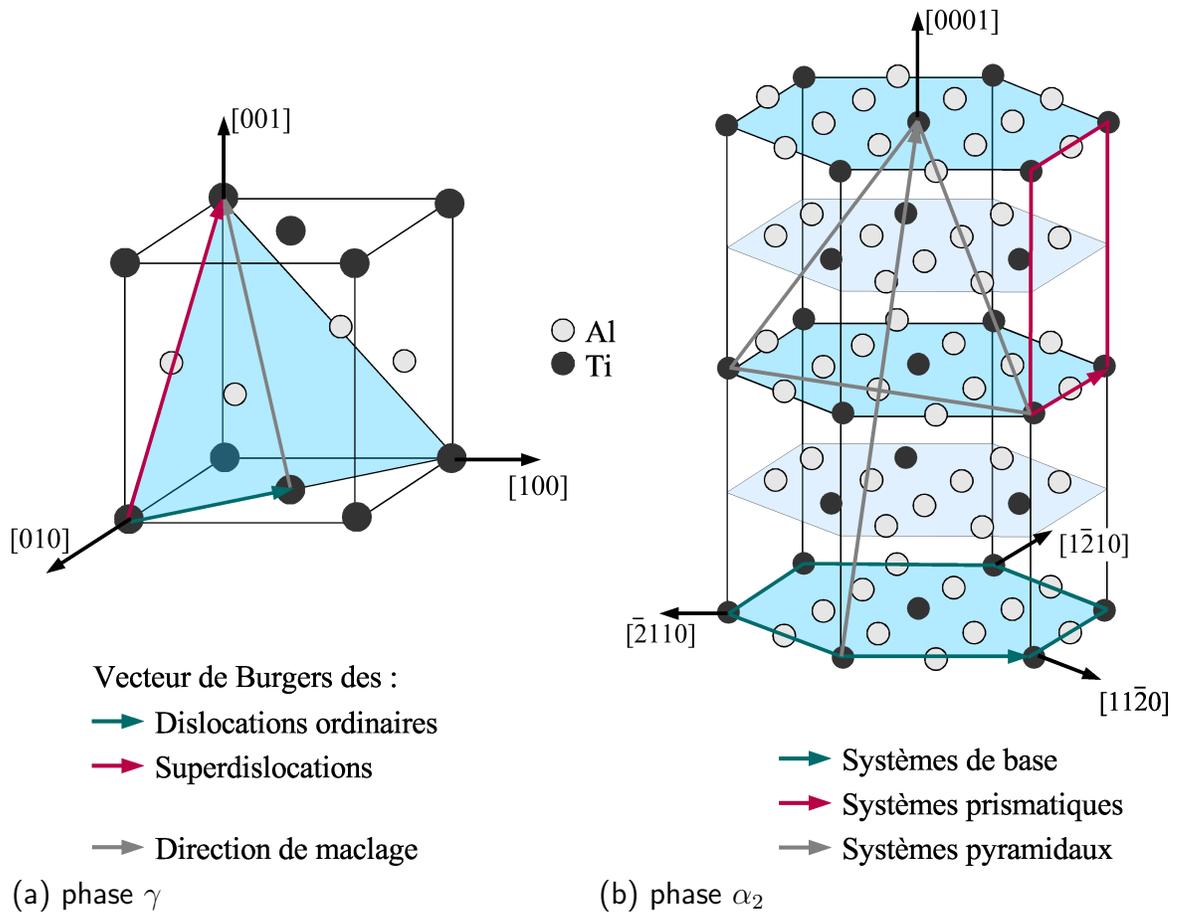


FIG. 4.1 – Principaux mécanismes de déformation à température ambiante des phases (a)  $\gamma$  et (b)  $\alpha_2$ .

L'activation des différents systèmes de déformation de la phase  $\gamma$  varie avec la composition chimique et la température. Ainsi, de nombreuses études ont été réalisées sur

1. Notation prenant en compte la dissymétrie de la maille :

- $\langle hkl \rangle$  désigne une famille de directions générées par permutation et inversion de signe sur les deux premiers indices.
- $\{hkl\}$  désigne une famille de plans générés par permutation et inversion de signe sur les deux premiers indices.

des monocristaux TiAl et ont montré que la facilité relative de glissement des différents systèmes de la phase  $\gamma$  pour des températures inférieures à 600 °C, est donnée par [37]:

$$\tau_0^{super} < \tau_0^{ordin.} < \tau_0^{maclage} \quad (4.1)$$

avec  $\tau_0$  la cission résolue critique sur chacun des systèmes de glissement. Le maclage est d'ailleurs quasi inexistant pour ces températures. Cependant les monocristaux possèdent des teneurs en aluminium supérieures à 56 % atomique alors que les polycristaux étudiés possèdent des teneurs comprises entre 45 et 48 % at.. Ainsi, lorsque l'on étudie des polycristaux avec des teneurs en aluminium plus faibles, comme c'est le cas de Farenc et al. [11] (pour des polycristaux  $Ti_{46}Al_{54}$ ), les travaux mettent en évidence qu'à température ambiante, la cission résolue critique des dislocations ordinaires est inférieure à celle des super-dislocations et que celle du maclage est légèrement inférieure à celle des super-dislocations et supérieure à celle des dislocations ordinaires. Ainsi :

$$\tau_0^{ordin.} < \tau_0^{maclage} < \tau_0^{super} \quad (4.2)$$

Ces résultats sont largement confirmés par différents autres travaux comme le montre la revue bibliographique de Appel et al. [1].

Cinq systèmes de glissement ont été identifiés pour le composé  $\alpha_2$  :

- de direction  $\mathbf{a} = \frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10 \rangle$  sur les plans prismatiques  $\{10\bar{1}0\}$
- de direction  $\mathbf{a} = \frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10 \rangle$  sur les plans de base  $(0001)$
- de direction  $\mathbf{a} = \frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10 \rangle$  sur les plans pyramidaux de première espèce  $\{20\bar{2}1\}$
- de direction  $\mathbf{c} + \frac{\mathbf{a}}{2} = \frac{1}{3}\langle 1\bar{2}16 \rangle$  sur les plans pyramidaux de deuxième espèce  $\{1\bar{2}1\bar{1}\}$
- de direction  $\mathbf{c} + \frac{\mathbf{a}}{2} = \frac{1}{3}\langle 1\bar{2}16 \rangle$  sur les plans pyramidaux de première espèce  $\{02\bar{2}1\}$ .

A température ambiante, seules les dislocations de type  $\mathbf{a}$  sur les plans prismatiques et de base, sont présentes à l'exception du cas particulier où la contrainte principale se trouve parallèle à l'axe  $\mathbf{c}$  et provoque un glissement de direction  $\mathbf{c} + \frac{\mathbf{a}}{2}$  sur les plans pyramidaux de première espèce (cf. fig. 4.1(b)) [23].

Les travaux de Berteaux [2] effectués sur différentes microstructures d'un alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb élaboré par métallurgie des poudres, permettent de confirmer, grâce à l'analyse quasi systématique de lames minces en microscopie électronique en transmission (MET), différents scénarios concernant l'activation des systèmes de glissement pour des essais de traction à température ambiante. Quelques résultats sont présentés ici ainsi que d'autres observations, provenant de la littérature, réalisées sur les différents types de microstructures.

### Mode de déformation des grains monophasés $\gamma$

Les courbes de comportement en traction des microstructures monophasées  $\gamma$  se présentent toujours sous la forme suivante : domaine élastique (A-B) puis domaine plastique de la forme : crochet (B-C) - plateau (C-D) - consolidation (D-E), comme indiqué par la figure 4.2.

Selon les auteurs, le crochet (B-C) est dû à l'activation du maclage [2] générée par un empilement de dislocations aux joints de grains jusqu'à ce que la contrainte nécessaire à

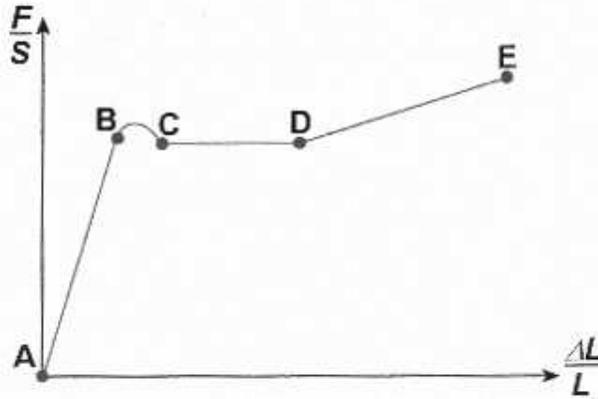


FIG. 4.2 – Schématisation des courbes de comportement en traction à température ambiante des alliages monophasés  $\gamma$  [2].

l'activation des macles soit atteinte. Ces résultats concordent avec les résultats d'émission acoustique de Kauffman et al. [20] et Marketz et al. [22] qui observent un pic d'émission acoustique à l'entrée en plasticité macroscopique qu'ils associent au maclage. Puis le plateau (C-D) est attribué au développement de ces macles jusqu'à ce que le libre parcours moyen des dislocations (ordinaires pour la plupart), diminuant par la multiplication des barrières que forment les macles, atteigne une limite critique générant le phénomène de consolidation (D-E) avant rupture.

Gélébart [14] a identifié les facilités relatives des différents systèmes de glissement, à l'aide d'une analyse des résultats provenant de la technique de mesures de champs de déformation à l'échelle de la microstructure. Pour cela, les hypothèses suivantes ont été prises :

- la contrainte est homogène dans l'ensemble du polycristal (la contrainte locale est donc égale à la contrainte macroscopique - correspondant à la borne de Reuss et aux hypothèses du modèle statique dans le cas des polycristaux),
- le champ de déformation est constant dans chaque grain,
- l'écroissage est linéaire et de valeur identique pour chaque système de glissement,
- un seul système de glissement est activé par grain.

A l'aide de ces hypothèses, les cissions résolues critiques  $\tau_{0s}$ , pour chaque système de glissement  $s$ , peuvent être évaluées de la manière suivante :

$$|\tau_s| - \tau_{0s} = h|\delta\gamma_s| \quad (4.3)$$

où  $h$  est le paramètre d'écroissage,  $|\delta\gamma_s|$  est l'incrément de cisaillement plastique associé et  $\tau_s = \underline{\underline{\Sigma}} : \underline{\underline{R}}_s$  est la cission résolue sur le système de glissement  $s$ . Cette dernière est obtenue par projection du tenseur des contraintes macroscopiques  $\underline{\underline{\Sigma}}$  sur le plan de glissement considéré grâce à l'utilisation du tenseur des orientations cristallines,  $\underline{\underline{R}}_s$  défini par :

$$\underline{\underline{R}}_s = \frac{1}{2} (\underline{n} \otimes \underline{m} + \underline{m} \otimes \underline{n}) \quad (4.4)$$

Le vecteur normal  $\underline{n}$  et la direction de glissement  $\underline{m}$  définissent le système de glissement considéré. Dans le cas d'un chargement uniaxial de contrainte  $\Sigma$ , comme c'est le cas ici, cette cission résolue est simplement égale à  $\tau_s = \Sigma S_s$  où  $S_s$  est le facteur de Schmid.

En choisissant un paramètre  $\tau_{0,ordi}$ , pour le système de glissement des dislocations ordinaires, de 250 MPa (correspondant à la moitié de la valeur de la limite élastique macroscopique soit un facteur de Schmid égal à 0,5), il reste trois paramètres à optimiser :  $h$ ,  $\alpha_M = \frac{\tau_{0,macle}}{\tau_{0,ordi}}$  et  $\alpha_S = \frac{\tau_{0,super}}{\tau_{0,ordi}}$ . Pour cela, il suffit de minimiser, pour chaque grain, la fonction suivante :

$$e(h, \alpha_M, \alpha_S) = \sqrt{(|\tau_s| - \tau_{0s} - h|\delta\gamma_{exp}|)^2} \quad (4.5)$$

où  $\delta\gamma_{exp}$  représente le cisaillement plastique résultant de la projection de la déformation moyenne du grain obtenue expérimentalement après décharge, sur le système de glissement considéré.

Les résultats de cette minimisation sont donnés dans le tableau 4.1.

| Système de glissement   | $\tau_0$ | $h$      |
|-------------------------|----------|----------|
| Dislocations ordinaires | 250 MPa  | 1230 MPa |
| Super-dislocations      | 333 MPa  | 1230 MPa |
| Maclage                 | 250 MPa  | 1230 MPa |

TAB. 4.1 – Résultats de l'identification des paramètres de glissement des grains monophasés  $\gamma$  [14]

## Mode de déformation des grains lamellaires

Le mode de déformation des grains lamellaires a été largement étudié grâce à la fabrication de monocristaux lamellaires ou cristaux PST (PolySynthetically Twinned) avec des compositions chimiques proches de celles des polycristaux [37]. Les essais de traction et compression sur ceux-ci montrent que la courbe de comportement varie fortement en fonction de l'angle  $\phi$  de sollicitation par rapport à la direction des lamelles, la limite élastique maximale étant atteinte pour  $\phi = 90^\circ$  puis pour  $\phi = 0^\circ$  [13]. Cette dépendance est illustrée par les travaux de Umeda et al. [32] représentés sur la figure 4.3.

La limite élastique (fig. 4.3(a)) varie de 100 MPa pour les orientations faciles (à  $45^\circ$  de l'axe de sollicitation) à 600 MPa pour les orientations dures (à  $90^\circ$  de l'axe de sollicitation).

Une étude similaire sur des microstructures polycristallines provenant d'alliages Ti-48Al-2Cr-2Nb élaborés par fonderie (pour lesquels les interfaces entre lamelles sont perpendiculaires à la direction de solidification, cf. fig. 2.14, page 39) montrent la même variation du comportement en fonction de l'angle de sollicitation vis-à-vis de l'orientation des lamelles [29].

Selon Inui [19], la déformation plastique de la phase  $\alpha_2$  provient des glissements répertoriés dans le tableau 4.2 obtenus pour des monocristaux de phase  $\alpha_2$  (Ti-36,5%Al). Les valeurs des cisssions résolues critiques peuvent être différentes pour la phase  $\alpha_2$  des grains lamellaires mais elles permettent d'avoir une première estimation.

En ce qui concerne la phase  $\gamma$ , aucune étude n'a été faite pour le moment sur des cristaux possédant une teneur en aluminium inférieure à 50 % at., comme évoqué précédemment. D'autre part, la cisssion résolue critique des systèmes de déformation des lamelles  $\gamma$  peut considérablement être modifiée par la diminution du libre parcours moyen imposée par l'épaisseur des lamelles. Ainsi, le glissement dans les lamelles  $\gamma$  est souvent divisé en trois

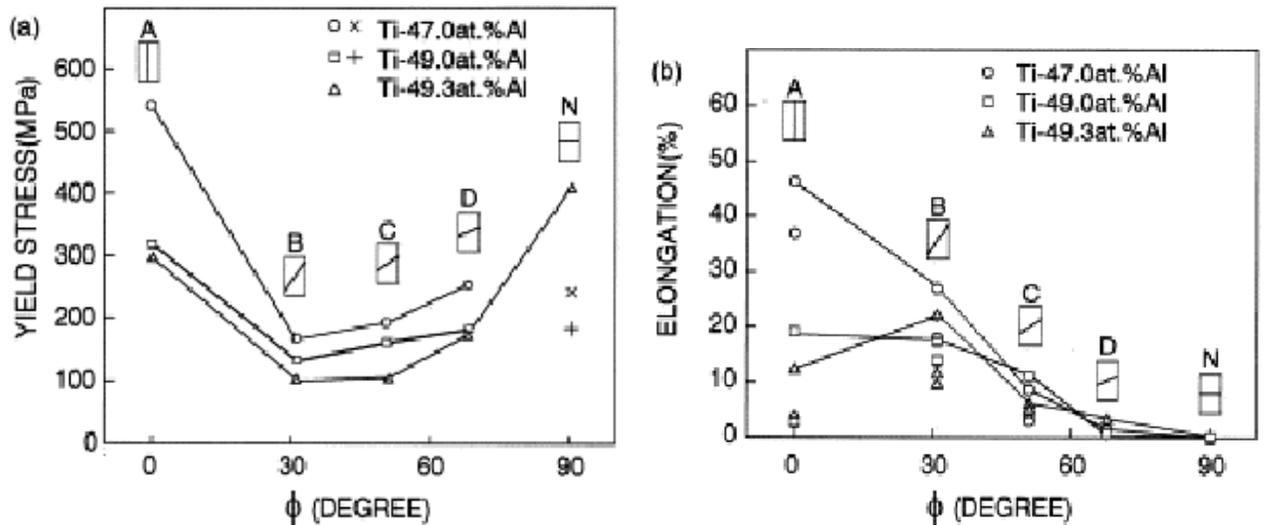


FIG. 4.3 – Dépendance du comportement macroscopique des cristaux PST à l'orientation des lamelles en fonction de la direction de sollicitation [32] (a) Variation de la limite élastique et (b) Variation de la ductilité.

| Système de glissement                               | Cission résolue critique $\tau_0$ |
|---|-----------------------------------|
| Prismatique $\{1120\}\langle 11\bar{2}0\rangle$     | 100 MPa                           |
| Basal $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$           | 330 MPa                           |
| Pyramidal $\{11\bar{2}1\}\langle \bar{1}126\rangle$ | 910 MPa                           |

TAB. 4.2 – Systèmes de glissement de la phase  $\alpha_2$  à température ambiante dans le cas des monocristaux [19].

modes distincts suivant leur direction par rapport au plan d'accolement des lamelles (fig. 4.4) :

- le mode longitudinal (fig. 4.4(a)), correspondant au glissement sur les plans de type  $\{111\}$  parallèles aux interfaces,
- le mode mixte (fig. 4.4(b)), correspondant au glissement sur des plans  $\{111\}$  non parallèles aux interfaces, mais avec une direction du vecteur de Burgers associé au glissement parallèle à celles-ci,
- le mode transversal (fig. 4.4(c)), correspondant à du glissement sur des plans  $\{111\}$  non parallèles aux interfaces, et dans une direction transversale.

Chaque système de glissement de la phase  $\gamma$  ainsi que ceux de la phase  $\alpha_2$  contribuent à ces trois modes principaux de déformation “morphologique” des grains lamellaires de la manière indiquée dans le tableau 4.3.

### Mode de déformation des microstructures duplex

Biery et al. [3] comparent les champs de déformation d'un alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb duplex avec environ 40 % de phase lamellaire et une taille de grains de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  avec les champs d'un alliage de composition Ti-45Al-2Cr-2Nb-0.9B entièrement lamellaire avec une taille de grains d'environ 90  $\mu\text{m}$ . À l'aide d'une grille d'un pas de 17  $\mu\text{m}$  déposée

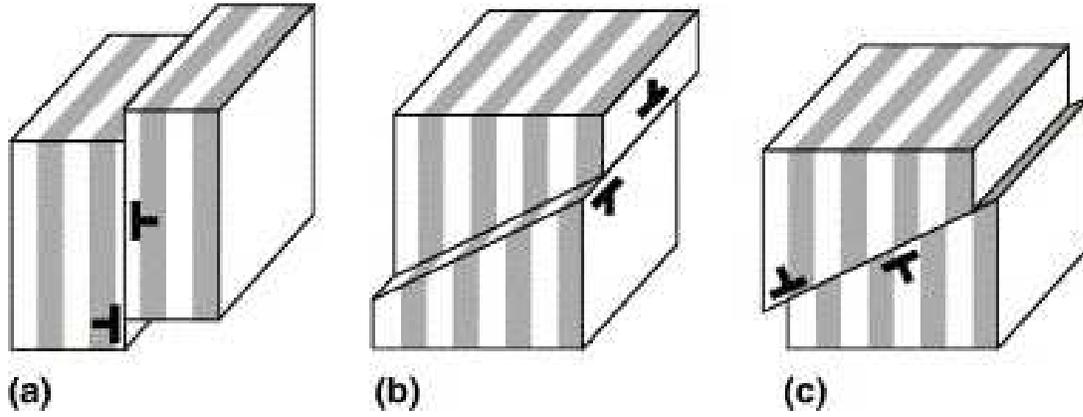


FIG. 4.4 – Modes de déformation des cristaux PST : (a) longitudinal (b) mixte et (c) transversal [34].

| Système de glissement                         | Mode longitudinal  | Mode mixte   | Mode transversal   |
|---|--|--|--|
| Ordinaire<br>$\{111\}\langle 110\rangle$      | 1/2 $[1\bar{1}0]$ (111)<br>-                               | 1/2 $[1\bar{1}0]$ (11 $\bar{1}$ )<br>-   | 1/2 $[110]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )<br>1/2 $[\bar{1}10]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )   |
| Super<br>$\{111\}\langle 101\rangle$          | $[01\bar{1}]$ (111)<br>$[\bar{1}0\bar{1}]$ (111)<br>-<br>- | $[01\bar{1}]$ (11 $\bar{1}$ )<br>$[\bar{1}0\bar{1}]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )<br>-<br>- | $[0\bar{1}1]$ (11 $\bar{1}$ )<br>$[\bar{1}0\bar{1}]$ (11 $\bar{1}$ )<br>$[0\bar{1}1]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )<br>$[\bar{1}0\bar{1}]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ ) |
| Maillage<br>$\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$ | 1/6 $[11\bar{2}]$ ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )<br>-<br>-    | -<br>-<br>-  | 1/6 $[\bar{1}1\bar{2}]$ (11 $\bar{1}$ )<br>1/6 $[\bar{1}\bar{1}2]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )<br>1/6 $[\bar{1}\bar{1}2]$ (1 $\bar{1}\bar{1}$ )                |
| Basal   | 1/6 $\langle 1\bar{2}10\rangle$ (0001)                     |  |  |
| Prismatique                                   |  | 1/6 $\langle 1\bar{2}10\rangle$ $\{10\bar{1}0\}$                                     |  |
| Pyramidal                                     |  |  | 1/6 $\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$ $\{11\bar{2}1\}$   |

TAB. 4.3 – Contribution des différents systèmes de glissement des phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$  aux différents modes de déformation de la phase lamellaire [14, ?].

à la surface de l'éprouvette, ils observent que l'hétérogénéité des déformations est plus grande dans le matériau duplex que dans la microstructure entièrement lamellaire. Il est à noter que la base de mesure, bien qu'intragranulaire dans les deux matériaux n'est pas intralamellaire. Ainsi la mesure dans les grains lamellaires est homogénéisée. Ils observent également, dans la microstructure duplex, que la déformation est en général plus faible là où la phase  $\alpha_2$  est présente (c'est-à-dire grains lamellaires ou particules de  $\alpha_2$ ). Les auteurs ne nous informent cependant pas de l'orientation des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation ni de la texture cristallographique.

En ce qui concerne la microstructure lamellaire, il est observé que la déformation est plus élevée lorsque les lamelles sont orientées à  $45^\circ$  de l'axe de sollicitation et plus faible lorsque l'orientation s'approche de  $0^\circ$ , ce qui concorde avec les résultats obtenus sur les cristaux PST. Cependant, selon les auteurs, les tentatives de corrélation entre l'orientation apparente et le niveau de déformation semblent ne pas être concluantes.

## 4.1.2 Travaux numériques, calculs polycristallins

### Modélisation des polycristaux monophasés $\gamma$

De nombreux auteurs se sont intéressés à la modélisation des polycristaux par éléments finis, notamment en vue de trouver des lois de comportement cristallines prenant en compte le maximum de paramètres physiques. Ces modèles sont toujours basés sur le même schéma [15] pour lequel l'évolution de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}^s$  sur les systèmes  $s$  est couramment définie (notamment à froid) par la loi en puissance proposée à l'origine par Hutchinson [18] :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right|^n \text{signe}(\tau^s) \quad (4.6)$$

où  $\tau^s$  représente la cission résolue sur le système de glissement  $s$  et  $\tau_c^s$ , la cission d'activation du système de glissement  $s$  qui évolue au cours du chargement dû à l'écrouissage. Cette évolution de l'écrouissage a d'abord été choisie linéaire par Taylor [28] donnant l'expression suivante de l'évolution de la cission d'activation :

$$\dot{\tau}_c^s = h_0 \sum_s |\dot{\gamma}^s| \quad (4.7)$$

pour laquelle l'évolution de l'écrouissage est identique pour chaque système de glissement. Puis, l'auto-écrouissage a été dissocié de l'écrouissage latent par Peirce et al. [25], afin de mieux modéliser les bandes de cisaillement observées expérimentalement, par :

$$\dot{\tau}_c^s = \sum_u h_{su} |\dot{\gamma}^u| \quad (4.8)$$

où  $h_{ss}$  représente l'auto-écrouissage du système de glissement  $s$ , et  $h_{su}$  avec  $u \neq s$ , l'écrouissage latent. Ces deux paramètres sont définis de la manière suivante :

$$h_{ss} \equiv h(\gamma) = h_0 \text{sech}^2 \left( \frac{h_0 \gamma}{\tau_{\text{sat}}^s - \tau_0^s} \right) \quad (4.9)$$

avec  $\text{sech}(x) = \frac{1}{\cosh(x)}$  et  $\tau_{\text{sat}}^s$  correspondant à la valeur de la cission résolue à saturation, et

$$h_{su} = qh(\gamma) \quad (4.10)$$

avec  $q$ , une constante comprise entre 1 et 1,4.

Plus récemment, le modèle de Cailletaud a été introduit [6, 7] et correspond (en version simplifiée) au modèle que nous utiliserons pour les calculs présentés dans ce manuscrit. Celui-ci introduit un écrouissage cinématique ( $x^s$ ) en plus de l'écrouissage isotrope ( $r^s = \tau_c^s$ ) de manière à mieux représenter le comportement des monocristaux sous chargement cyclique, pour lesquels il peut apparaître des structures de dislocations. D'autre part, il introduit un seuil de plasticité au-dessous duquel aucun système n'est activé. Ainsi, l'incrément de cisaillement est décrit par une loi puissance (de paramètres  $K^s$  et  $n^s$  à définir) :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K^s} \right\rangle^{n^s} \text{signe}(\tau^s - x^s) \quad (4.11)$$

avec  $\langle a \rangle = 0$  si  $a \leq 0$  et  $\langle a \rangle = a$  sinon.

L'évolution des deux paramètres d'écrouissage est définie par :

$$r^s = r_0^s + Q \sum_{r=1}^N h_{sr} (1 - e^{-bv^r}) \text{ avec } v^s = |\dot{\gamma}^s| \quad (4.12)$$

$$x^s = c\alpha^s \text{ avec } \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d^s v^s \alpha^s - \left| \frac{x^s}{M^s} \right|^{m^s} \text{signe}(x^s) \quad (4.13)$$

Le dernier terme, de paramètres  $M^s$  et  $m^s$ , correspond à un terme de restauration statique permettant d'améliorer la description des phénomènes de fluage et relaxation.

Ces lois, bien que phénoménologiques, peuvent être modifiées de manière à faire apparaître plus de paramètres physiques intégrant l'évolution de la densité des dislocations comme cela a été établi pour des métaux purs de structure cubique à faces centrées à froid [12].

Ainsi l'évolution de l'incrément de cisaillement peut être reliée au mouvement d'une famille de dislocations par la loi d'Orowan :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b \bar{v} \quad (4.14)$$

$\rho_m^s$  étant la densité de dislocations mobiles sur le système de glissement  $s$ ,  $b$ , le vecteur de Burgers et  $\bar{v}$ , la vitesse moyenne des dislocations. Connaissant l'expression de cette dernière, on retrouve l'expression de la vitesse de cisaillement sous la forme :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right|^n \text{signe}(\tau^s) \quad (4.15)$$

avec :

$$\dot{\gamma}_0 = \rho_m^s b^2 \nu_D \exp\left(\frac{-\Delta G_0}{kT}\right) \quad (4.16)$$

et

$$n = \frac{\tau_c^s \Delta V^*}{kT} \quad (4.17)$$

avec :

- $\nu_D$ , la fréquence de Debye,
- $\Delta G_0$ , l'énergie d'activation maximale,
- $k$ , la constante de Boltzmann,

- $T$ , la température,
- $\Delta V^*$ , le volume d'activation.

L'évolution de la cission résolue critique  $\tau_c^s$  est reliée à celle de la densité de dislocations par :

$$\dot{\tau}_c^s = \sum_{u=1}^N h_{su} \dot{\gamma}^u \quad (4.18)$$

avec :

$$h_{su} = \frac{\mu \alpha_{su}}{2 \sqrt{\sum_{q=1}^N \alpha_{sq} \rho^q}} \left( \frac{1}{K} \sqrt{\sum_{p=1}^N \alpha_{up} \rho^p} - 2y_c \rho^u \right) \quad (4.19)$$

et

- $\mu$ , le coefficient de cisaillement,
- $\alpha_{su}$ , le coefficient d'interaction géométrique entre les systèmes  $s$  et  $u$ ,
- $y_c$ , la distance d'annihilation entre dislocations de signes opposés,
- $K$ , le nombre moyen d'obstacles franchis avant arrêt.

L'ensemble de ces paramètres ayant un sens physique, il est possible de les déterminer à partir de mesures expérimentales ou de les identifier à partir de calculs de dynamique de dislocations discrètes (DDD), notamment pour le calcul des coefficients de la matrice d'interaction [10].

Cependant, ces valeurs ne sont connues (ou calculées) que pour un certain nombre de métaux tels que le cuivre et l'aluminium. Ainsi, nous utiliserons plutôt les modèles empiriques.

### Modélisation de la phase lamellaire

Il y a plusieurs manières de modéliser le comportement mécanique de la phase lamellaire, et plusieurs auteurs s'y sont intéressés [9, 33, 14, 27]. L'avantage de cette phase, par rapport à l'étude des grains monophasés  $\gamma$ , est la connaissance de la réponse mécanique des cristaux PST pour différentes configurations (différentes orientations des lamelles par rapport à la direction de sollicitation) ainsi que des compositions chimiques proches de celles utilisées pour les alliages polycristallins alors que l'on n'a pas la réponse mécanique de monocristaux de phase  $\gamma$  possédant la même composition chimique que les grains  $\gamma$  des polycristaux. Les coefficients sont ainsi facilement identifiables par minimisation de la différence entre la réponse du modèle avec la réponse expérimentale macroscopique obtenue sur PST. On peut identifier deux approches principales : une première consistant en la modélisation d'un volume, ou cellule unitaire, qui soit représentatif du monocristal lamellaire, avec imposition de conditions aux limites périodiques [22, 27]. La deuxième approche, moins coûteuse en temps de calcul, consiste en l'utilisation de modèles "homogénéisés" prenant en compte le comportement moyen de la phase lamellaire, sans pouvoir connaître les valeurs des déformations locales intralamellaires [21, 14]. Cette représentation peut être très simple, par exemple du type critère de Hill, pour représenter le comportement orthotrope de la phase, ou peut contenir plus de paramètres physiques, comme c'est le cas des modèles multi-échelles prenant en compte les différents systèmes de glissement des dislocations. Cependant, l'utilisation du critère de Hill est plus restrictive. La comparaison des deux types de modèles a été réalisée par Gélébart [14] et montre une différence maximale d'environ

150 MPa sur la surface de plasticité. Ceci est en particulier dû à la forme ellipsoïdale de la surface de plasticité de Hill.

### 4.1.3 Couplages expériences / Simulations numériques

De manière à identifier les coefficients des lois de comportement cristallographiques décrites dans les paragraphes précédents, différents auteurs comparent les résultats numériques aux résultats d'essais macroscopiques. Ainsi, Cornec et al. [8, 34] ont étudié le comportement en compression d'un cristal PST de composition Ti-49,3 % at. Al. Un couplage entre calculs par éléments finis et résultats expérimentaux (macroscopiques) a été réalisé de manière à identifier les paramètres associés aux systèmes de glissement du cristal PST. Le modèle utilisé étant un modèle multi-échelles, trois modes de glissement sont différenciés : longitudinal, mixte et transverse (cf. §4.1.1 et figure 4.4). Les résultats de l'identification sont répertoriés dans le tableau 4.4. Avec ce jeu de paramètres, les courbes

| Mode de glissement des cristaux PST | Cission résolue critique $\tau_0$ (MPa) | Coef. d'écroissage (MPa) |
|-------------------------------------|---|--------------------------|
| longitudinal                        | 55                                      | 400                      |
| mixte                               | 150                                     | 320                      |
| transverse                          | 185                                     | 135                      |

TAB. 4.4 – Paramètres des systèmes de glissement utilisés pour la modélisation des cristaux PST (valeurs identiques pour l'écroissage latent et l'auto-écrouissage) [34].

de comportement pour des orientations lamellaires de 0 °, 45 ° et 90 ° correspondent parfaitement aux courbes expérimentales. Cependant, les courbes pour des lamelles à 15 °, 75 ° et 80 ° montrent des différences avec l'expérience. Les limites élastiques sont bien représentées mais pas l'écroissage (cf. figure 4.5).

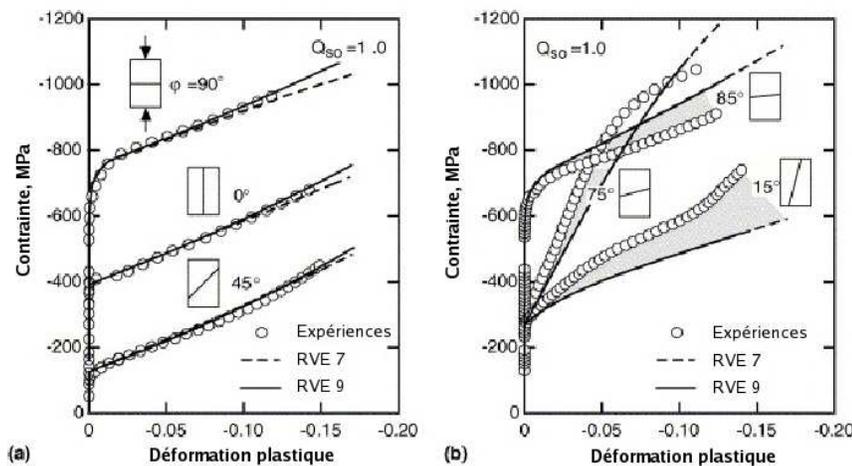


FIG. 4.5 – Courbes de comportement de cristaux PST en compression pour différentes orientations des lamelles - Comparaison des résultats expérimentaux avec les résultats numériques obtenus en considérant deux types de VER.

Le même couplage a été réalisé sur des polycristaux de composition Ti-47Al-3,7(Nb, Cr, Mn, Si)-0,5B à microstructure entièrement lamellaire (taille de grains : 100  $\mu\text{m}$ ). Les

expériences ont montré que la limite élastique en compression était 10 % supérieure à celle obtenue pour les essais de traction. Les lamelles semblent orientées dans la direction parallèle à l'axe de sollicitation, cependant, aucun plan de prélèvement n'est spécifié. Les paramètres optimisés pour l'essai de compression sont répertoriés dans le tableau 4.5. Les valeurs plus élevées de la cission résolue critique que celles du tableau 4.4 peuvent s'expliquer par un espacement inter-lamellaire plus fin.

| Mode de glissement des cristaux PST | Cission résolue critique $\tau_0$ (MPa) | Coef. d'écroissage (MPa) |
|-------------------------------------|---|--------------------------|
| longitudinal                        | 82,5                                    | 1400                     |
| mixte                               | 225                                     | 1400                     |
| transverse                          | 277,5                                   | 1400                     |

TAB. 4.5 – Paramètres des systèmes de glissement utilisés pour la modélisation des polycristaux lamellaires (valeurs identiques pour l'écroissage latent et l'auto-écroissage) [34].

Brockman [5] analyse également le comportement des polycristaux monophasés  $\gamma$  et lamellaires par des calculs par éléments finis à l'échelle de la microstructure mais ne fait pas d'identification des coefficients des lois de comportement cristallines. Les paramètres utilisés pour la modélisation de la phase  $\gamma$  sont ceux de Parteder et al. [24] et sont répertoriés dans le tableau 4.6. Pour la phase  $\alpha_2$ , les propriétés en plasticité sont tirées des travaux de Yamaguchi et al. [36]. Les paramètres sont répertoriés dans le tableau 4.7.

| Système de glissement | Cission critique | Coef. d'auto-écroissage |
|-----------------------|------------------|-------------------------|
| Ordinaire             | 90               | 800                     |
| Super                 | 120              | 800                     |

Cissions critiques et paramètres d'écroissage (MPa)

|            | Ordinaire | Superdisl. |
|------------|-----------|------------|
| Ordinaire  | 800       | 1120       |
| Superdisl. | 1120      | 800        |

Ecroissage latent (MPa)

TAB. 4.6 – Paramètres utilisés par Brockman [5] pour la modélisation de la phase  $\gamma$ .

| Système de glissement | Cission critique | Coef. d'auto-écroissage |
|-----------------------|------------------|-------------------------|
| Prismatique           | 100              | 500                     |
| Basal                 | 329              | 500                     |
| Pyramidal             | 911              | 1500                    |

Cissions critiques et paramètres d'écroissage (MPa)

|        | Prism. | Basal | Pyr. |
|--------|--------|-------|------|
| Prism. | 800    | 1000  | 1000 |
| Basal  | 1000   | 800   | 1000 |
| Pyr.   | 1000   | 1000  | 2000 |

Ecroissage latent (MPa)

TAB. 4.7 – Paramètres utilisés par Brockman [5] pour la modélisation de la phase  $\alpha_2$ .

Marketz et al. [22] étudient également la modélisation des polycristaux monophasés  $\gamma$  et prennent en compte la déformation par maclage non prise en compte dans les modélisations précédentes. Le maclage est traité comme du glissement unidirectionnel et ils considèrent

que la fraction du volume maclé n'est pas déformée par du glissement de dislocations. Les paramètres du modèle sont calibrés par une comparaison avec la courbe macroscopique d'un alliage Ti-48Al-2Cr, non texturé avec une taille de grains de l'ordre de  $20\mu\text{m}$ . Les paramètres utilisés sont répertoriés dans le tableau 4.8.

| Système de glissement | Cission critique (MPa)   | Coef. d'auto-écrouissage |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| Ordinaire             | 130                      | $H$                      |
|                       | $(70 + 0,27 d_a^{-0,5})$ |                          |
| Super                 | 200                      | $H$                      |
| Maclage               | 130                      | $H$                      |

TAB. 4.8 – Paramètres utilisés par Marketz [22] pour la modélisation de la phase  $\gamma$ .

## 4.2 Travaux expérimentaux

Comme montré lors du paragraphe 2.2, quatre types de microstructures ont été étudiées de composition chimique différentes et/ou provenant de voies d'élaboration différentes. Ces matériaux ont été présentés en section 2.2. Pour l'étude de la plasticité de ces alliages, des essais de compression ont été réalisés avec analyse systématique de la microstructure et des champs de déformation à différentes échelles ainsi que l'étude de l'émission acoustique des mécanismes dissipatifs. Par ailleurs, deux essais de traction ont été réalisés sur deux microstructures, les deux autres, possédant des microfissures dues vraisemblablement à l'usinage, ont été étudiées uniquement d'un point de vue microstructural.

### 4.2.1 Préparation des éprouvettes

Deux types d'éprouvettes, représentées sur la photographie de la figure 4.6, ont été utilisés : des éprouvettes de traction ayant une zone utile de  $15 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$  et des éprouvettes de compression de taille de l'ordre de  $10 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ .

Une des surfaces de chaque éprouvette a été polie mécaniquement au papier abrasif jusqu'au grade 4000. Puis, a été réalisé un polissage électrolytique tel qu'indiqué dans le paragraphe 3.1.1 (page 60). Après polissage, les plots d'or sont déposés à des distances de  $400 \mu\text{m}$  sur une surface jugée représentative *a priori*, généralement de l'ordre de  $1 \text{ mm}^2$ . Une analyse EBSD est ensuite effectuée et des grilles d'un pas de  $1 \mu\text{m}$  sont déposées. L'ensemble des étapes ainsi que leur intérêt font l'objet du chapitre 3.

Sur la face opposée à la face polie est déposé un mouchetis. Différentes manières de réaliser un mouchetis sont possibles. Ici, il a été conçu à l'aide de peinture noire projetée sur la surface, suivi de saupoudrage de particules de couleur blanche. Ce procédé permet de réaliser un mouchetis avec une hétérogénéité de niveaux de gris permettant d'utiliser des domaines de corrélation aussi petit que  $10 \times 10 \text{ pixels}^2$  (soit environ  $160 \times 160 \mu\text{m}^2$ ). Un exemple est présenté sur la figure 4.7.

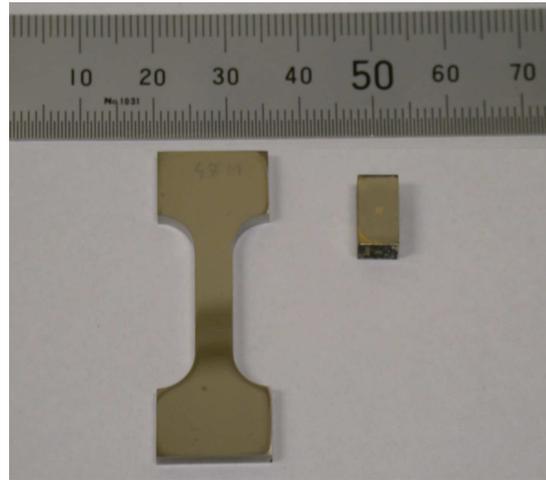


FIG. 4.6 – Photographie des éprouvettes de traction et compression.

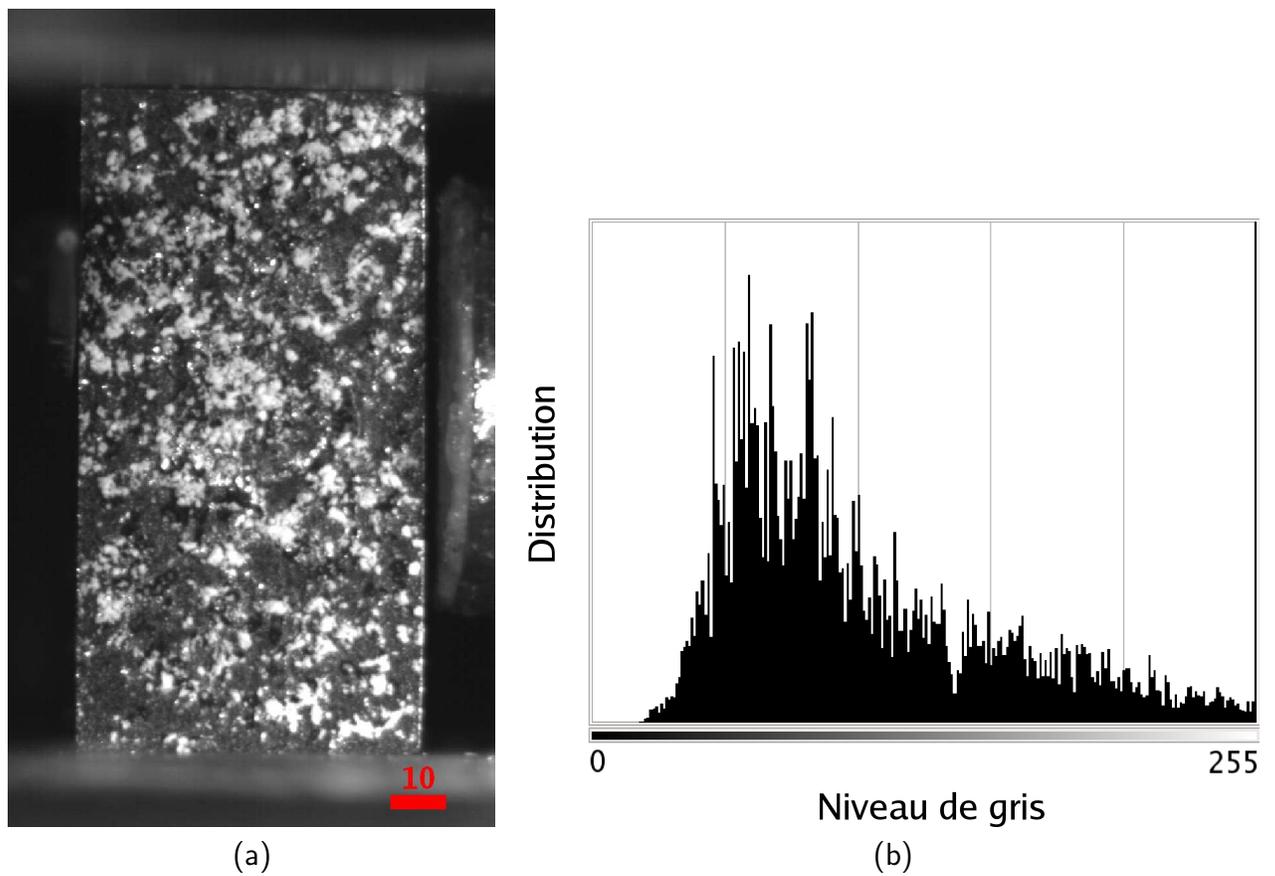


FIG. 4.7 – (a) Photographie d'un mouchetis effectué sur une éprouvette de compression (unités : mm) et (b) histogramme de niveaux de gris associé.

#### 4.2.2 Dispositif expérimental

La photographie de la figure 4.8 montre le dispositif expérimental mis en place pour les essais de compression. Les essais de traction sont réalisés de la même manière. La face, sur

laquelle a été déposé le mouchetis, est filmée en permanence par une caméra CCD. Une image est enregistrée toutes les secondes et la vitesse de déplacement de la traverse est de 0,2 mm/minute, ce qui représente une image tous les incréments de déformation moyenne  $\Delta\varepsilon$  égaux à environ 0,03 %.

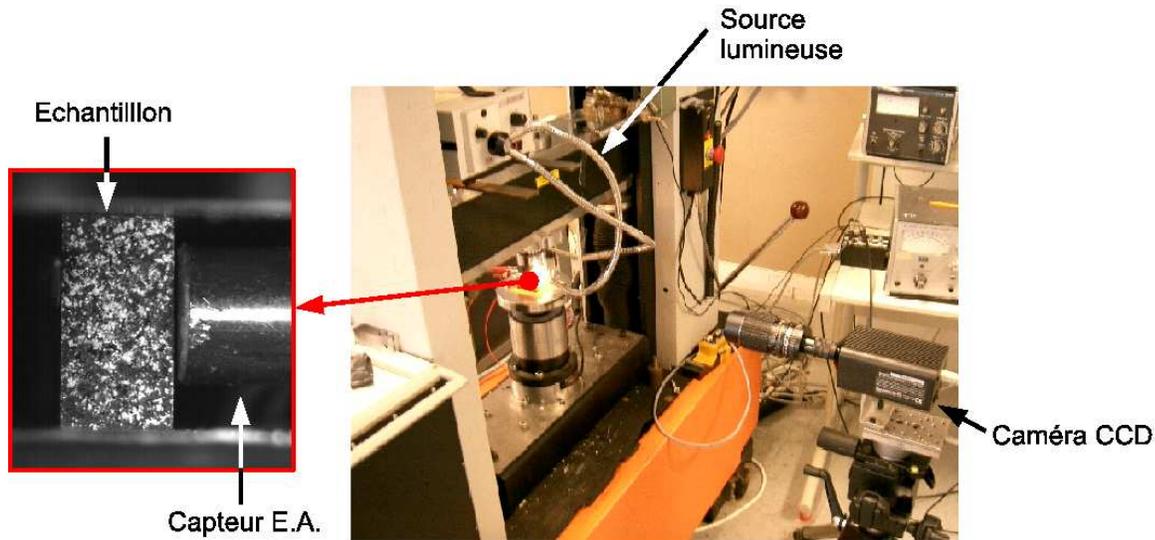


FIG. 4.8 – Photographies du dispositif expérimental pour les essais de compression.

Cet enregistrement possède une double fonctionnalité : (1) il permet de mesurer les déformations moyennes en temps réel de l'éprouvette et remplace ainsi une jauge de déformation qui aurait été difficilement collable à cause de la dimension de l'éprouvette et du montage utilisé, et (2) il permet de mesurer le champ de déformation, par corrélation d'images, à une échelle qui est qualifiée de mésoscopique pour laquelle la base de mesure est de l'ordre de  $500\ \mu\text{m}$ . Cette base de mesure correspond à la surface recouverte par une microgrille. La mesure de champs de déformation à l'échelle mésoscopique permet donc d'infirmer ou de confirmer la représentativité de la surface de  $500 \times 500\ \mu\text{m}^2$  vis-à-vis de l'ensemble du comportement de l'éprouvette. Dans le cas où les champs mesurés à l'échelle mésoscopique ne sont pas homogènes sur la surface de l'éprouvette, les informations données par l'analyse sur la microgrille ne seront donc pas représentatives de l'ensemble de la structure.

Ajouté à ce dispositif, un capteur d'émission acoustique est positionné sur une des deux faces libres de l'éprouvette de manière à détecter des événements dissipatifs d'énergie. Dans les matériaux métalliques, ces mécanismes peuvent être le maillage, les avalanches de dislocations ou encore la micro-fissuration [16].

Grâce à ce dispositif expérimental, des mesures multi-échelles sont réalisées. Les mesures de contraintes et déformations sont qualifiées de mesures macroscopiques (base de mesure : 10 mm). A cette échelle seront également intégrés les résultats d'émission acoustique qui seront mis en parallèle avec les courbes de comportement. Les mesures mésoscopiques sont les résultats de la corrélation d'images à l'échelle du mouchetis (base de mesure :  $500\ \mu\text{m}$  sur un champ de  $50\ \text{mm}^2$ ). Et enfin, les mesures de déformations à l'échelle de la microstructure par corrélation des images de microgrilles seront qualifiées de microscopiques

(base de mesure :  $2 \mu\text{m}$  sur un champ de  $1 \text{ mm}^2$ ). Il est à noter cependant que les mesures de champs à l'échelle mésoscopique sont continues (une mesure toutes les secondes) alors que les mesures de déformations microscopiques sont effectuées après décharge.

### 4.2.3 Résultats d'essais - Echelle macroscopique

La mesure de la réponse macroscopique a été réalisée grâce à la technique de suivi de marqueurs développée au LMS sous LabVIEW par Vincent de Greef. Pour cela, quatre marqueurs sont sélectionnés sur le mouchetis tel qu'indiqué par la figure 4.9. Deux marqueurs sont utilisés pour le calcul du déplacement longitudinal et deux autres pour la mesure du déplacement transverse. Les déformations sont ensuite calculées en fonction de la variation de la distance entre les marqueurs de la manière suivante :  $\varepsilon_i = \frac{\Delta L_i}{L_{i0}}$  où  $\varepsilon_i$  est la déformation suivant la direction  $i$  calculée sous l'hypothèse de petites déformations,  $\Delta L_i$  et  $L_{i0}$  respectivement la variation de longueur et la longueur initiale suivant cette même direction.

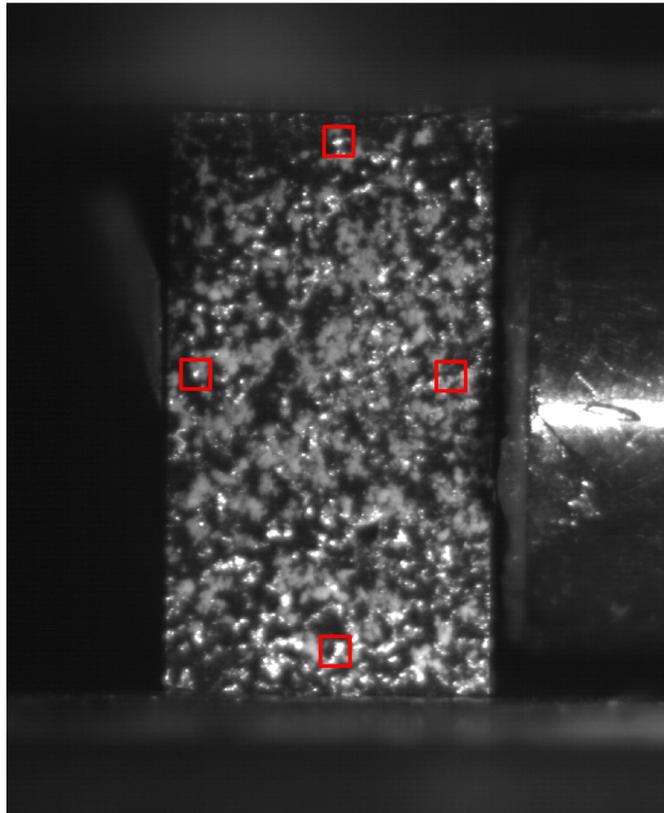


FIG. 4.9 – Marqueurs pour l'acquisition des déformations macroscopiques.

Cette technique permet de réaliser facilement des mesures de déformation en temps réel. Cependant, une erreur peut survenir lors de la mise sous charge de l'échantillon, comme une rotation de ce dernier par exemple. C'est le cas de l'essai représenté sur la figure 4.10, pour lequel la mesure est entachée d'une erreur liée à une rotation de l'éprouvette, générant un problème de parallaxe (courbe 48MdP). Une méthode pour atténuer ce problème consiste

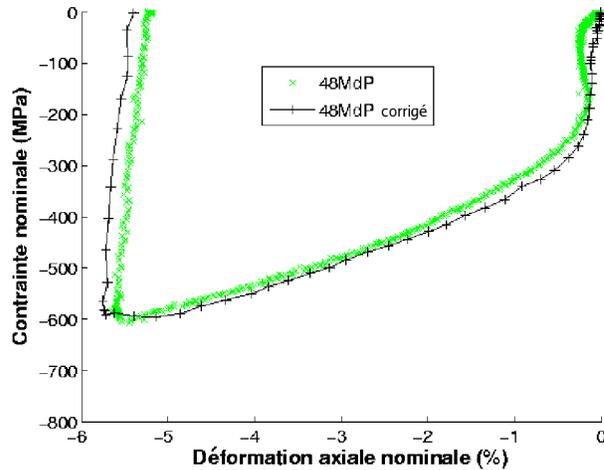


FIG. 4.10 – Correction de la courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  lors de la rotation de l'échantillon.

à traiter l'essai *à l'envers*, c'est-à-dire à renverser l'ordre des images acquises de manière à traiter l'essai de compression comme un essai de traction, l'image de référence étant la dernière. Les résultats macroscopiques sont représentés sur la figure 4.11 et les paramètres macroscopiques associés sont répertoriés dans le tableau 4.9.

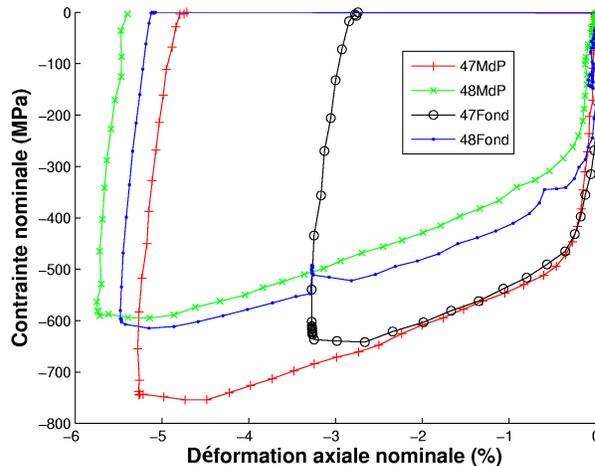


FIG. 4.11 – Comparaison des courbes de comportement des 4 alliages.

Ces résultats montrent que, malgré la forte différence microstructurale des quatre matériaux étudiés, ceux-ci présentent des caractéristiques mécaniques communes. Ils possèdent des taux d'écroutissement similaires et des modules d'Young du même ordre de grandeur (environ 150 GPa). En revanche, leur différence provient du niveau de leur limite élastique. Ainsi, à l'ordre 1, nous pouvons dire que la composition chimique semble piloter le comportement plastique du matériau, et à l'ordre 2, la microstructure (ou voie d'élaboration). On peut noter cependant que chimie et microstructures sont étroitement liées, étant donné que les compositions à 47 % at. d'aluminium posséderont plus de phase  $\alpha_2$  qui semble être une

| Echantillon   | 47Al MdP | 47Al Fonderie | 48Al MdP | 48 Al Fonderie |
|---|----------|---------------|----------|----------------|
| E (GPa)*  | 145 ± 5  | 130 ± 5       | 155 ± 15 | 170 ± 5        |
| Re <sub>0,2%</sub> (MPa)                            | 466      | 457           | 246      | 366            |
| Pic E.A. (MPa)                                      | 447      | 352           | 249      | -              |
| $\frac{\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{22}}$ minimum | -0,5     | -0,88         | -0,54    | -0,63          |

\* marges d'erreur estimées à partir des écarts sur les mesures réalisées par des opérateurs différents.

TAB. 4.9 – Caractéristiques mécaniques macroscopiques des quatre échantillons obtenus par des essais de compression.

phase plus dure que la phase  $\gamma$ . La différence entre les limites élastiques des nuances 47Al et 48Al concordent avec celles obtenues par Thomas et al. [31] pour lesquels une différence de 111 MPa est obtenue en moyenne entre l'alliage GE-47 et l'alliage GE-48 obtenus par la voie fonderie.

Les rapports de déformations ( $\varepsilon_{11}/\varepsilon_{22}$ ) obtenus mettent en évidence une forte anisotropie pour l'alliage 47F (rapport nettement différent de -0,5, obtenu pour une texture isotrope). Ce résultat concorde avec le type de microstructure et la texture très marquée de celui-ci (voir fig. 2.12 page 36). L'alliage 48F possède également une légère anisotropie, probablement due à ses 25 % vol. de phase lamellaire possédant une texture semblable à celle du 47F (tableau 2.3 page 42). En revanche, la valeur  $\frac{\varepsilon_{22}}{\varepsilon_{11}} = -0,5$  est conforme aux résultats de texture isotrope obtenus sur les deux alliages provenant de la voie métallurgie des poudres.

### Résultat de l'émission acoustique

Le phénomène d'émission acoustique correspond à un phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'onde élastique transitoire au sein du matériau ayant des processus dynamiques de déformation (définition AFNOR). Les ondes élastiques ainsi émises sont enregistrées à l'aide d'un capteur piézoélectrique délivrant un signal de l'ordre du microvolt. Ce signal est ensuite amplifié grâce à un préamplificateur avant d'être éventuellement traité. Deux types de signaux peuvent être captés : ceux provenant d'une émission acoustique continue (due, entre autres, au bruit généré par le dispositif expérimental) et une émission discrète due aux mécanismes de plasticité ou encore d'endommagement du matériau. Le schéma du principe est représenté par la figure 4.12.

L'émission acoustique discrète se manifeste par des salves comme représenté sur la figure 4.13. Celles-ci sont caractérisées par différents paramètres comme le temps de montée, la durée de la salve, son amplitude, ou encore son énergie, définie par :

$$E = \int_T V(\tau)^2 d\tau \quad (4.20)$$

avec  $V$ , l'amplitude à l'instant  $t$  de la salve et  $T$ , sa durée. La plupart de ces caractéristiques dépendent du seuil de détection que l'on définit au préalable. Le nombre de coups par exemple, est le nombre de fois que l'amplitude dépasse le seuil pendant la durée de la salve.

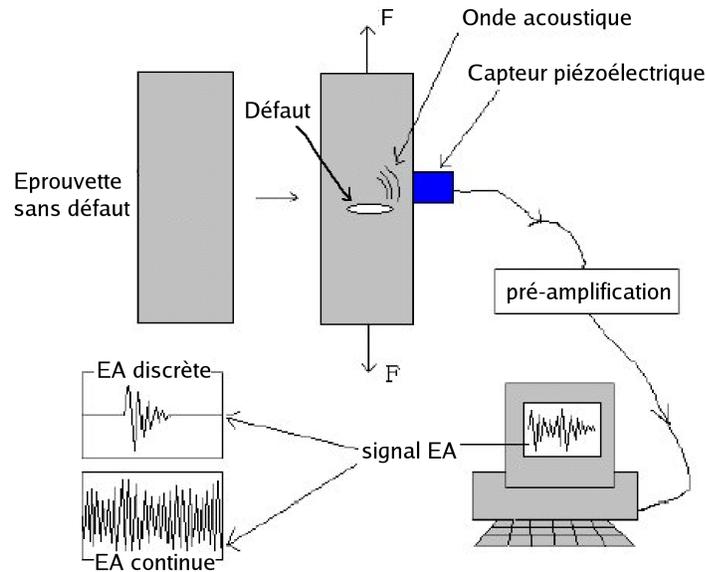


FIG. 4.12 – Schéma de principe de la détection d'émission acoustique [17].

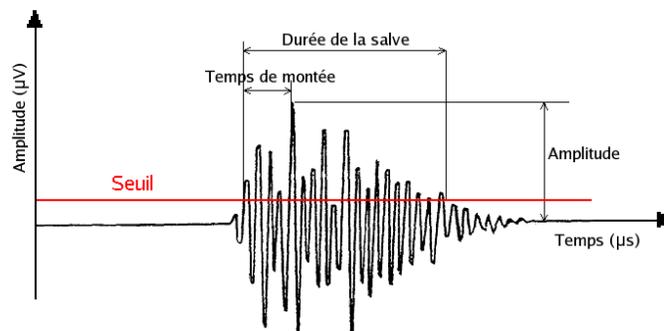


FIG. 4.13 – Paramètres caractéristiques d'une salve d'émission acoustique [26].

Dans cette étude, l'intérêt de la détection des signaux acoustiques est multiple. Elle permet, d'une part, de corréler (ou non) le seuil de plasticité avec l'apparition de mécanismes dissipatifs d'énergie et de comparer les quatre matériaux de manière à vérifier si les mêmes mécanismes sont activés par comparaison de leurs signatures acoustiques. D'autre part, la comparaison entre les signaux acoustiques lors d'essais mécaniques de compression et de traction permettrait de décorrélérer les signaux dus aux mécanismes de plasticité de ceux dus aux mécanismes d'endommagement qui, pour des taux de déformation faibles, n'apparaissent normalement pas (ou peu) lors des essais de compression. Cette décorrélation permettrait de vérifier en traction, l'activation des mécanismes de déformation observés en compression et de vérifier éventuellement leur antériorité vis-à-vis des mécanismes de rupture des éprouvettes (phénomène de plasticité) avec notamment l'apparition, ou non, du maillage (se traduisant par des signaux détectables lors des essais de compression). Faute d'éprouvettes saines (sans microfissures dues à l'usinage), cette dernière étape n'a pas été réalisée dans cette étude.

Afin de filtrer au maximum les signaux et ne garder que les salves possédant des pa-

ramètres significatifs, des seuils sont définis. Nous avons évoqué précédemment le seuil en amplitude et on définit également un seuil en fréquence. Les paramètres de réglage de détection de l'émission acoustique utilisés ici sont répertoriés dans le tableau 4.10. Les seuils de détection ont été réglés très bas de manière à capter le maximum d'informations.

|                   |       |
|-------------------|-------|
| Seuil             | 26 dB |
| Pré-amplificateur | 40 dB |
| Filtre Passe-Haut | 10kHz |
| Filtre Passe-Bas  | 2MHz  |

TAB. 4.10 – Paramètres de détection de l'émission acoustique.

Les résultats pour trois types d'échantillons sont représentés sur les images de la figure 4.14. L'essai sur la nuance 48F n'ayant pas donné de résultats significatifs en raison d'un niveau de bruit trop élevé, il n'est pas présenté ici.

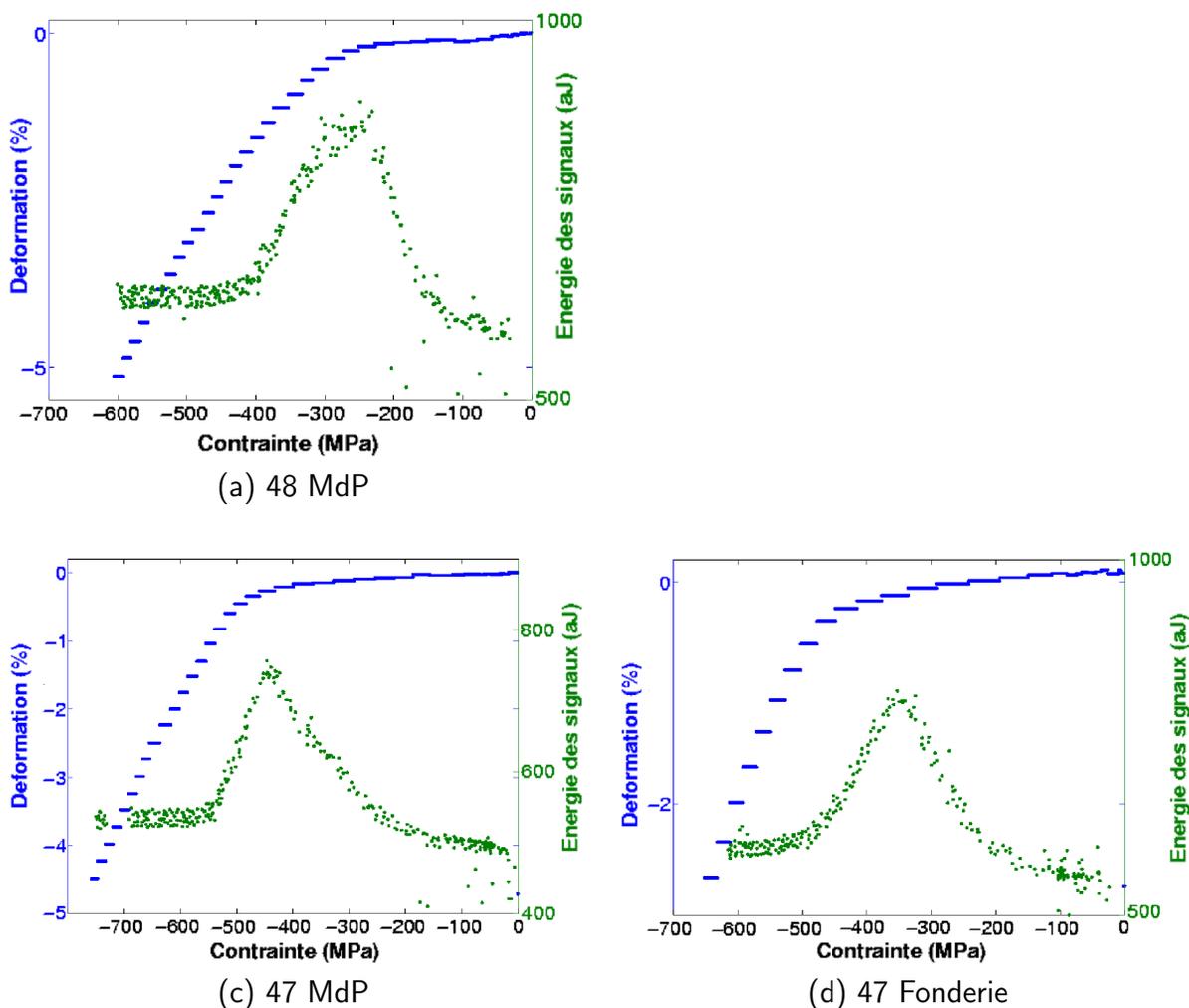


FIG. 4.14 – Relation courbe macroscopique / émission acoustique.

Ces résultats montrent que pour chacune des trois microstructures étudiées, le même phénomène est observé : il existe bien une corrélation entre la détection d'un pic d'émission acoustique et l'entrée en plasticité macroscopique du matériau. Les signaux émis à cet

instant, possèdent non seulement une énergie élevée par rapport au bruit, comme le montre la figure 4.14, mais également une fréquence plus élevée que le bruit, comme le montre la figure 4.15 qui met en relation l'énergie des signaux avec leur fréquence. Par ailleurs, cette dernière figure met en avant une similitude des signaux, possédant une relation linéaire entre énergie et fréquence, pour les trois matériaux. Ceci indique donc une probable similitude entre les mécanismes de déformation activés dans chacune des microstructures.

Ce phénomène a déjà été étudié par Kauffmann et al. [20] sur des microstructures quasi monophasées  $\gamma$  possédant une taille de grains de l'ordre de  $7 \mu\text{m}$  et la présence, en quantité inférieure à 10 % du volume, de phases  $\alpha_2$  et  $B2$  aux points triples ainsi que de borures. Ces derniers, grâce à des analyses en Microscopie Electronique à Transmission (MET) et différents traitements thermiques entre les cycles de déformation, associent ce pic au maillage. Wu et al. [4, 35], en revanche, associent, pour des essais de traction, l'émission acoustique à l'apparition de microfissures, sur des microstructures avec au minimum 50 % vol. de phase lamellaire et présence de borures.

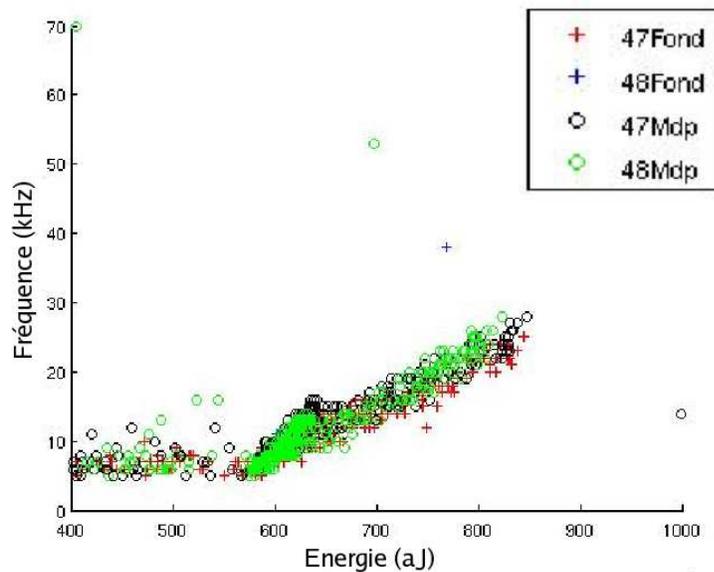


FIG. 4.15 – Relation énergie / fréquence des signaux d'émission acoustique.

La mesure d'émission acoustique étant une mesure globale macroscopique effectuée sur polycristaux, il est difficile de relier les signaux aux mécanismes activés et notamment d'établir l'unicité du mécanisme. Toutefois, il n'a pas été observé de microfissures apparentes dans l'ensemble des microstructures étudiées, mais les microfissures sont peut-être refermées et le contraste donné par la grille d'or empêche une bonne visualisation des éventuels défauts. Cependant, l'ensemble de nos observations nous amène à associer l'émission acoustique enregistrée au mécanisme de maillage suivi par l'activation de systèmes de glissement.

Afin de vérifier la présence ou non de microfissures, un essai de compression in-situ a été réalisé sur le matériau de type 48F sans grille sur la surface. Une attaque chimique a été effectuée après l'analyse EBSD de manière à créer un contraste, nécessaire pour la corrélation d'images, et permettre ainsi une meilleure visualisation des joints de grains. Les résultats de cet essai sont présentés sur la figure 4.17. Pour différentes étapes, une image

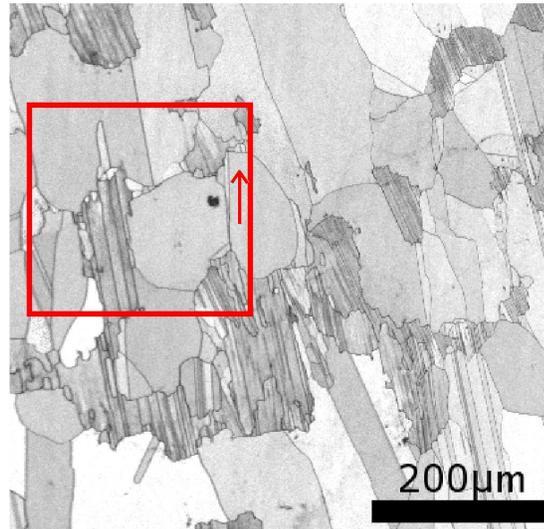


FIG. 4.16 – Microstructure associée à la zone étudiée en figure 4.17 - Contraste de bandes, EBSD.

de la zone, dont la microstructure est présentée figure 4.16, est enregistrée. Cette zone est la seule partie d'une surface de  $1 \text{ mm}^2$  où une fissure a été observée. On peut ainsi voir que la fissure apparaît pour une déformation moyenne comprise entre 4 et 4,5 %, ce qui est bien au-delà du domaine élastique et du seuil d'émission acoustique.

#### 4.2.4 Résultats d'essais - Echelle mésoscopique

Les résultats mésoscopiques sont obtenus par corrélation d'images sur le mouchetis. Ils permettent d'évaluer l'hétérogénéité des déformations mesurées à une échelle intermédiaire entre l'échelle macroscopique et l'échelle de la microstructure. Un exemple des images obtenues par caméra CCD ainsi que du résultat obtenu par corrélation entre l'image prise à la fin de l'essai et l'image initiale sont présentés sur les figures 4.18(a) et (b).

En général, la taille de la zone corrélée est choisie assez éloignée des extrémités de manière à éviter les effets de bords liés au frottement dû au contact avec les plateaux de la traverse, ce qui peut se traduire par la génération d'un effet de mise en tonneau. La figure 4.19 représente ces mêmes champs de déformation pour les quatre microstructures étudiées.

Les déformations mésoscopiques ont toutes été mesurées pour la même déformation moyenne ( $\langle \varepsilon_{22} \rangle = -3 \%$ ) avec une base de mesure du même ordre de grandeur (de l'ordre de  $0,5 \text{ mm}$ ) et le schéma d'intégration de type 2 (cf. fig. 3.9 page 70). Comme déjà mentionné précédemment, cette base de mesure est d'une taille équivalente à la surface recouverte par une microgrille. Cette information permet donc de savoir si la surface recouverte par une grille est représentative, ou non, de la déformation de l'ensemble de l'éprouvette.

Le degré d'hétérogénéité (identifiable par la valeur de l'écart type des histogrammes de distribution des déformations - fig. 4.20) peut être directement relié aux textures cristallographique et morphologique qui ont été caractérisées dans le chapitre 2. Ainsi pour le matériau de fonderie à 47 % at. d'aluminium, possédant des textures cristallographique et morphologique très marquées, on observe une forte hétérogénéité de la déformation visible

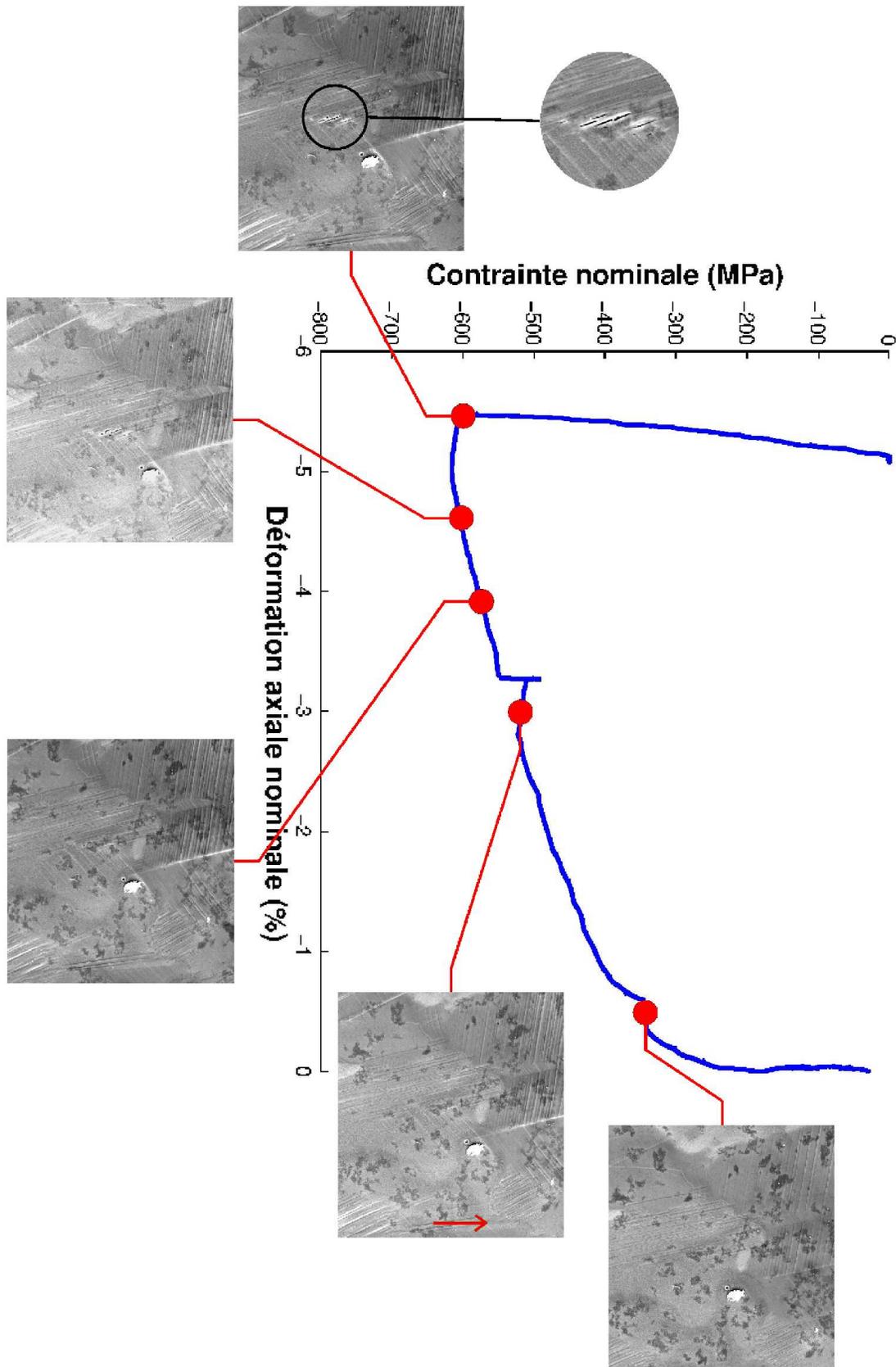


FIG. 4.17 – Essai de compression sous MEB - Visualisation de l'état d'endommagement au cours de l'essai sur la nuance 48F.

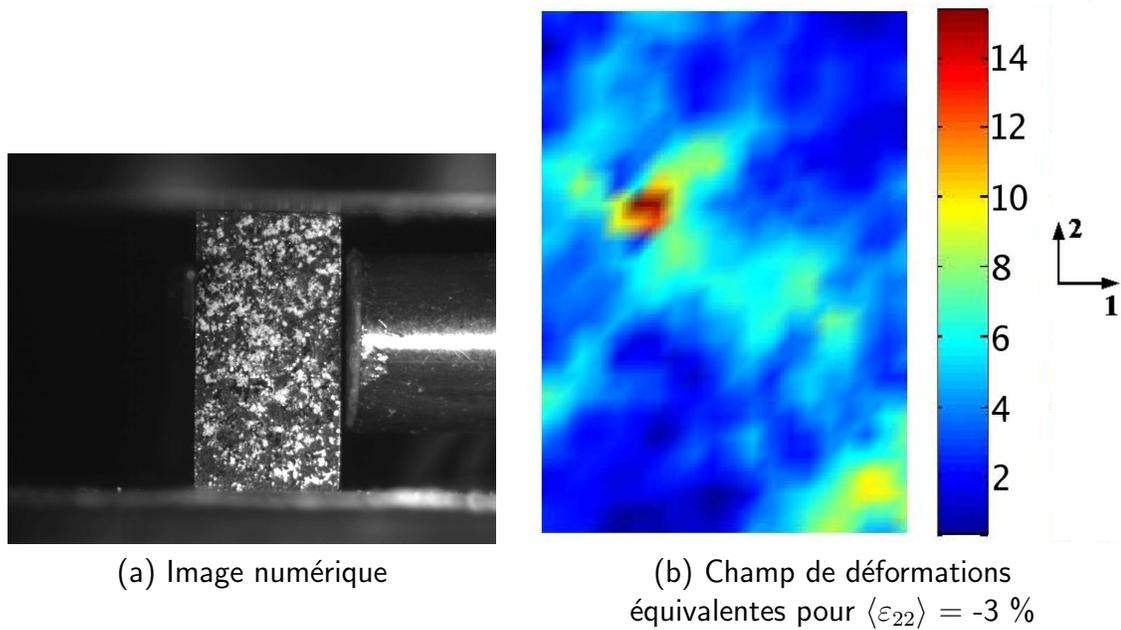


FIG. 4.18 – Corrélation d'images sur mouchetis - 47 Fonderie.

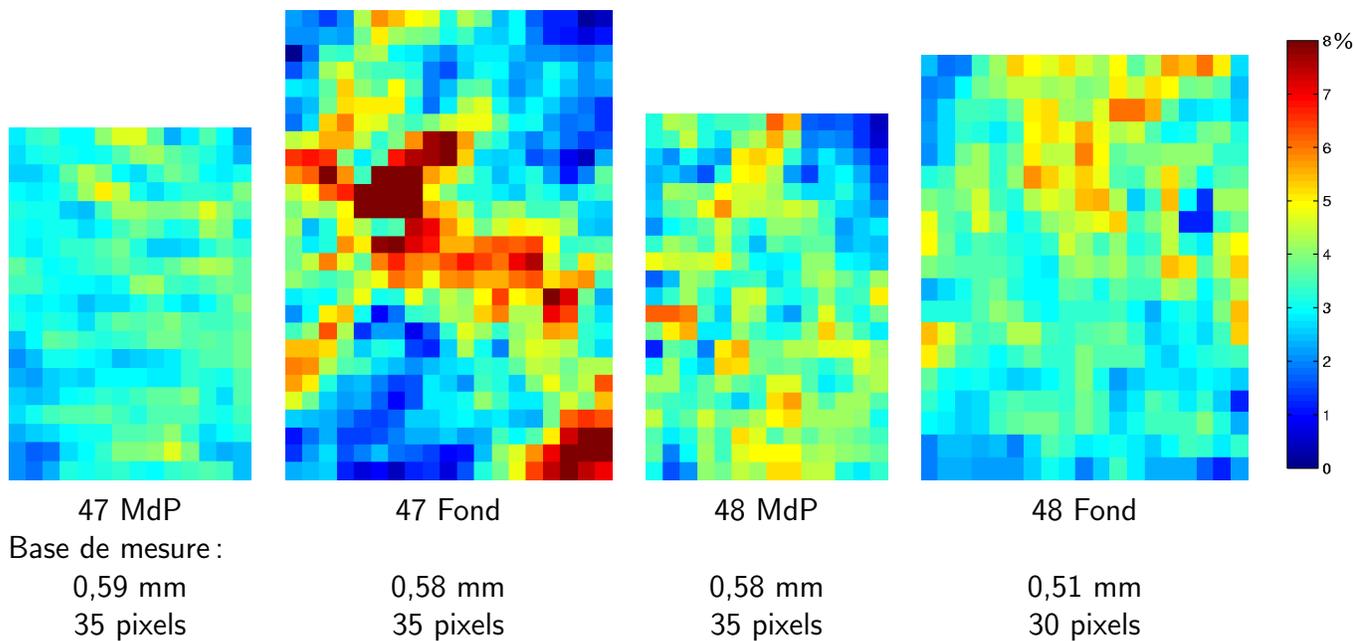


FIG. 4.19 – Champs de déformation équivalente mésoscopiques des quatre microstructures pour une déformation moyenne en compression de 3 %. Incertitude associée à la mesure : 0,2 %

par des bandes orientées à environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation alors que les autres microstructures possèdent une hétérogénéité beaucoup plus faible en accord avec leur texture plus isotrope. La microstructure 47MdP est cependant plus homogène que les deux microstructures possédant 48 % at. d'aluminium, que l'on peut relier à la taille de grain très fine et relativement homogène du type 47MdP alors que les microstructures 48MdP et 48F possèdent des grains de taille beaucoup plus grande (diamètre moyen deux

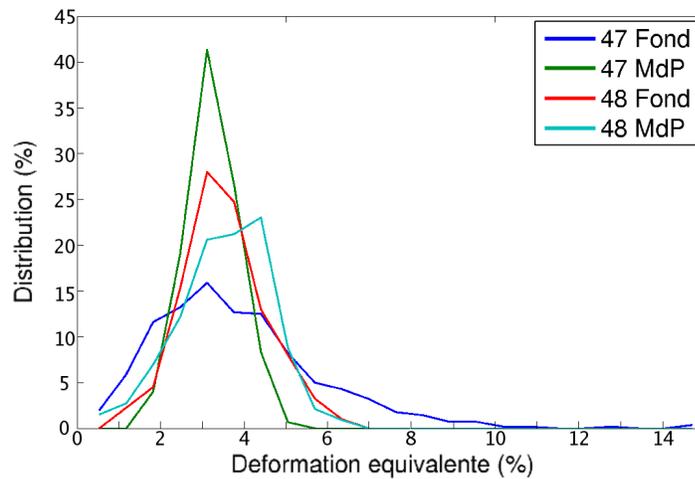


FIG. 4.20 – Histogrammes de la distribution des déformations équivalentes calculées à l'échelle mésoscopique.

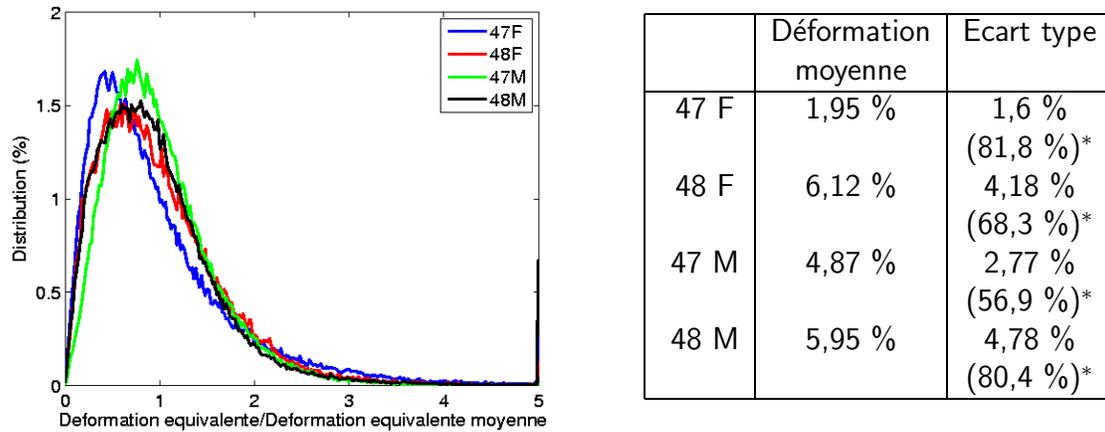
à trois fois plus élevé) ainsi qu'une hétérogénéité plus importante de leur distribution (cf. §2.2.4, page 41).

Notons ici que le champ de déformation obtenu sur une microgrille de l'éprouvette 47F ne sera pas représentatif de l'ensemble de l'éprouvette. Cependant, étant donné que la microstructure de cet alliage est similaire sur toute l'éprouvette, l'analyse d'une microgrille permettra d'avoir une information sur le schéma de localisation des déformations.

#### 4.2.5 Résultats d'essais - Echelle microscopique

Pour chaque éprouvette, la corrélation d'images sur les microgrilles a été réalisée sur des zones d'environ  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ . Le pas de la grille est identique dans chaque cas et égal à  $1 \mu\text{m}$ . Etant donné que les quatre microstructures possèdent des tailles de grains très différentes (cf. §2.2), le champ de déformation obtenu à cette échelle présente une hétérogénéité intragranulaire plus ou moins importante.

L'analyse des histogrammes de distribution des déformations permet de quantifier et comparer le degré d'hétérogénéité de ces déformations. Les figures 4.21, 4.22 et 4.23 présentent ces histogrammes pour les déformations équivalentes (au sens de von Mises), les déformations longitudinales (dans la direction de compression) et les déformations transverses respectivement. Etant donné que les essais n'ont pas été interrompus au même taux de déformation plastique, les histogrammes représentent les distributions des déformations normées par la moyenne des déformations locales sur l'ensemble du champ étudié de manière à pouvoir comparer les quatre essais. Un tableau récapitulatif des grandeurs caractéristiques (moyenne et écart type) est associé à chaque graphique. Cette comparaison nécessite l'hypothèse d'une hétérogénéité des champs homothétique suivant le taux moyen de déformation. Cette hypothèse pourrait simplement être vérifiée par la mesure des champs de déformation à plusieurs étapes de déformation lors d'un essai in-situ par exemple.



\* valeur de l'écart type pour les distributions des déformations normées par la déformation moyenne.

FIG. 4.21 – Distribution de la déformation équivalente mesurée à l'échelle de la microstructure .

L'écart type  $s$  d'une quantité  $x$  est calculé de la manière suivante :

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (4.21)$$

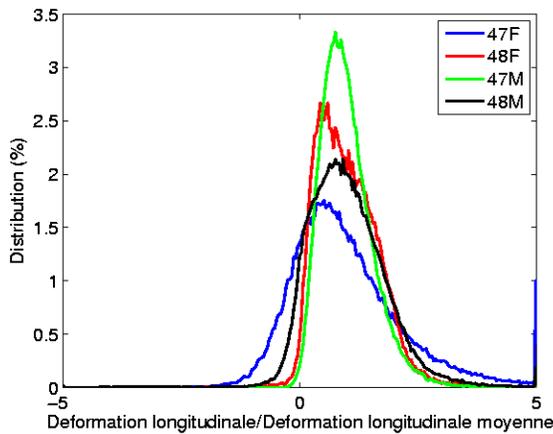
où  $n$  correspond au nombre de points de mesure et

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (4.22)$$

est la moyenne de la quantité  $x$ , ici des déformations.

Il est à noter que les zones étudiées ici ne sont pas toutes représentatives de l'ensemble de la structure, comme le montre la différence sur les déformations moyennes obtenues par corrélation sur le mouchetis avec celles obtenues par corrélation sur les images de microgrilles.

Ces histogrammes montrent que la répartition des déformations, calculées sur une même base de mesure ( $2 \mu\text{m}$  avec un schéma d'intégration de type 2), possède une forme équivalente pour chaque matériau. Cependant, le calcul des écarts-types nous informe sur le caractère plus ou moins hétérogène de cette distribution. Ainsi, on s'aperçoit que le matériau 47MdP est celui qui possède le plus faible coefficient de variation pour les déformations équivalentes et longitudinales notamment. Or celui-ci possède une microstructure à grains beaucoup plus fins que les autres microstructures et une texture isotrope. Les trois autres matériaux présentent des hétérogénéités beaucoup plus élevées avec un maximum obtenu pour le matériau 47F. Le degré d'hétérogénéité semble donc avoir un lien avec les hétérogénéités microstructurales. Cela s'explique par le fait que la base de mesure doit être choisie en fonction de la taille de grains si l'on veut comparer des mesures issues de deux microstructures à tailles de grains différentes. Il serait donc judicieux d'adapter les bases de mesure aux tailles de grains en présence.

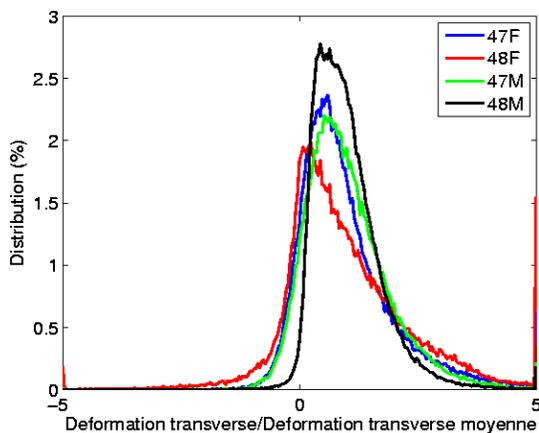


|      | Déformation moyenne                 | Ecart type                       |
|------|-------------------------------------|----------------------------------|
| 47 F | -1,15 %<br>(-2,67 %) <sup>(1)</sup> | 1,44 %<br>(125 %) <sup>(2)</sup> |
| 48 F | -4,66 %<br>(-4,60 %)                | 3,49 %<br>(74,9 %)               |
| 47 M | -4,19 %<br>(-4,45 %)                | 2,34 %<br>(55,8 %)               |
| 48 M | -3,46 %<br>(-4,75 %)                | 3,10 %<br>(89,7 %)               |

(1) valeur de la moyenne des déformations obtenues par corrélation sur la totalité du mouchetis.

(2) valeur de l'écart type pour les distributions des déformations normées par la déformation moyenne.

FIG. 4.22 – Distribution de la déformation longitudinale mesurée à l'échelle de la microstructure.



|      | Déformation moyenne               | Ecart type                         |
|------|-----------------------------------|------------------------------------|
| 47 F | 1,21 %<br>(1,81 %) <sup>(1)</sup> | 1,32 %<br>(108,8 %) <sup>(2)</sup> |
| 48 F | 2,41 %<br>(2,75 %)                | 3,55 %<br>(147,4 %)                |
| 47 M | 2,22 %<br>(2,48 %)                | 2,04 %<br>(91,9 %)                 |
| 48 M | 3,90 %<br>(2,81 %)                | 2,81 %<br>(72,1 %)                 |

(1) valeur de la moyenne des déformations obtenues par corrélation sur la totalité du mouchetis.

(2) valeur de l'écart type pour les distributions des déformations divisées par la déformation moyenne.

FIG. 4.23 – Distribution de la déformation transverse mesurée à l'échelle de la microstructure .

A titre indicatif, l'effet de la base de mesure est illustré par le graphique et le tableau associé de la figure 4.24, pour le cas du matériau entièrement lamellaire 47F. Ce résultat montre que plus la base de mesure est grande, plus l'écart type est faible. L'hétérogénéité est donc plus élevée avec une base de mesure petite. Ceci est également illustré par les champs de déformation obtenus sur l'alliage 47F de la figure 4.25.

Afin de connaître les sites préférentiels de la localisation des déformations les plus importantes, pour chaque microstructure les images des champs de déformation équivalente (au sens de von Mises) ainsi que les superpositions avec la microstructure sont présentées dans les paragraphes suivants.

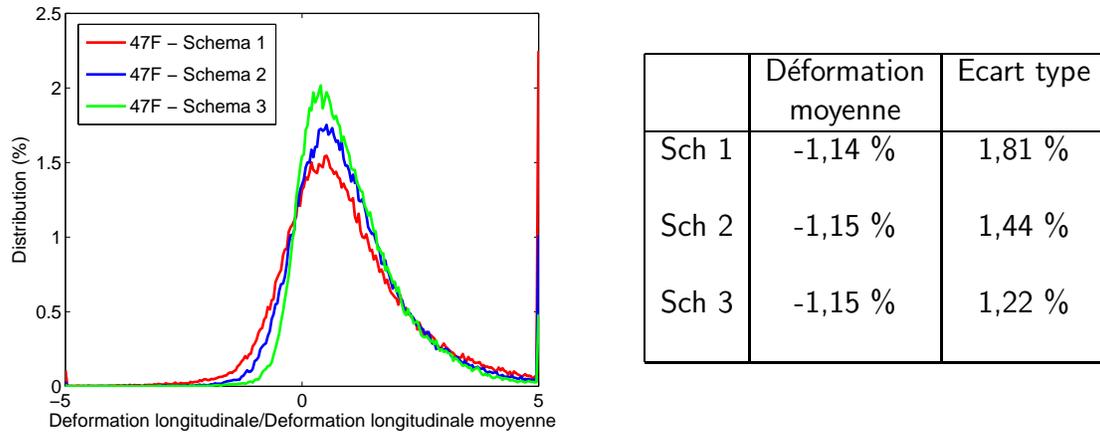


FIG. 4.24 – Distribution de la déformation longitudinale mesurée à l'échelle de la microstructure .

#### 47 Fonderie - Microstructure entièrement lamellaire

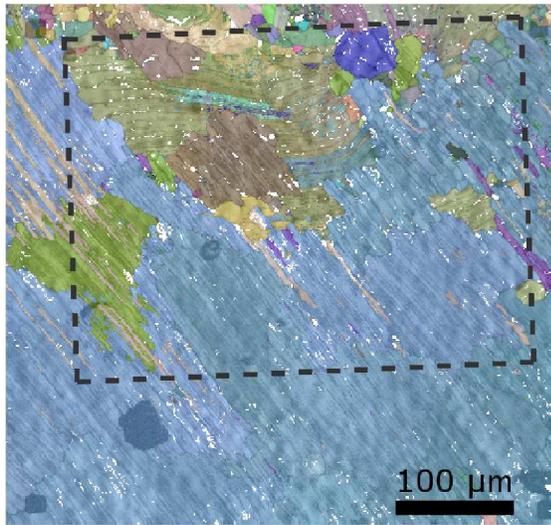
La figure 4.25 représente les déformations d'une zone de  $400 \mu\text{m} \times 400 \mu\text{m}$  de la microstructure lamellaire après une déformation macroscopique moyenne en compression de -1,5 %.

Deux schémas d'intégration ont été utilisés : les schémas 1 et 3 correspondant à des bases de mesures de 2 et 4  $\mu\text{m}$  respectivement. Ces bases de mesures, bien que nettement supérieures à l'épaisseur des lamelles<sup>2</sup>, qui est de l'ordre du micron, permettent de mettre en évidence une forte localisation des déformations dans la direction des lamelles. Dans ce cas-ci, nous sommes en présence de lamelles orientées à environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation, correspondant à une direction proche de la direction du cisaillement maximal comme le montre la figure 4.26.

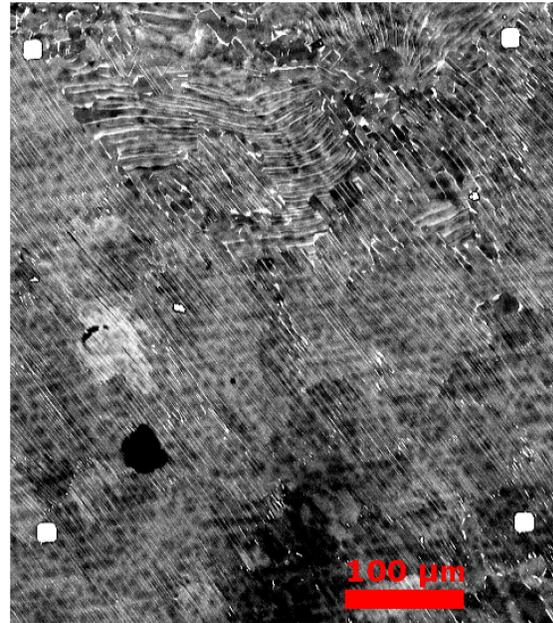
Une étude de la variation des déformations locales suivant une coupe perpendiculaire à la direction des lamelles a été réalisée et est représentée sur la figure 4.27.

Le profil présenté sur figure 4.27(b) montre que les bandes de localisation ne possèdent pas toutes la même intensité. Ainsi, quelques unes (espacées en moyenne de 30  $\mu\text{m}$ ) ont une intensité environ 5 fois plus importante que la déformation moyenne, alors que les autres bandes ont une intensité à peine plus élevée que le bruit de mesure (représenté par les deux traits pointillés rouges inférieurs et supérieurs). Ce bruit de mesure a été évalué en considérant  $\pm 0,1$  pixel d'incertitude standard sur les mesures de déplacements. Cette variation des intensités est difficile à interpréter mais pourrait être due à l'inhomogénéité de la distribution des variants de  $\gamma$  au sein des grains lamellaires ainsi qu'à la non homogénéité de l'espacement interlamellaire. Ainsi, les zones les plus déformées correspondent peut-être à des zones pour lesquelles l'espacement entre lamelles est plus élevé ou encore possédant le plus d'interfaces entre variants de  $\gamma$  pour lesquels la transmission des mécanismes de déformation est plus facile.

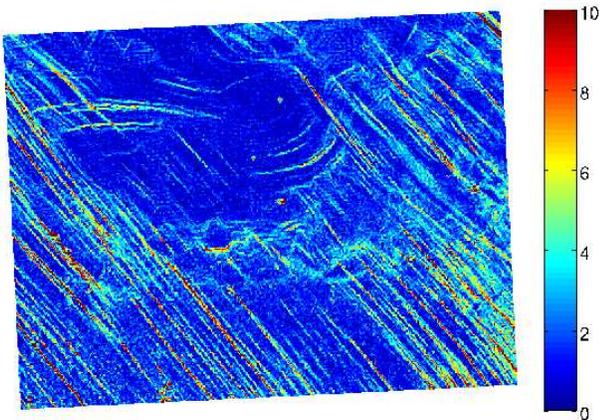
2. On appelle généralement épaisseur des lamelles la distance entre deux lamelles de phase  $\alpha_2$ . Cette distance peut donc être mesurée sur les images de microscopie en contraste de phases, obtenues par détection des électrons rétrodiffusés.



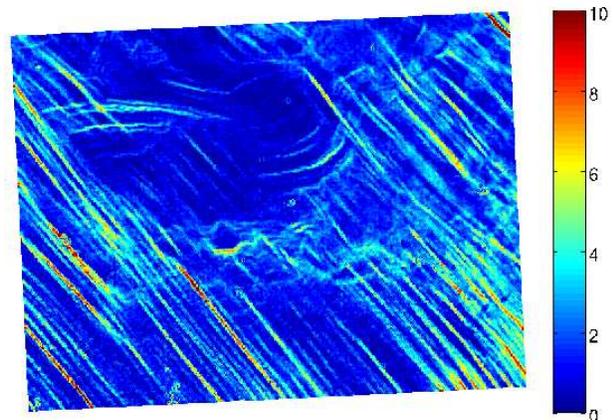
(a) Cartographie des résultats EBSD (orientation crist. + contraste de bandes)



(b) Image MEB (électrons rétrodiffusés)



(c) Déformations équivalentes de la zone en pointillés (schéma 1)



(d) Déformations équivalentes de la zone en pointillés (schéma 3)

FIG. 4.25 – Champs des déformations équivalentes (en %) à l'échelle microscopique pour l'alliage 47F après décharge obtenus avec les schémas d'intégration (c) 1 et (d) 3 pour la microstructure représentée par (a) EBSD et (b) micrographie prise en électrons rétrodiffusés.

#### 48 Fonderie - Microstructure Duplex

Les deux figures 4.28 et 4.29 résultent de l'analyse des champs de déformation pour deux microstructures provenant du lingot de fonderie 48F avec deux directions de prélèvement différentes. Ces directions de prélèvement sont désorientées, l'une par rapport à l'autre de  $90^\circ$ . Ainsi, on peut voir sur les cartographies provenant de l'EBS (fig. 4.28(b) et fig. 4.29(a)) que les lamelles des grains lamellaires en présence sont orientées à  $0^\circ$  et  $90^\circ$  respectivement par rapport à l'axe de compression (vertical sur les images). Ces deux cas représentent des situations extrêmes par rapport à l'orientation des lamelles (à  $45^\circ$  par

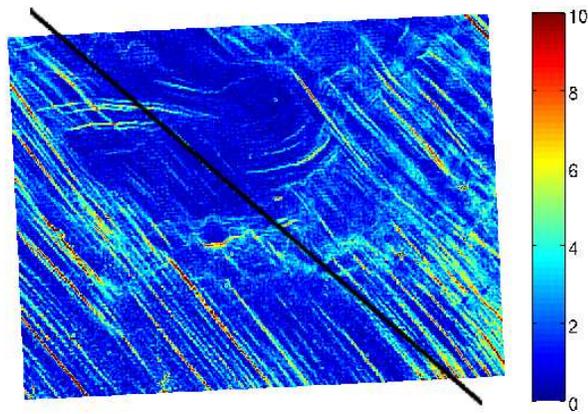


FIG. 4.26 – Champ des déformations équivalentes (en %) de l'alliage 47F (schéma d'intégration 2) et comparaison avec la direction de cisaillement maximal (trait noir).

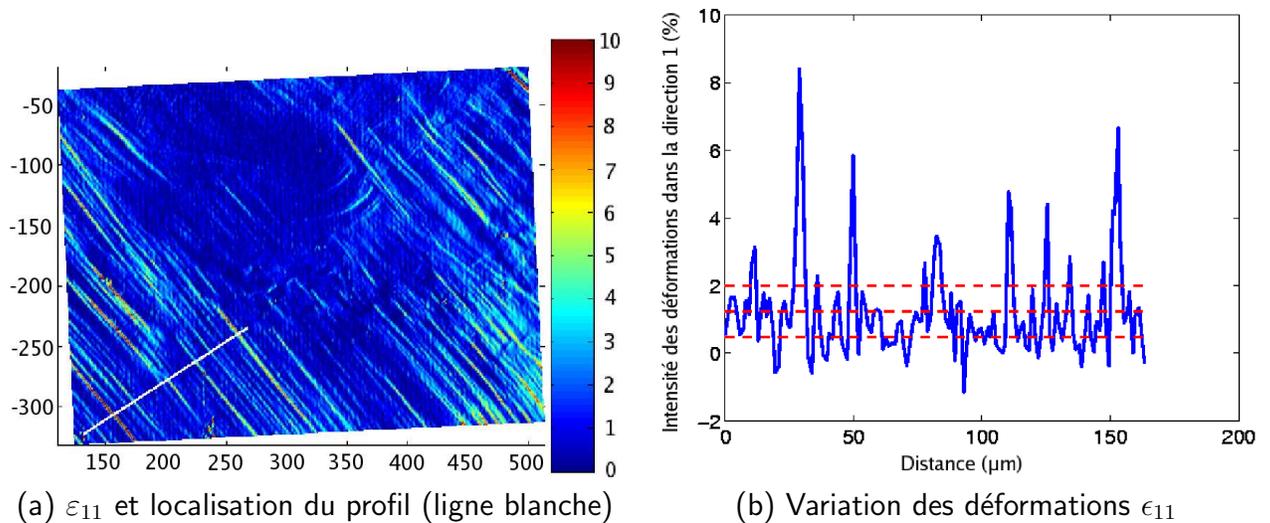


FIG. 4.27 – Variation des déformations transverses (en %) suivant une coupe perpendiculaire à la direction des lamelles

rapport à l'axe de compression) de la microstructure de 47F sollicitée précédemment.

Les courbes macroscopiques sont représentées sur la figure 4.30. Celles-ci montrent très peu de différence alors que les observations sur cristaux PST pour l'orientation à  $90^\circ$  montrent une limite élastique environ 200 MPa supérieure à celle de l'orientation de  $0^\circ$  par rapport à l'axe de compression [33]. Le taux de phase lamellaire dans ces matériaux (de l'ordre de 25 %, cf. §2.2.4) semble donc être trop faible pour influencer leur comportement macroscopique.

Les cartographies de champs de déformation, obtenues avec un schéma d'intégration de type 2 (base de mesure:  $2 \mu\text{m}$ ), présentent une localisation des déformations sous forme de bandes de largeur assez fine par rapport à la taille de grains et de longueur de l'ordre de grandeur de la taille de grains. La superposition avec la microstructure met en évidence une déformation plus faible dans les grains lamellaires, qu'ils soient orientés à  $0^\circ$  ou à  $90^\circ$  de l'axe de sollicitation. Ainsi la déformation se localise préférentiellement dans les grains monophasés  $\gamma$ , pour les deux configurations étudiées. A l'intérieur des grains monophasés  $\gamma$ ,

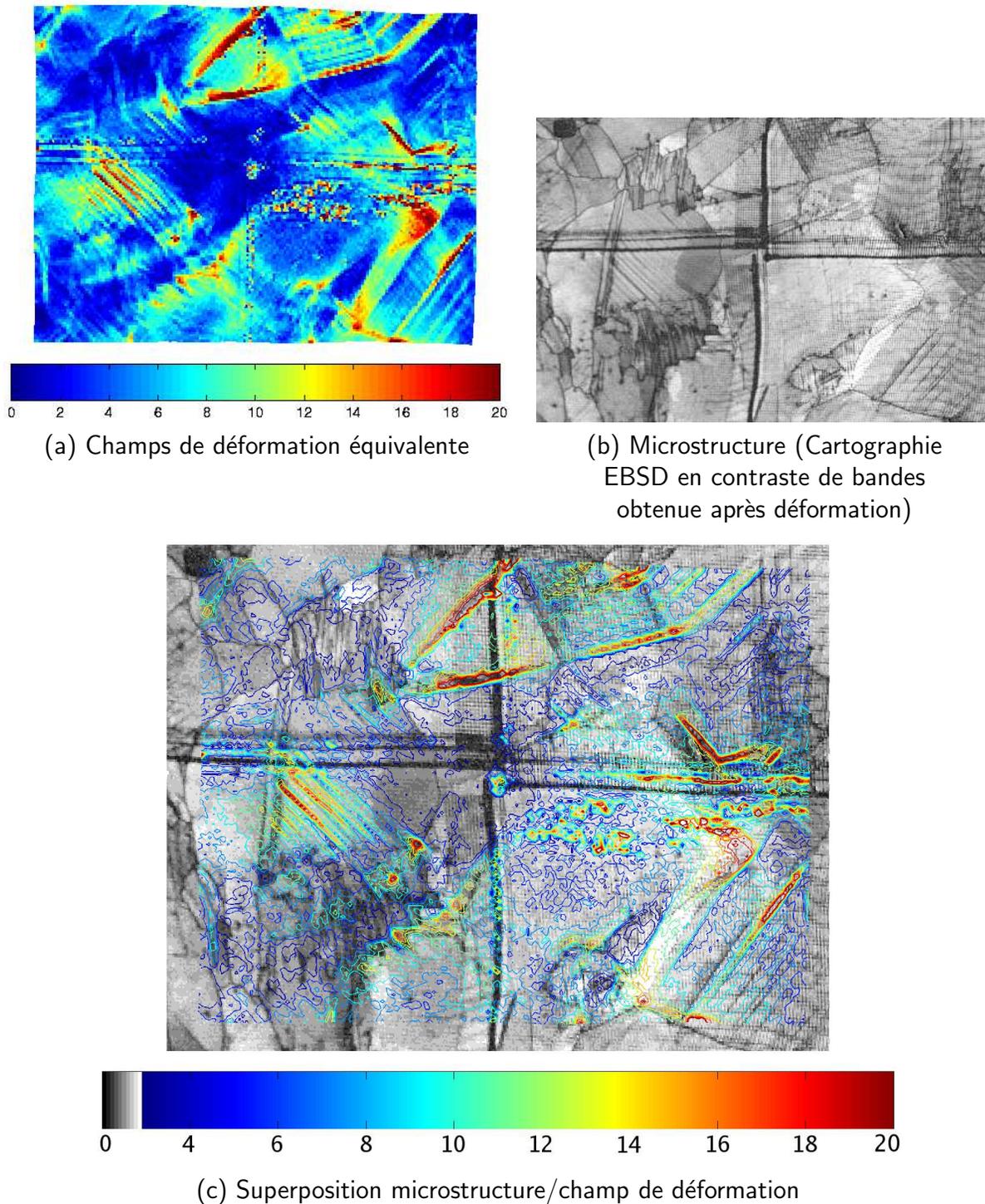
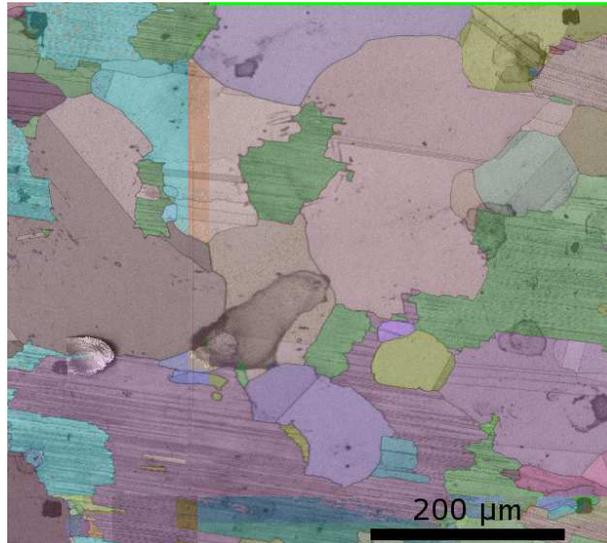
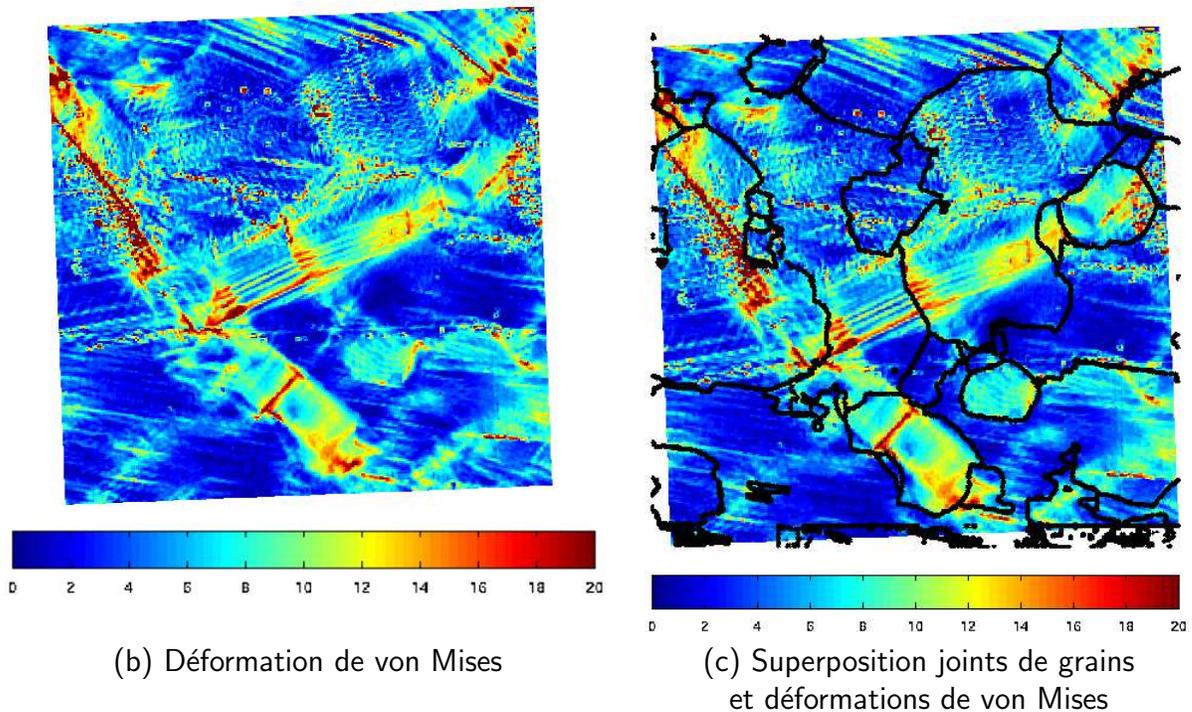


FIG. 4.28 – Champs des déformations équivalentes (en %) à l'échelle microscopique pour l'alliage 48F et superposition avec la microstructure.

une deuxième échelle d'hétérogénéité est présente avec de fines bandes de déformation plus importante traversant les grains de part en part. Les déformations de plus forte intensité se localisent aux interfaces des *macles de recuit* (correspondant à des variants d'anciens grains lamellaires [30]) alors que les joints de grains semblent moins agir en tant que barrière aux



(a) Microstructure (cartographie EBSD + contraste de bandes)



(b) Déformation de von Mises

(c) Superposition joints de grains et déformations de von Mises

FIG. 4.29 – Champ de déformations équivalentes (en %) microscopiques obtenu pour l'alliage 48F et superposition avec la microstructure.

mécanismes de déformation.

#### 47 MdP - Microstructure monphasée $\gamma$ à grains fins

La figure 4.31 représente les champs de déformation microscopiques associés à la microstructure du matériau à 47 % at. d'aluminium élaboré par métallurgie des poudres. Cette microstructure très fine comme le montre la cartographie EBSD (fig. 4.31(a)), présente un schéma de localisation de la déformation beaucoup plus régulier que ceux obtenus pour les microstructures précédentes provenant de la voie fonderie. Cependant, la taille de grains

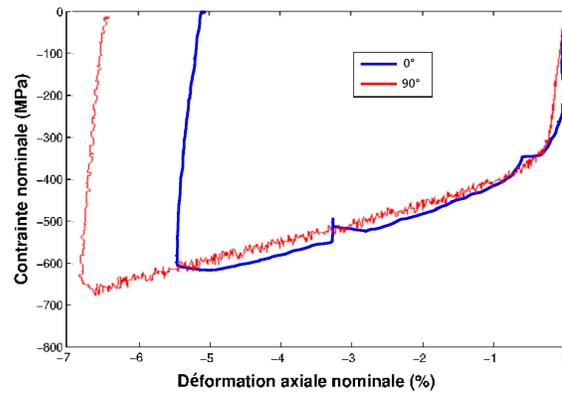


FIG. 4.30 – Courbes macroscopiques obtenues pour deux éprouvettes de 48F avec deux directions de prélèvement différentes donnant une orientation des lamelles de 0 ° et 90 ° par rapport à l'axe de compression.

étant plus petite (environ  $10 \mu\text{m}$ ) et la base de mesure identique aux mesures précédentes (c'est-à-dire  $2 \mu\text{m}$ ), la mesure donnée possède moins de points de mesure à l'intérieur de chaque grain. Toutefois, la zone étudiée possède beaucoup plus de grains et est donc plus représentative de la structure.

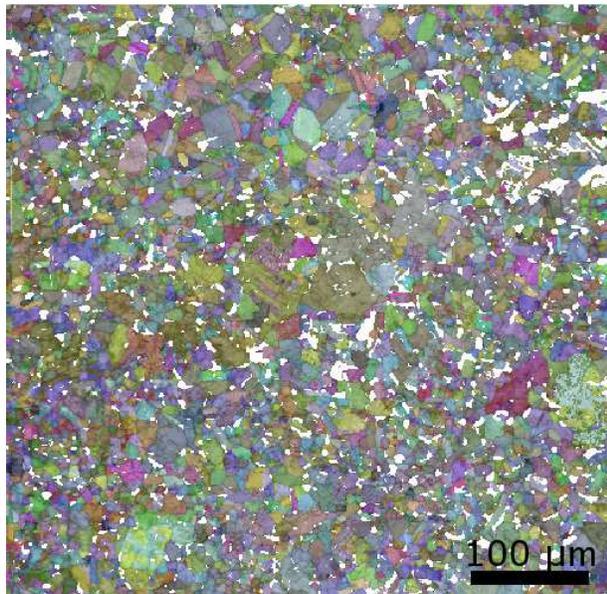
Il est difficile de superposer les joints de grains avec les mesures de champs de déformation dans ce cas, car la carte devient illisible. Ainsi il a été choisi de superposer les grains monophasés  $\alpha_2$ , situés en général aux points triples de la microstructure, à la carte de déformation. D'autre part, cette phase, plus dure, est susceptible de jouer un rôle dans la localisation des déformations.

La superposition entre les joints de la phase  $\alpha_2$  et les champs de déformation ne semble pas faire apparaître de lien évident entre les bandes de localisation et l'emplacement de cette phase.

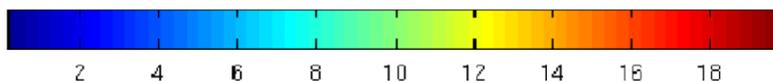
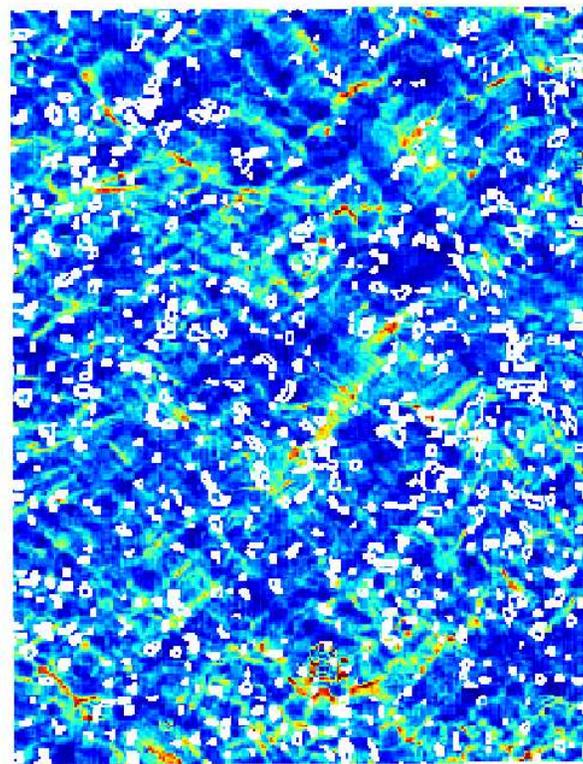
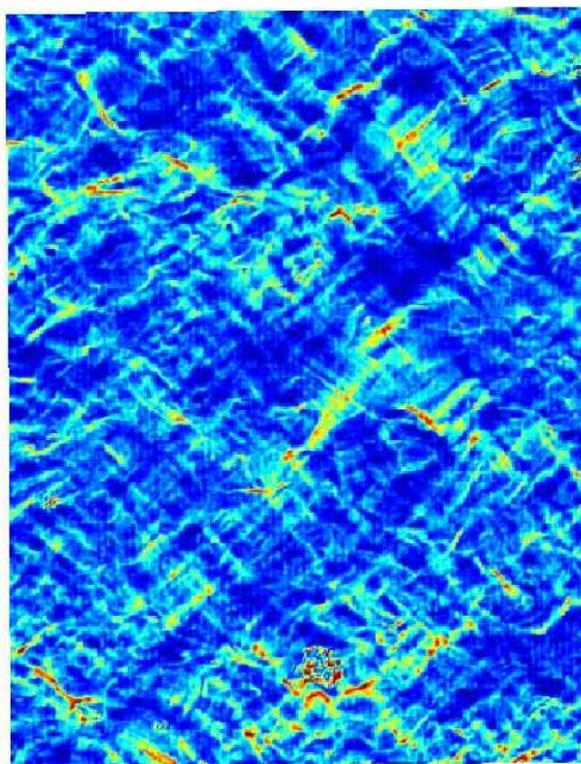
#### 48 MdP - Microstructure monophasée $\gamma$ à taille de grains hétérogène

La figure 4.32(b) représente les champs de déformation équivalente de la microstructure 48M (fig. 4.32(a)).

Cette cartographie montre deux zones sujettes à des schémas de localisation des déformations de nature différente. Ainsi, la zone haut-droite de la figure 4.32(b) présente une localisation très similaire à celle de la microstructure à grain fin 47MdP alors que la zone bas-gauche présente une localisation s'apparentant à celle obtenue pour le matériau 48F. La superposition avec les joints de grains (fig. 4.32(c)) permet de comprendre cette hétérogénéité, étant donné la présence de grain de taille plus faible s'apparentant à ceux de la microstructure 47MdP dans la zone haut droite. La zone bas gauche présente des grains de taille beaucoup plus élevée s'apparentant à ceux de la microstructure 48F. Cet exemple montre encore une fois l'importance de comparer les déformations avec une même base de mesure vis-à-vis de la taille de grain (par exemple, la base de mesure doit correspondre à  $1/10^e$  de la taille de grains). Ces mesures montrent également la localisation des déformations le long des joints de macles de recuit (ou ex-variant de la phase lamellaire) comme observé pour la microstructure 48F, ainsi qu'une localisation à la frontière entre la zone à gros grains et celle à petits grains.



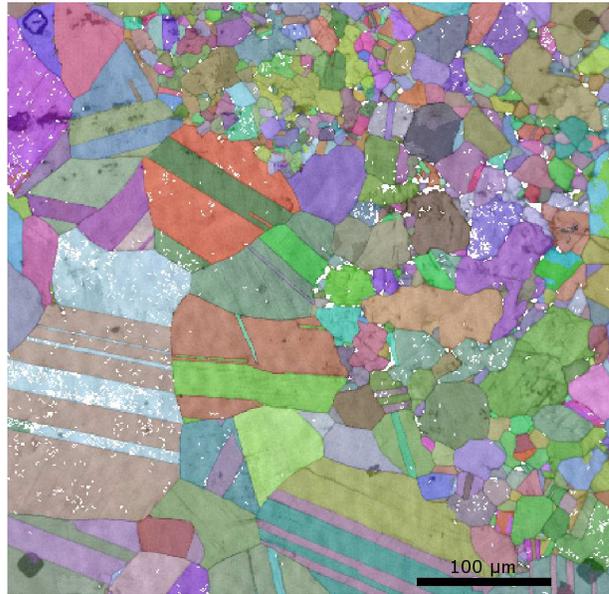
(a) Microstructure (EBSD et contraste de bandes)



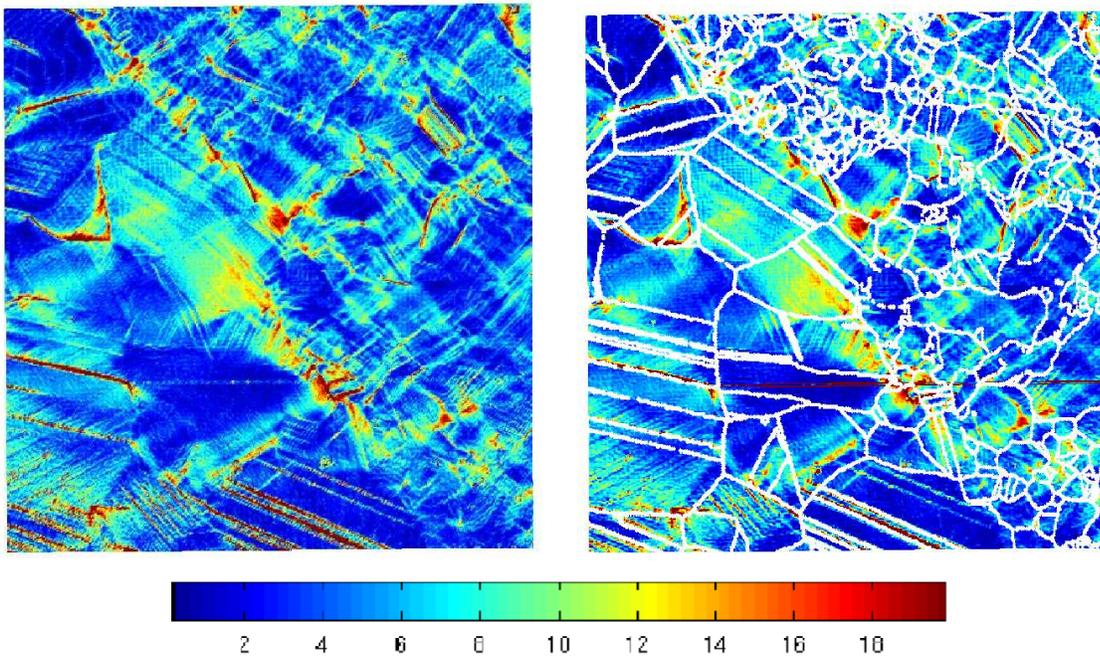
(b) Champs de déformation équivalente

(c) Superposition de la phase  $\alpha_2$ 

FIG. 4.31 – Champs de déformation (en %) associés à la microstructure 47MnP et superposition avec la carte de localisation de la phase  $\alpha_2$ .



(a) Microstructure (EBSD et contraste de bandes)



(b) Champs de déformation équivalente (c) Superposition déf. / joints de grains

FIG. 4.32 – Champs de déformation de la microstructure 48M et superposition avec la microstructure.

En prenant une base de mesure plus grande, par exemple  $50 \mu\text{m}$  comme c'est le cas des mesures présentées sur la figure 4.33, il est possible d'apprécier l'hétérogénéité à une autre échelle. Cette figure indique ainsi que les déformations sont plus importantes dans la zone de transition entre les gros grains et les petits grains. D'autre part, la zone à gros grains semble être plus déformée que la zone à grains fins. Les déformations moyennes de chacune des zones (gros grains et petits grains) ont été évaluées en découpant le domaine en 3 parties de dimensions égales à  $3/8$ ,  $3/8$  et  $1/4$  (pour la zone centrale non considérée)

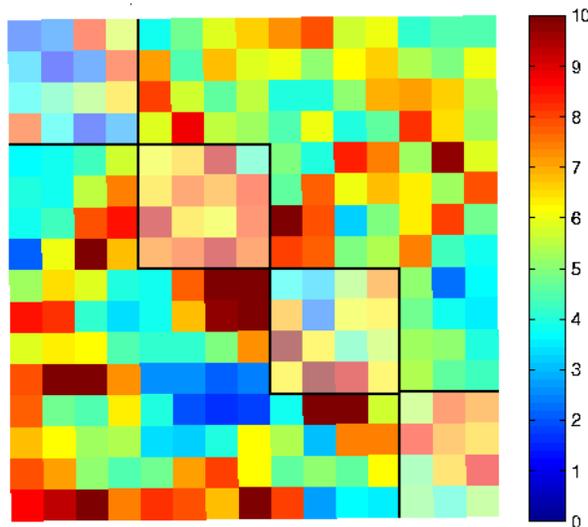


FIG. 4.33 – Champs de déformation équivalente (%) sur le matériau 48M - Base de mesure :  $50 \mu\text{m}$ .

respectivement. Les résultats indiquent une déformation moyenne de 5,96 % pour la zone à gros grains, 5,74 % pour la zone à petits grains. Les déformations moyennes sont donc très proches mais l'hétérogénéité est plus importante dans la zone à gros grains que dans la zone à petit grains pour une même base de mesure.

#### 4.2.6 Analyse des résultats

L'ensemble des résultats obtenus aux différentes échelles allant de la courbe macroscopique aux champs de déformation à l'échelle de la microstructure permet de mettre en avant plusieurs observations. Les résultats à l'échelle macroscopique indiquent que la composition chimique semble avoir un effet plus important que le mode d'élaboration. Les résultats d'émission acoustique montrent également une similitude dans les mécanismes activés à l'entrée en plasticité par des signaux possédant des signatures de caractéristiques similaires. Cependant, ces informations ont été obtenues pour un nombre limité d'essais mécaniques. Ainsi, il pourrait s'avérer judicieux de réaliser des essais avec différentes orientations de prélèvement, notamment dans le cas des microstructures de fonderie, pour lesquelles l'orientation des lamelles joue un rôle important dans la limite d'élasticité comme l'ont montré les travaux de Thomas et al. [29]. Ainsi, la limite élastique obtenue pour le matériau 47F est une limite inférieure (lamelles orientées à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation) alors que la contrainte d'écoulement du matériau 48F est une limite supérieure (lamelles orientées à  $90^\circ$  par rapport à l'axe de compression). La superposition des courbes de même composition chimique pourrait donc n'être qu'une coïncidence. Nous pouvons tout de même conclure que les deux microstructures à 48 % at. d'aluminium possèdent une limite élastique inférieure (en valeur absolue) à celles des matériaux à 47 % at. d'aluminium.

Le mode d'élaboration en revanche, montre un effet plus important sur les résultats des déformations à l'échelle mésoscopique. En effet, par son effet sur les textures cristallographique et morphologique (lamelles orientées dans la direction perpendiculaire à la direction

de solidification), l'élaboration par la voie fonderie fait apparaître une hétérogénéité dans les champs de déformation se manifestant par des écarts-types plus importants, ainsi que par des bandes de localisation à  $45^\circ$  visibles pour la microstructure entièrement lamellaire. Là encore, d'autres essais mécaniques s'avèrent nécessaires pour vérifier la présence de ces bandes lors de configurations différentes dans l'orientation des lamelles.

L'étude des champs de déformation à l'échelle microscopique permet de connaître les lieux privilégiés de la localisation des déformations au sein de la microstructure. Les résultats obtenus pour les quatre microstructures montrent des similitudes. Ainsi, dans les grains lamellaires, la déformation se localise principalement dans la direction des lamelles et très peu, voire pas, dans d'autres directions. L'orientation des lamelles joue un rôle non négligeable sur l'intensité de ces déformations car au sein des microstructures 48F, les grains lamellaires, orientés dans des directions "dures", ne se déforment que très peu, privilégiant ainsi la déformation des grains monophasés  $\gamma$ . En ce qui concerne ces derniers, la déformation, liée à l'orientation cristallographique de chacun d'entre eux, se localise sous forme de fines bandes dans chaque grain. Avec une base de mesure plus grande relativement à la taille de grain, une deuxième échelle d'hétérogénéité, se manifestant également par des bandes de localisation, apparaît. Cette dernière est supérieure à la taille de grain. Les joints de macles de recuit (ou ancien variant de  $\gamma$ ) semblent être les endroits pour lesquels les déformations locales sont les plus importantes. Cette information nous incite à penser que les macles apparaissant au cours de la déformation pourraient être le mécanisme engendrant le plus d'hétérogénéité dans les déformations locales et pourraient être à l'origine de ces bandes (fines) observées dans les grains.

Ces résultats permettent d'apporter un grand nombre d'informations nécessaires pour la modélisation numérique par éléments finis et l'identification des coefficients de la loi de comportement cristalline. Les cartographies des microstructures permettent de définir des maillages et l'orientation cristallographique de chaque grain est utilisée pour alimenter la loi de comportement. Pour la modélisation des grains lamellaires, une loi de comportement homogénéisée est utilisée, comme nous le verrons dans le chapitre suivant. Les déformations microscopiques observées dans les grains lamellaires et les localisations dans la direction des lamelles ne pourront pas être représentées par le modèle utilisé. De la même manière, les fines bandes de localisation dans les grains monophasés  $\gamma$  obtenues pour les microstructures possédant les plus gros grains, ne pourront pas être représentées par la loi de comportement cristallographique. Ceci montre encore une fois l'importance d'adapter la taille de la base de mesure en fonction de la taille de grains car plus cette base de mesure sera grande, moins cette localisation sera visible.

Dans la partie suivante on s'attachera à décrire les lois de comportement utilisées pour la modélisation des polycristaux des aluminures de titane. Puis, une analyse détaillée du choix du maillage ainsi que de la procédure d'identification sera réalisée sur un agrégat simple, monophasé.



# Bibliographie

- [1] F. Appel and R. Wagner. Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides. Mat. Sc. Eng., R22: 187–268, 1998.
- [2] O. Berteaux. Etude des mécanismes d'érouissage et d'endommagement cycliques des alliages TiAl élaborés par métallurgie des poudres. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, France, 2005.
- [3] N.E. Biery, M. de Graef, and T.M. Pollock. Influence of microstructure and strain distribution on failure properties in intermetallic TiAl-based alloys. Mater. Sc. and Eng., A319-321: 613–617, 2001.
- [4] R. Botten, X. Wu, D. Hu, and M.H. Loretto. The significance of acoustic emission during stressing of TiAl-based alloys. Part I: Detection of cracking during loading up in tension. Acta. Mater., 49: 1687–1691, 2001.
- [5] R.A. Brockman. Analysis of elastic-plastic deformation in TiAl polycrystals. Int. J. Plast., 19: 1749–1772, 2003.
- [6] G. Cailletaud. Une approche micromécanique du comportement des polycristaux. Rev. Phys. App., 23: 353–363, 1988.
- [7] G. Cailletaud, S. Forest, D. Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury, and S. Quilici. Some elements of microstructural mechanics. Comp. Mat. Sc., 27: 351–374, 2003.
- [8] A. Cornec, M. Werwer, and V. Heitmann. Micromechanical modeling of deformation and fracture in lamellar gamma-TiAl alloys. Gamma Titanium Aluminides 2003, TMS, 2003.
- [9] M. Dao, Kad B.K., and R.J. Asaro. Deformation and fracture under compressive loading in lamellar TiAl microstructures. Phil. Mag. A, 74: 569–591, 1996.
- [10] B. Devincere, L. Kubin, and T. Hoc. Physical analyses of crystal plasticity by DD simulations. Scr. Mat., 54: 741–746, 2006.
- [11] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret. An *in situ* study of twin propagation in TiAl. Phil. Mag. A, 67 (1): 127–142, 1993.
- [12] M. Fivel and S. Forest. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du monocristal. Techn. Ing., M4016: 1–20, 2004.
- [13] T. Fujiwara, A. Nakamura, M. Hosomi, S.R. Nishitani, Y. Shirai, and M. Yamaguchi. Deformation of polysynthetically twinned crystals of TiAl with a nearly stoichiometric composition. Phil. Mag. A, 61 (4): 591–606, 1990.
- [14] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l'alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [15] S. Héraud. Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 1998.

- [16] M. Huang, L. Jiang, P.K. Liaw, C.R. Brooks, R. Seeley, and D.L. Klarstrom. Using acoustic emission in fatigue and fracture materials research. J.O.M., 50 (11), 1998.
- [17] S. Huguet. Application de classificateurs aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, France, 2002.
- [18] J.W. Hutchinson. Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials. Proc. R. Soc. Lond. A, 348 : 101–127, 1976.
- [19] H. Inui, Y. Toda, and M. Yamagushi. Plastic deformation of single crystal of a DO<sub>19</sub> compound with an off-stoichiometric composition (Ti-36.5 at.% Al) at room temperature. Phil. Mag. A, 67 : 1315–1332, 1993.
- [20] F. Kauffman, T. Bidlingmaier, G. Dehm, A. Wanner, and H. Clemens. On the origin of acoustic emission during room temperature compressive deformation of a  $\gamma$ -TiAl based alloy. 8 : 823–830, 2000.
- [21] R. Lebensohn, H. Uhlenhut, C. Hartig, and H. Mecking. Plastic flow of  $\gamma$ -TiAl-based polysynthetically twinned crystals: micromechanical modeling and experimental validation. Acta Mater., 46 (13): 4701–4709, 1998.
- [22] W.T. Marketz, F.D. Fischer, and H. Clemens. Deformation mechanisms in TiAl intermetallics – experiments and modeling. Int. J. Plast., 19 : 281–321, 2003.
- [23] S. Naka and M. Thomas. Matériaux intermétalliques. Les référentiels Dunod, 1999.
- [24] E. Parteder, T. Siegmund, F.D. Fischer, and S. Schlägl. Numerical simulation of the plastic behavior of polysynthetically twinned Ti-Al crystals. Mat. Sc. Eng. A, 192-193 : 149–154, 1995.
- [25] D. Peirce, R.J. Asaro, and A. Needleman. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. Acta Met., 31 : 1951–1976, 1983.
- [26] J. Roget. Essais non destructifs. L'émission acoustique. 1988.
- [27] A. Roos, J.-L. Chaboche, L. Gélébart, and J. Crépin. Multiscale modelling of titanium aluminides. Int. J. Plast., 20 : 811–830, 2004.
- [28] G.I. Taylor. Plastic strain in metals. J. Instr. Metals, 62 : 307–324, 1938.
- [29] M. Thomas and S. Naka. Research and development activities on gamma titanium aluminides at ONERA. Mat. Techn., 1-2 : 13–24, 2004.
- [30] M. Thomas and J.L. Raviart. Discussion privée. 2006.
- [31] M. Thomas, J.L. Raviart, and F. Popoff. Cast and PM processing development in gamma aluminides. Intermetallics, 13 : 944–951, 2005.
- [32] H. Umeda, K. Kishida, H. Inui, and M. Yamaguchi. Effects of Al-concentration and lamellar spacing on the room-temperature strength and ductility of PST crystals of TiAl. Mat. Sc. Eng. A, A239-240 : 336–343, 1997.
- [33] M. Werwer and A. Cornec. Numerical simulation of plastic deformation and fracture in polysynthetically twinned (PST) crystals of TiAl. Comput. Mater. Sc., 19 : 97–107, 2000.
- [34] M. Werwer and A. Cornec. The role of superdislocations for modeling plastic deformation of lamellar TiAl. Int. J. Plast., 22 : 1683–1698, 2006.
- [35] X. Wu, H. Jiang, A. Huang, D. Hu, N. Mota-Solis, and M.H. Loretto. Microstructural study of pre-yielding and pre-yield cracking in TiAl-based alloys. Intermetallics, 14 : 91–101, 2006.

- [36] M. Yamaguchi and H. Inui. TiAl compounds for structural applications. Proc. First Int. Symp. Struct. Intermet., TMS, USA, 1993.
- [37] M. Yamaguchi, H. Inui, S. Yokoshima, K. Kishida, and D.R. Johnson. Recent progress in our understanding of deformation and fracture of two-phase and single-phase TiAl alloys. Mater. Sc. and Eng., A213: 25–31, 1996.



# Chapitre 5

## Etude de la plasticité - Etude numérique

---

Suite à la présentation des résultats expérimentaux, ce chapitre consiste en la modélisation par éléments finis du comportement élasto-plastique de la microstructure. Pour cela, une partie de la microstructure réelle doit être maillée et le comportement issu de la simulation est ensuite comparé aux résultats expérimentaux de manière à identifier les coefficients de la loi de comportement par minimisation de la différence *calcul / expérience*. Afin de pouvoir réaliser cette comparaison, il est nécessaire de représenter la microstructure réelle au mieux et d'appliquer le chargement le plus représentatif possible de ce que *voit* la microstructure réelle. Ainsi, avant toute application du couplage présenté lors du chapitre 2, différentes vérifications de la robustesse de la méthodologie ont été réalisées.

La microstructure sous la surface étudiée n'étant pas connue expérimentalement, les outils de simulation de microstructures présentés lors du chapitre 1 ont été utilisés afin d'évaluer l'influence de cette microstructure *cachée* sur les champs de déformation en surface. Une étude de l'importance de l'utilisation d'une évolution des conditions aux limites réaliste sera également présentée au cours de ce chapitre. Toute cette étude préalable, réalisée sur des microstructures fictives, permet de mettre en place une méthodologie robuste et de valider cette dernière par une optimisation des paramètres par comparaison du résultat d'un calcul sur microstructure extrudée avec le résultat d'un calcul sur une microstructure 3D fictive possédant la même microstructure de surface.

---

### 5.1 Modélisation par éléments finis

#### 5.1.1 Maillage

Le maillage est réalisé à partir de cartographies EBSD comme cela a été décrit dans le chapitre 3.3.1. Il peut être soit constitué d'éléments cubiques, soit d'éléments prismatiques à base triangle de manière à décrire au mieux les joints de grains.

### 5.1.2 Loi de comportement

#### Loi de comportement pour les alliages monophasés gamma.

La loi de comportement utilisée pour la description du comportement des grains  $\gamma$  est une loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline avec écrouissage linéaire [3, 4] (cf. §4.1.2). Le taux de contrainte  $\underline{\dot{\sigma}}$  est relié au taux de déformation totale  $\underline{\dot{\epsilon}}$  par la loi de Hooke :

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : (\underline{\dot{\epsilon}} - \underline{\dot{\epsilon}}^v) \quad (5.1)$$

où  $\underline{\underline{C}}$  est le tenseur d'élasticité et  $\underline{\dot{\epsilon}}^v$  est le taux de déformation viscoplastique.

L'activation du système de glissement  $s$  défini par la normale au plan de glissement  $\underline{n}_s$  et la direction de glissement  $\underline{m}_s$  est définie par la loi de Schmid, selon laquelle un système est dit activable lorsque :

$$|\tau_s| - \tau_{0s} = 0 \quad (5.2)$$

où  $\tau_{0s}$  est la cission résolue critique et  $\tau_s = \underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{\underline{R}}_s$  est la cission résolue sur le système de glissement  $s$  avec  $\underline{\underline{R}}_s = \frac{1}{2}(\underline{n}_s \otimes \underline{m}_s + \underline{m}_s \otimes \underline{n}_s)$ , le tenseur d'orientation du système  $s$ .

Il devient actif si :

$$|\tau_s| > \tau_{0s} \quad (5.3)$$

où plus généralement si :  $|\tau_s| > r_s$  où  $r_s$  représente la cission critique courante sur le plan  $s$ . La déformation plastique engendrée par l'activation de tous les systèmes de glissement  $s$  est donnée par :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^v = \sum_s \dot{\gamma}_s \underline{\underline{R}}_s \quad (5.4)$$

où  $\dot{\gamma}_s$  est la vitesse de glissement plastique sur le système  $s$  tel que :

$$\dot{\gamma}_s = \text{signe}(\tau_s) \dot{v}_s \quad (5.5)$$

L'évolution de la vitesse de cisaillement suit une loi de Norton à seuil de paramètres  $K$  et  $n$  :

$$\dot{v}_s = \left\langle \frac{|\tau_s| - r_s}{K} \right\rangle^n \quad (5.6)$$

avec les crochets de Macauley définis par :

$$\langle a \rangle = \begin{cases} a & \text{si } a > 0 \\ 0 & \text{si } a \leq 0 \end{cases} \quad (5.7)$$

Pour tout système  $s$ , l'évolution de  $r_s$  est reliée à l'évolution du cisaillement de la manière suivante :

$$r_s = \tau_{0s} + h_0 \sum_k h_{sk} v_k \quad (5.8)$$

où  $\underline{h}$  est la matrice d'interaction (ou matrice d'écrouissage), supposée inversible et  $h_0$  le paramètre d'écrouissage.

Pour des raisons de simplification (la loi exacte n'étant pas connue), la représentation du comportement local est considérée, dans un premier temps, comme élasto-plastique cristalline. On choisit donc des paramètres de la loi de Norton de manière à se rapprocher d'une loi elasto-plastique i.e.  $n$  grand ( $= 20$ ) et  $K$  petit ( $= 1$  MPa). La matrice d'écrouissage

$\underline{h}$  est supposée diagonale (avec  $h_0=1230$  MPa pour tous les systèmes de glissement, identifié par Gélébart [8]), ce qui signifie qu'on néglige les interactions entre les différents systèmes de glissement, car celles-ci n'ont pas été identifiées pour notre alliage. D'autres auteurs prennent en compte cet écrouissage latent [2, 15] (cf. §4.1.3) mais aucune étude ne justifie un choix plutôt que l'autre.

Les cissions critiques utilisées pour les premiers calculs proviennent de l'identification réalisée à partir des résultats de mesures de champs de déformation de Gélébart [8] et sont les suivantes :

- $\tau_{0_{ordinaire}} = \tau_{0_{maclage}} = 250$  MPa
- $\tau_{0_{super}} = 333$  MPa

Les macles sont traitées comme du glissement unidirectionnel. Le tenseur d'élasticité est pris égal au tenseur quadratique mesuré expérimentalement sur monocristal [19] (notation de Voigt) :

$$\underline{\underline{C}} = \begin{pmatrix} 183 & 74,1 & 74,4 & 0 & 0 & 0 \\ 74,1 & 183 & 74,4 & 0 & 0 & 0 \\ 74,4 & 74,4 & 178 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 105 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 105 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 78,4 \end{pmatrix} \text{ GPa}$$

### Loi de comportement pour les grains lamellaires.

Pour la loi de comportement des grains lamellaires, étant donné que les lamelles sont beaucoup trop fines pour être détectées par l'analyse EBSD, une loi de comportement "homogénéisée" semblait être le meilleur choix. Celle-ci modélise donc le comportement global du matériau du grain sans en déterminer les fluctuations des déformations et contraintes intragranulaires dues aux différentes orientations cristallographiques des lamelles. Ces dernières sont supposées homogènes au sein des différentes lamelles de mêmes orientations.

La loi de comportement, proposée par Gélébart [8], a été mise en application dans le code de calculs par éléments finis ZéBuLoN par Roos et al. [16]. Ici ne sera décrit que le passage entre l'échelle des grains et l'échelle des lamelles qualifié de passage méso-micro. Le passage macro-méso (échelle macroscopique et échelle du grain) n'est pas utilisé étant donné que les grains de la microstructure sont maillés par éléments finis et les conditions aux limites appliquées aux contours proviennent de l'expérience.

La loi de comportement à l'échelle du grain lamellaire est donc obtenue par une série de quatre étapes (fig. 5.1) : la localisation (permettant de relier les contraintes mésoscopiques aux contraintes microscopiques), l'évolution (loi de comportement à l'échelle des lamelles) puis l'homogénéisation (permettant de relier les déformations de l'échelle microscopique à celles de l'échelle mésoscopique) et enfin la loi élastique de Hooke est utilisée pour relier contraintes et déformations à l'échelle du grain.

#### 1. Localisation - Passage méso $\rightarrow$ micro

La contrainte moyenne de chacune des lamelles peut être reliée à la contrainte moyenne du grain lamellaire par la relation provenant de l'analyse multi-couche réécrite dans la

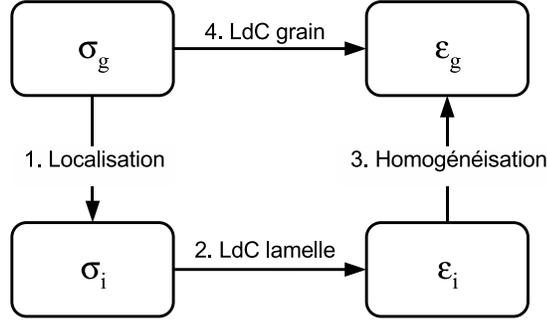


FIG. 5.1 – Schématisation de la méthode d’homogénéisation pour le calcul du comportement moyen des grains lamellaires.

forme générale en champs de transformation (TFA - Transformation Field Analysis) :

$$\underline{\underline{\sigma}}_i = \underline{\underline{B}}_i : \underline{\underline{\sigma}}_g - \sum_{j=1}^N \underline{\underline{F}}_{ij} : \underline{\underline{C}}_j : \underline{\underline{\varepsilon}}_j^v \quad (5.9)$$

où

- $N$  est le nombre de sous-volumes, soit le nombre de lamelles (n.b. ici  $N = 7$  pour les six variants de la phase  $\gamma$  et une lamelle de phase  $\alpha_2$ )
- $\underline{\underline{B}}_i$  est le tenseur de localisation des contraintes,
- $\underline{\underline{\lambda}}_j = \underline{\underline{C}}_j : \underline{\underline{\varepsilon}}_j^v$  est le tenseur des contraintes propres où
- $\underline{\underline{C}}_j$  représente le tenseur d’élasticité du sous-volume (ou lamelle)  $j$ , et enfin
- $\underline{\underline{F}}_{ij}$  est le tenseur d’influence des contraintes propres.

## 2. Loi de comportement à l’échelle des lamelles

La loi de comportement à l’échelle des lamelles est élasto-visco-plastique cristalline telle que celle utilisée pour la modélisation du comportement des grains monophasés  $\gamma$ . Ainsi, l’évolution du cisaillement sur chaque système de glissement  $s$  dans une lamelle  $i$  est défini par :

$$\dot{\gamma}_i^s = \text{signe} \left( \underline{\underline{\sigma}}_i : \underline{\underline{R}}_i^s \right) \left\langle \frac{|\underline{\underline{\sigma}}_i : \underline{\underline{R}}_i^s| - r_i^s}{K_i} \right\rangle^{n_i} \quad (5.10)$$

$$\gamma_i^s = \int_0^t \dot{\gamma}_i^s dt \quad (5.11)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_i^v = \sum_s \gamma_i^s \underline{\underline{R}}_i^s \quad (5.12)$$

Les paramètres  $r_i^s$ ,  $n_i$  et  $K_i$  peuvent être adaptés suivant la direction “morphologique” considérée.

## 3. Homogénéisation - Passage micro $\rightarrow$ méso

La déformation plastique mésoscopique peut alors se déduire de la déformation plastique microscopique de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g^v = \sum_i c_i \underline{\underline{B}}_i^T : \underline{\underline{\varepsilon}}_i^v \quad (5.13)$$

$c_i$  étant la fraction volumique de la lamelle  $i$  dans le volume total du grain  $g$  et  $T$  indique la transposée.

#### 4. Loi de comportement à l'échelle du grain

L'utilisation de la loi de Hooke à l'échelle du grain permet maintenant de retrouver la contrainte mésoscopique à partir de la déformation mésoscopique obtenue par l'étape d'homogénéisation précédente :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{C}}_g : \left( \underline{\underline{\varepsilon}}_g - \underline{\underline{\varepsilon}}_g^v \right) \quad (5.14)$$

avec  $\underline{\underline{C}}_g$ , le tenseur d'élasticité à l'échelle du grain.

### 5.1.3 Conditions aux limites

Comme déjà mentionné lors du paragraphe 3.3.2, il a été choisi d'utiliser des conditions aux limites expérimentales sur l'agrégat maillé. En effet, si l'on utilise des conditions aux limites homogènes aux bords, les grains proches de ces bords ne pourront pas être pris en compte pour l'optimisation, car leur réponse mécanique se trouvera trop influencée par les conditions aux limites non réalistes [17]. Ainsi, pour optimiser la zone de comparaison, les conditions réelles (c'est-à-dire mesurées) en déplacements sont appliquées en chaque nœud du bord du maillage. Cela permet de prendre en compte l'interaction des grains voisins mais également d'appréhender la déformation liée aux grains situés sous la surface, comme nous le verrons au cours du prochain chapitre.

## 5.2 Analyse d'un agrégat polycristallin

Dans cette section, les calculs ont été réalisés sur un agrégat polycristallin simulé par le programme *Micro3D* présenté dans la section 2.3. Ce programme permet la création d'une microstructure tridimensionnelle sur laquelle des essais "virtuels" de traction et compression peuvent être effectués. Les résultats de ces calculs 3D sont ensuite utilisés comme champs de référence et seront nommés dans la suite de ce chapitre : résultats *expérimentaux*. Les informations en surface (microstructure et champs de déformation) sont ensuite utilisés comme des résultats expérimentaux et nous tenterons de mettre en place, à partir de ces informations de surface, un calcul par éléments finis qui puisse être utilisé pour l'**identification** des coefficients de la loi de comportement. Ce calcul doit donc représenter au mieux l'essai "virtuel".

L'utilisation d'une expérience virtuelle permet d'avoir un essai connu dans son ensemble (microstructure tri-dimensionnelle, évolution des conditions aux limites, loi de comportement ainsi que les paramètres de celle-ci) et permet de s'affranchir des incertitudes de mesures dans un premier temps. Plusieurs tests peuvent ainsi être réalisés tels que l'étude

de l'influence de la microstructure située sous la surface observée expérimentalement ainsi que l'influence des conditions aux limites et du bruit de mesure qui sont appliqués au maillage, et la sensibilité du résultat aux paramètres de la loi de comportement.

Pour chaque calcul 3D présenté, deux nœuds du maillage sont fixés suivant la direction  $z$  et un nœud est fixé suivant la direction  $x$  de manière à empêcher les mouvements de corps rigide. Des déplacements homogènes linéaires en temps sont appliqués suivant la direction  $y$  à l'ensemble des nœuds des bords haut ( $y$  maximum) et bas ( $y$  minimum) de manière à simuler un essai de traction. La loi de comportement utilisée est la loi élasto-plastique cristalline présentée dans la section 5.1.2. Le stage de simulation de microstructures [18] ayant été réalisé en commun avec Dextet (CEA/LMS) [5], nous avons choisi des microstructures de Zirconium pour leur simplicité (une seule phase et taille de grains homogènes) et leur forte anisotropie de texture. Ainsi, pour la loi de comportement, ont été utilisés une maille hexagonale compacte et un seul type de système de glissement : le glissement prismatique (comme illustré par la figure 5.2) avec les paramètres suivants :  $R_0 = 40$  MPa et  $H = 50$  MPa. Un seul système de glissement a été sélectionné de manière à faciliter l'analyse de l'optimisation, comme nous le verrons lors de la section 5.4. Les paramètres  $R_0$  et  $H$  choisis s'approchent de ceux obtenus pour la modélisation du comportement de l'alliage de Zr [1].

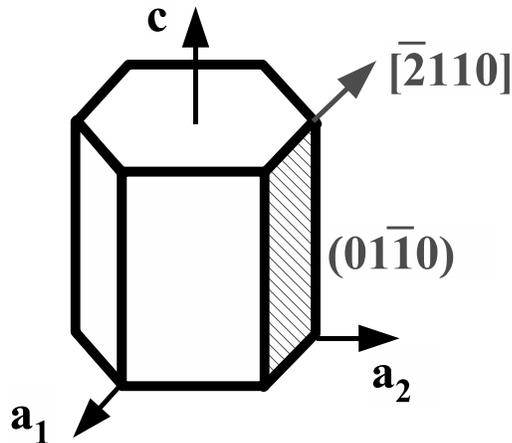


FIG. 5.2 – Un des trois systèmes de glissement prismatiques d'une maille hexagonale compacte.

### 5.2.1 Choix du maillage

Il y a plusieurs façons de mailler à partir de la microstructure tri-dimensionnelle obtenue par le programme *Micro3D*. En effet, celui-ci génère un ensemble composé de  $N^3$  voxels, appartenant à des grains, qui peuvent être considérés comme des éléments du maillage - linéaires (maillage 1) ou quadratiques (maillage 2) - ou encore comme des points de Gauss d'un maillage linéaire (maillage 3) ou quadratique (maillage 4). Cinq différentes possibilités de maillage sont listées dans le tableau 5.1 et seront ensuite repérées par leur numéro dans la suite de ce chapitre.

| Num. du maillage | Type             | Nombre d'éléments | Nombre de pts de Gauss | Nombre de ddl               |
|------------------|------------------|-------------------|------------------------|-----------------------------|
| 1                | cubique lin.     | $N^3$             | $(2N)^3$               | $3(N+1)^3$                  |
| 2                | cubique quad.    | $N^3$             | $(3N)^3$               | $3(4N^3 + 9N^2 + 6N + 1)$   |
| 3                | cubique lin.     | $(N/2)^3$         | $N^3$                  | $3(N/2 + 1)^3$              |
| 4                | cubique quad.    | $(N/3)^3$         | $N^3$                  | $3(4N^3/27 + N^2 + 2N + 1)$ |
| 5                | prismatique lin. | -                 | -                      | -                           |

TAB. 5.1 – Tableau récapitulatif des différents maillages possibles créés à partir d'un agrégat de  $N^3$  voxels.

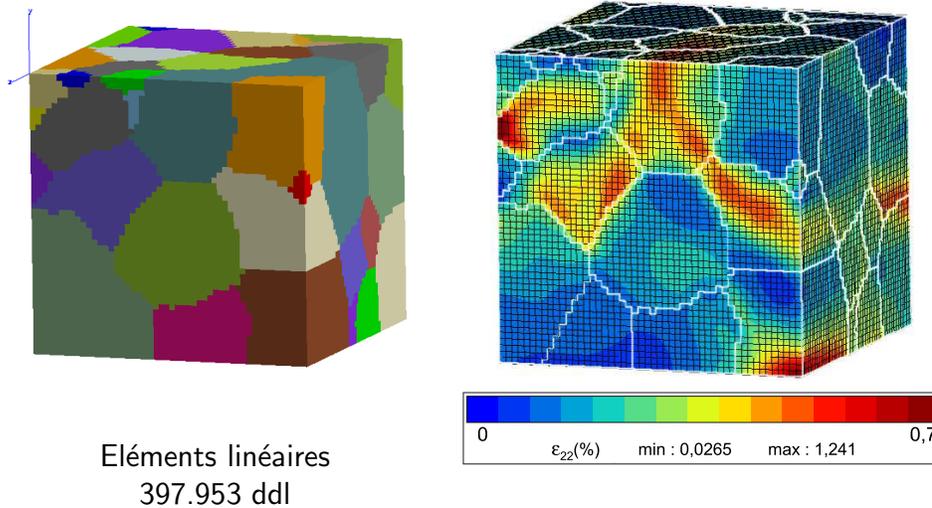


FIG. 5.3 – Maillage 1 (de référence) et champ de déformation  $\varepsilon_{22}$  associé.

Dans un sens purement numérique et dans les limites données par les critères de convergence, plus le maillage est fin, plus la solution tend vers la solution exacte. Cependant, l'objectif de ces calculs étant l'optimisation des coefficients par comparaison avec les résultats expérimentaux, le maillage doit être adapté aux mesures. Il doit donc être ni trop fin pour éviter des temps de calcul trop longs, ni trop grossier par rapport aux mesures (pas de l'EBSD et pas de la grille) afin d'utiliser le maximum d'informations expérimentales. Pour chaque maillage décrit précédemment, les différences absolue et relative (en termes de champs de déformation surfaciques) avec le maillage 1 (choisi pour sa simplicité) sont calculées. Ces différences seront à mettre en relation avec les incertitudes expérimentales (cf. §3.4). Si celles-ci sont nettement inférieures, cela signifie que le maillage a peu d'influence sur les résultats de l'optimisation et peut donc être choisi de manière à minimiser le temps de calcul. Les résultats des calculs et les comparaisons avec le maillage 1 (fig. 5.3) sont présentés sur les figures 5.4, 5.5 et 5.6 suivantes.

Suivant la configuration choisie, des différences sur les résultats sont observées, notamment sur les intensités des déplacements et déformations locales calculées en surface, représentant des données que l'on souhaite comparer aux résultats expérimentaux. Afin d'évaluer les différences entre les maillages, les déplacements obtenus après calculs sur les maillages 2, 3 et 4 sont transférés aux nœuds du maillage correspondant au cas 1.

Les erreurs visualisées sur les maillages sont donc les résultats d'un calcul de déforma-

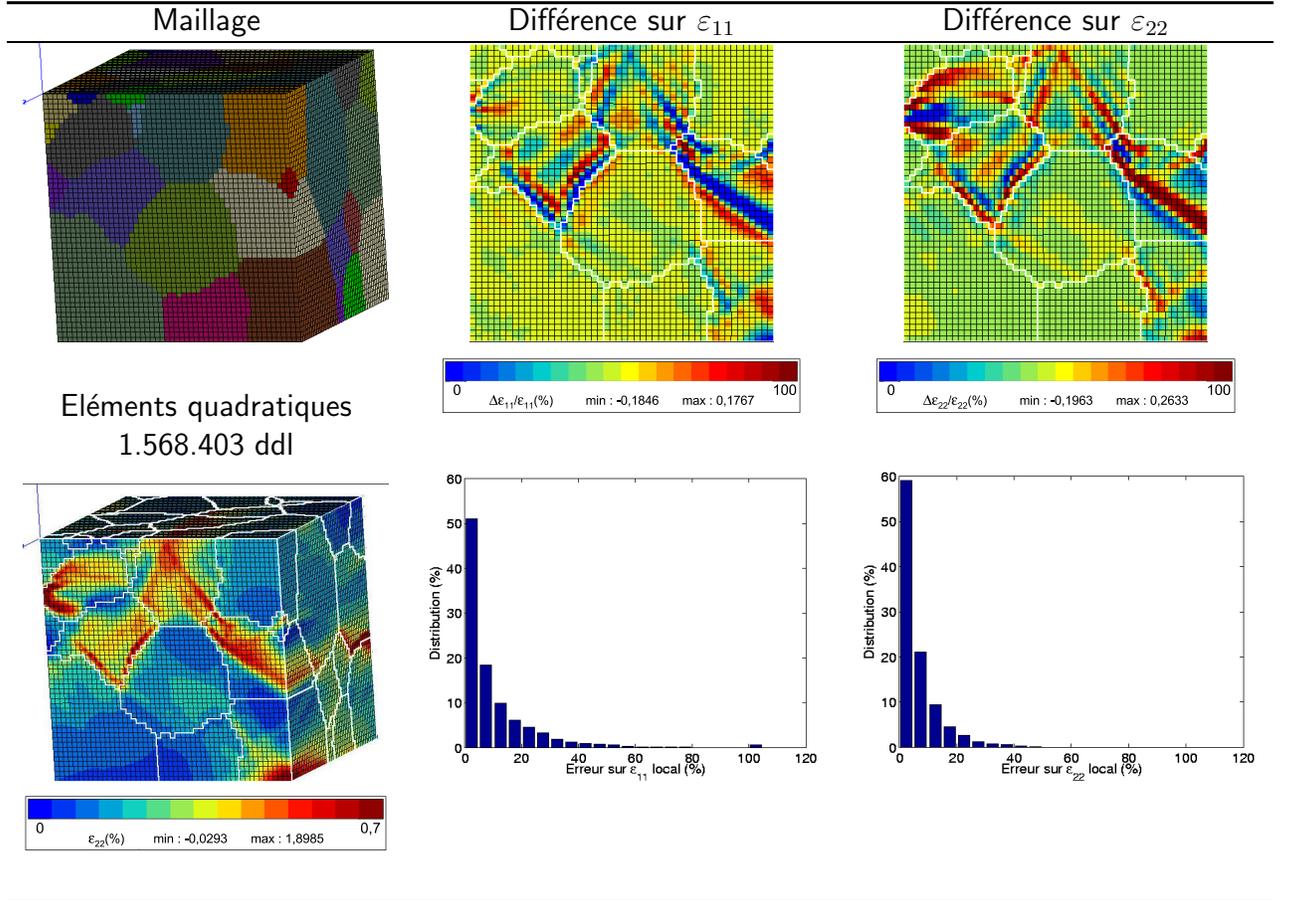


FIG. 5.4 – Comparaison du maillage 2 avec le maillage 1.

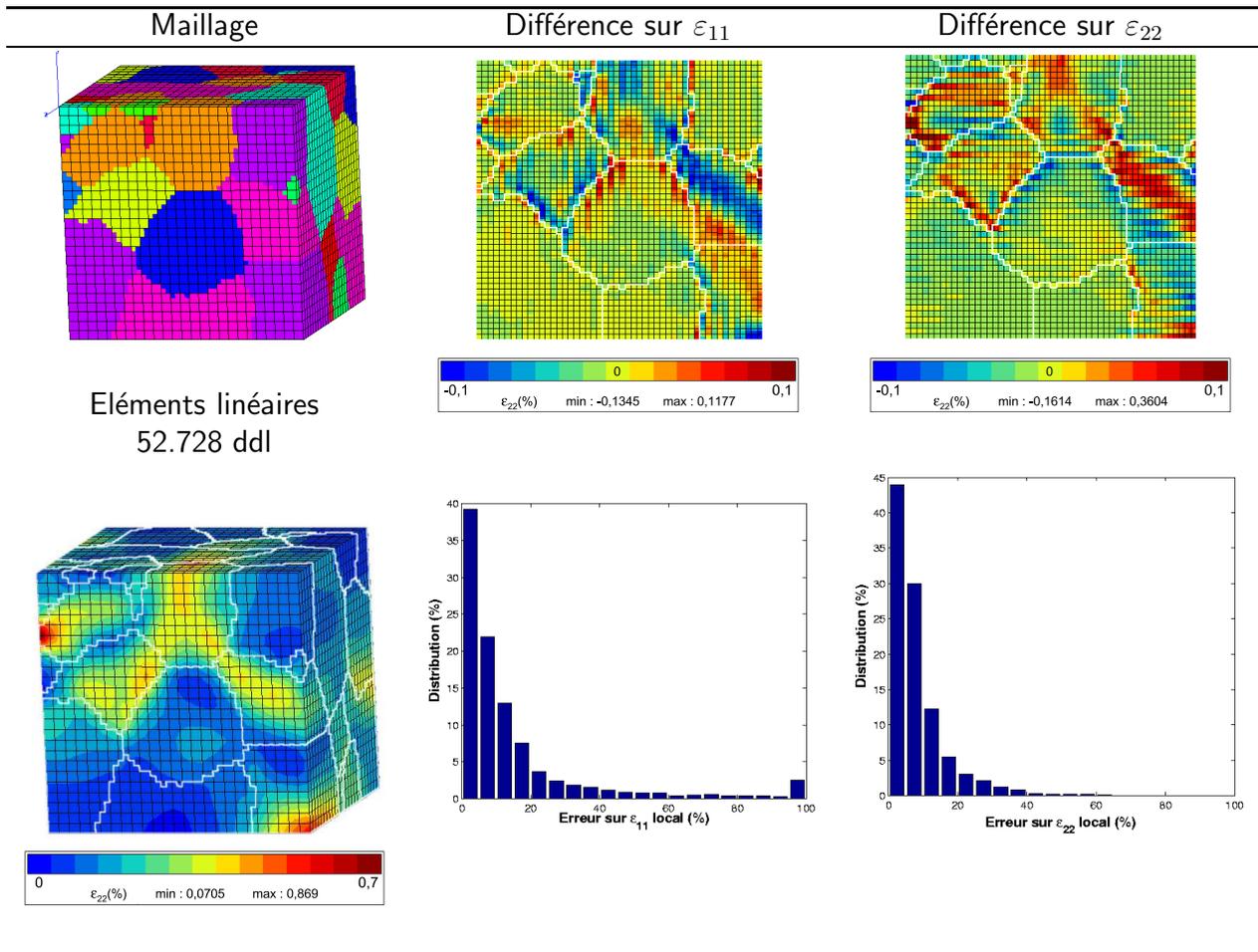
tions réalisé avec les fonctions de forme des éléments dans le logiciel *ZéBuLoN* de manière à être sûr qu'ils soient calculés de la même façon. En chaque nœud, sont appliquées les différences entre les déplacements obtenus dans le cas considéré et ceux du calcul 1 et ceci uniformément dans l'épaisseur. Ce n'est donc pas un calcul "normal" étant donné que l'ensemble des ddl sont imposés. Les histogrammes représentent les écarts sur les déformations calculées, pour chaque point de Gauss  $k$ , de la manière suivante :

$$\Delta_{ij}^k = \frac{|\varepsilon_{ij}^{2,k} - \varepsilon_{ij}^{1,k}|}{|\varepsilon_{ij}^{1,k}|} \quad (5.15)$$

avec  $i$  représentant chaque point d'intégration du maillage 1,  $\varepsilon$  la composante de la déformation en ce point. Les chiffres 2 et 1 représentent le numéro du maillage à comparer (ici le numéro 2) et le maillage 1 respectivement.

Pour chaque cas, on observe le même schéma de localisation des déformations constitué de bandes orientées à 45 °, cependant les intensités des valeurs changent. Dans le cas 3, correspondant au maillage linéaire (fig. 5.5), les déformations sont sous-estimées par rapport au maillage linéaire du cas 1 (valeurs négatives), alors que le maillage 4 sur-estime ces déformations (valeurs positives).

Les erreurs au niveau du joint de grain ne doivent pas être considérées car elles sont dues à l'interpolation d'un maillage vers un maillage plus fin. L'interpolation aux joints de

FIG. 5.5 – Comparaison du maillage 3 avec le maillage 1.

grains prend donc en compte des déplacements provenant de deux grains différents.

L'analyse des histogrammes de déformation (obtenu par calcul avec la même base de mesure, c'est-à-dire après transfert sur le maillage linéaire) montre très peu de différences entre les 3 types de maillages. Etant donné la faible différence (du même ordre de grandeur que l'erreur expérimentale dans ce cas, c'est-à-dire 0,1 pixel de différence si l'on considère une base de mesure de 15 pixels) sur les champs de déformation, il peut s'avérer plus judicieux d'utiliser le maillage possédant le moins de degrés de liberté, soit le cas 3. Cependant, pour la comparaison avec les résultats expérimentaux, l'interpolation des déplacements aux intersections de la grille peut générer des erreurs au niveau des joints de grains si l'interpolation se fait sans tenir compte des différents grains en présence.

En ce qui concerne la différence entre maillage cubique et maillage tétraédrique qui suit les joints de grains, selon Diard [6], les valeurs macroscopiques et moyennes par grains sont identiques. Ainsi, si la comparaison entre mesures et résultats du calcul se fait sur la moyenne par grains ou sur les histogrammes de déformations (cf. §3.3.3 pour les différentes possibilités de comparaison essais / calculs), l'un ou l'autre des maillages peut être choisi. Cependant, lors d'une comparaison point par point, des différences peuvent apparaître au niveau du joint de grain qui n'est pas décrit de manière précise. Toutefois, l'écart entre les deux méthodes peut être considéré du deuxième ordre étant donnée l'incertitude

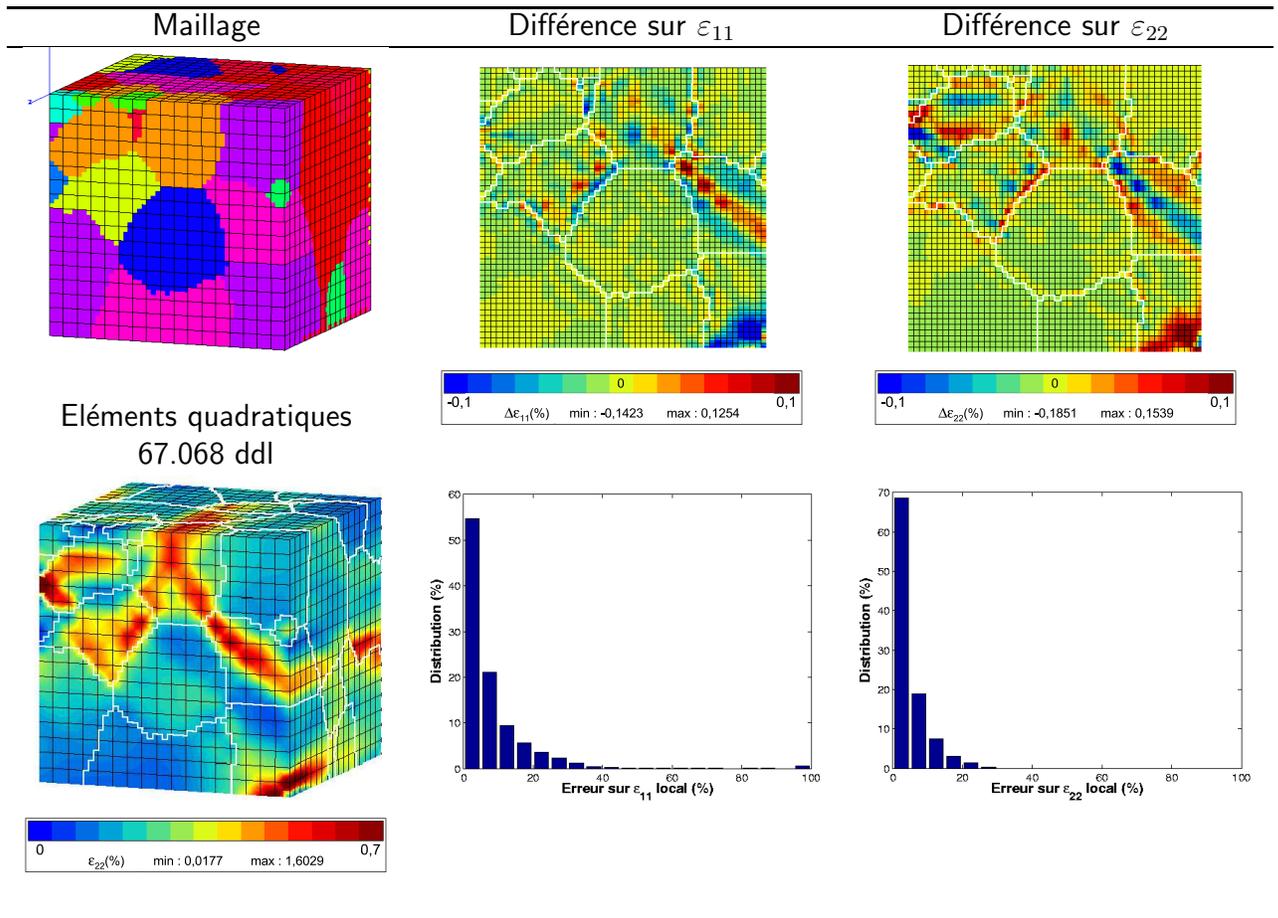


FIG. 5.6 – Comparaison du maillage 4 avec le maillage 1.

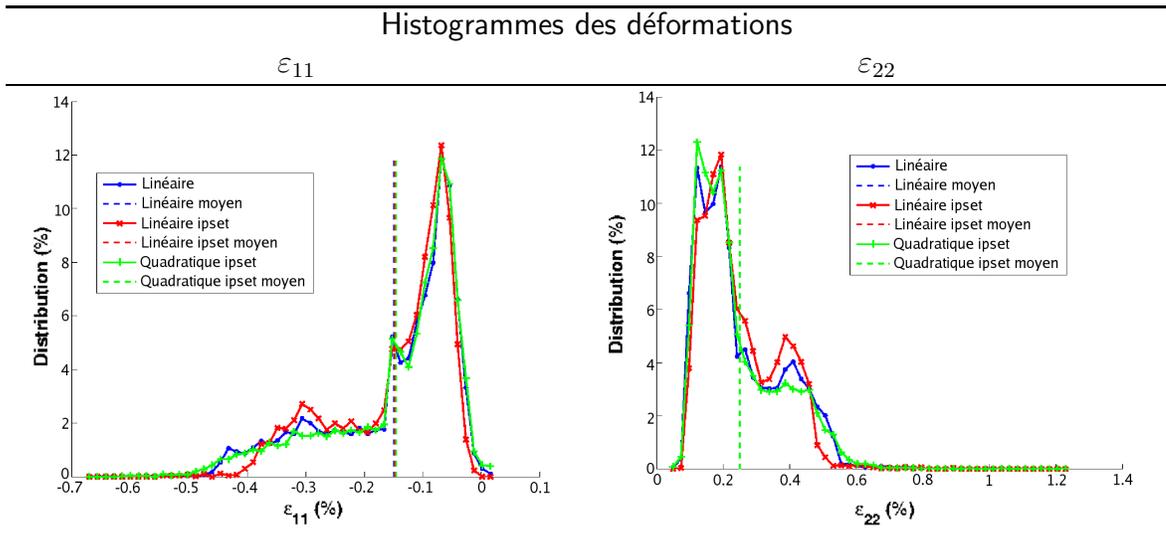


FIG. 5.7 – Comparaison de la distribution des déformation pour les quatre types de maillage.

expérimentale sur le positionnement du joint de grain, soulignée lors du chapitre 3.2.3. Cependant, si l'on souhaite intégrer des éléments cohésifs dans des maillages réels de manière

à modéliser la propagation de fissure au sein des microstructures, et notamment au niveau des joints de grains, il semble nécessaire de décrire des joints de grains qui soient le plus courbes possible afin de représenter au mieux un joint de grain réel.

### 5.2.2 Influence de la microstructure située sous la surface

Une fois le maillage défini, plusieurs calculs de microstructures tridimensionnelles possédant la même surface peuvent être lancés. Ces calculs permettront d'évaluer précisément l'influence de la microstructure du volume sur les champs de déformation surfaciques et de vérifier ainsi, grâce à ces résultats, si un calcul 3D créé par une extrusion de la surface, est suffisamment représentatif d'une microstructure réelle, notamment en termes de champs de déformation surfaciques, pour être utilisé dans l'identification des coefficients des lois de comportement par minimisation de la différence avec les résultats expérimentaux.

Dans ce paragraphe sont présentés trois calculs (*Mail1*, *Mail2* et *Mail3*) avec des surfaces ( $z = 0$ ) identiques mais avec des microstructures sous la surface différentes appelées par la suite *Microstructure 1*, *Microstructure 2* et *Microstructure 3* (cf. fig. 5.11). Ces microstructures possèdent une texture de nature orthotrope (cf. fig. 5.8).

La comparaison des résultats macroscopiques (fig. 5.9) montre une différence entre les trois courbes de comportement et sur les rapports de déformation en lien avec la modification de la texture d'une microstructure à l'autre. En revanche, si l'on compare les distributions de déformations en surface (fig. 5.10), de faibles différences sont observées. Le maillage 3 présente une hétérogénéité plus marquée (écart type 50 % plus élevé que le maillage 1) se traduisant par des déformations locales maximales en intensité plus élevées.

La figure 5.11 représente les maillages de ces trois calculs 3D possédant la même microstructure en surface et une microstructure différente en volume. Les éléments utilisés sont tous à intégration linéaire avec un seul type d'orientation cristalline par élément (ce qui correspond au maillage 1 du paragraphe 5.2.1 précédent) et, comme pour les calculs précédents, seul le glissement prismatique est considéré. Le chargement est identique dans les trois cas, à savoir : déplacement homogène, linéaire en temps, suivant la direction 2 jusqu'à une valeur maximale  $U_{2,max} = 0,125$  (pour une hauteur de 50, pouvant être assimilés à des micromètres, ce qui correspondant à une déformation totale, dans la direction 2, de 0,25 %) sur les bords haut et bas, les bords gauche, droit, avant et arrière restant libres.

Ces calculs montrent effectivement une forte influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques. Même si l'hétérogénéité de l'intensité des déformations semble similaire, l'emplacement des bandes de localisation peut être très différent. Ceci confirme les résultats de Zeghadi [20].

Face à ces résultats se pose donc la question de la représentativité d'un calcul numérique 3D décrit au moyen d'observations surfaciques, vis-à-vis du comportement réel du polycristal. Pour prolonger cette interrogation, **est-il raisonnable d'envisager la détermination des paramètres de la loi de comportement par comparaison entre ces calculs et les mesures de champs de déformation surfaciques?** Cette question, centrale dans ce travail, fait l'objet de la section suivante et provient de la constatation que les déplacements expérimentaux, qui sont mesurés par corrélation d'images de microgrilles, intègrent au moins partiellement, l'effet de la microstructure sub-surfacique. Ainsi, en imposant des conditions aux limites expérimentales, il peut être possible de prendre en compte

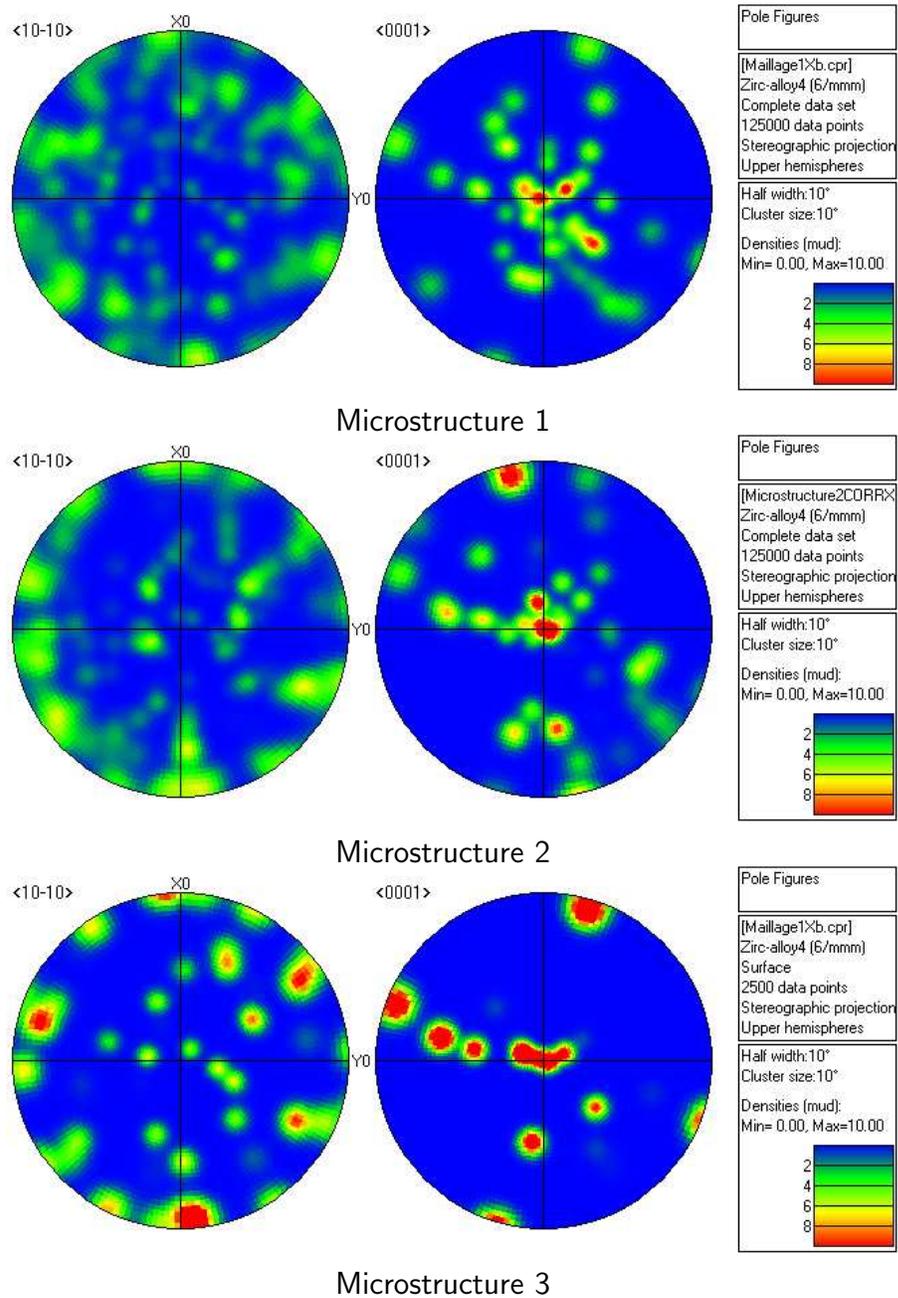
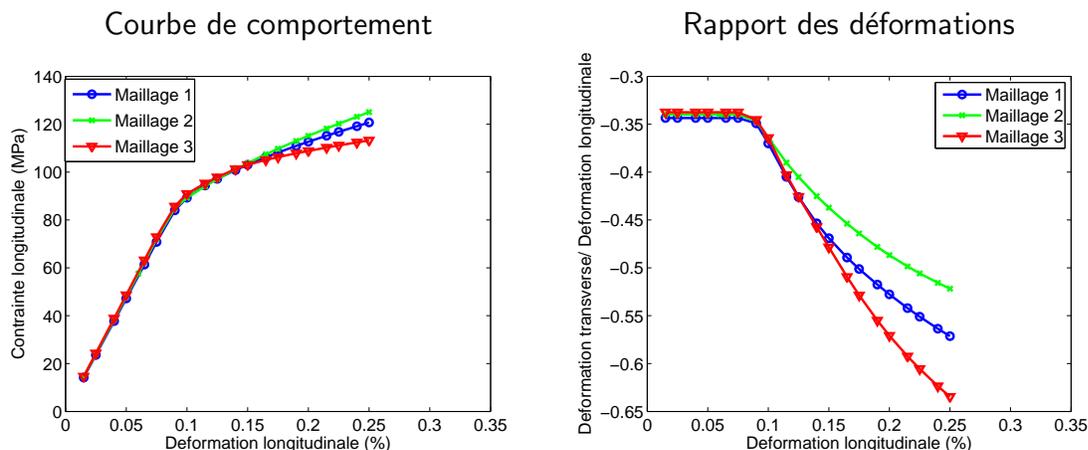
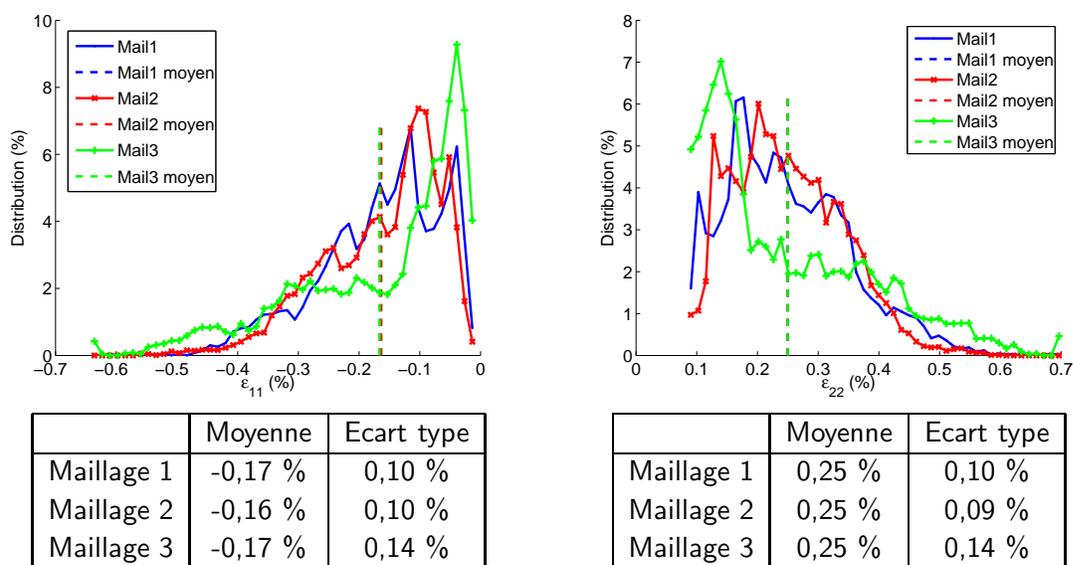


FIG. 5.8 – Texture cristallographique des trois microstructures fictives de l'étude, obtenues par le programme *Micro3D*.

FIG. 5.9 – Comportement macroscopique des trois microstructuresFIG. 5.10 – Distribution des déformations de surface des trois microstructures.

l'influence des grains du "volume" sur les champs de déformation de la surface. Pour vérifier cela, une étude uniquement numérique a été réalisée et les déplacements des nœuds d'une microstructure tri-dimensionnelle ont été considérés comme résultats expérimentaux. Les résultats des calculs avec microstructure surfacique extrudée dans la direction de l'épaisseur seront donc comparés non pas à des résultats purement expérimentaux, dont les composantes du tenseur des déformations ne sont connues qu'en surface et dans le plan, mais aux résultats du calcul sur agrégat polycristallin 3D.

### 5.2.3 Influence des conditions aux limites

Dans cette section, l'étude des conditions aux limites est réalisée sur un maillage à grains extrudés et de faible épaisseur. La microstructure utilisée correspond à une section de la surface du maillage de la microstructure 3D précédente comme indiqué par la figure 5.12. C'est donc ce calcul 3D qui sert de calcul de référence et les déplacements en chaque nœud

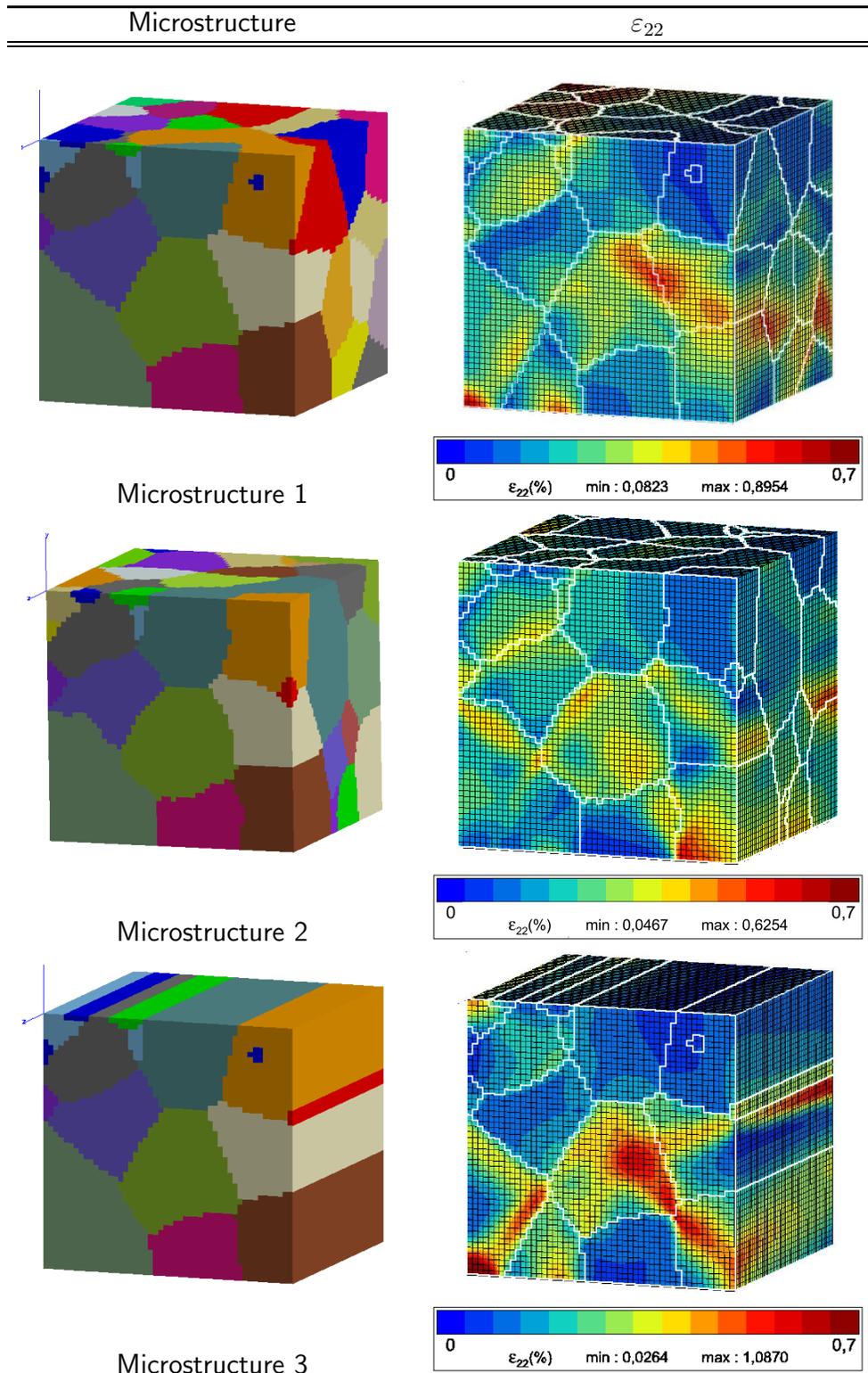


FIG. 5.11 – Influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques - Essai sur microstructure à maille HCP - 397953 ddl.

de la surface sont assimilés aux mesures expérimentales, comme indiqué précédemment.

L'importance d'utiliser des conditions aux limites expérimentales, prenant en compte

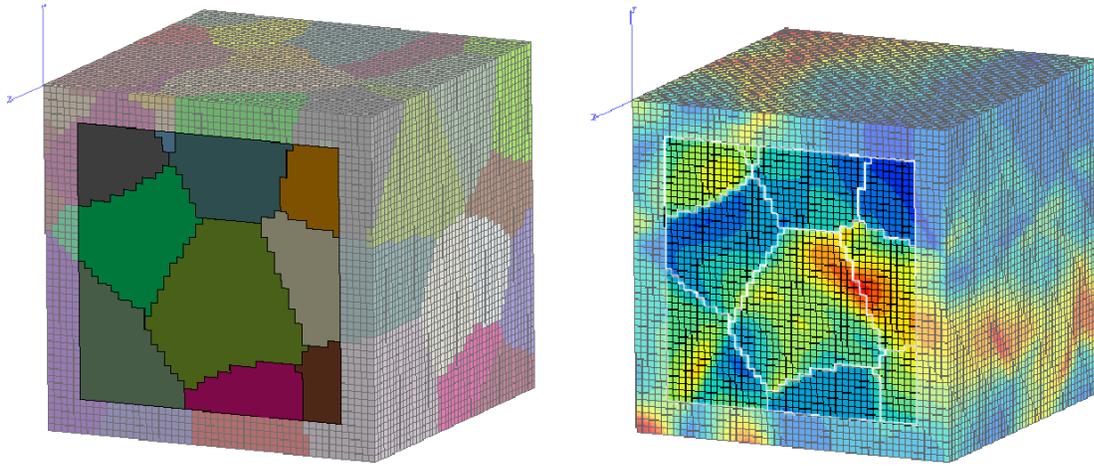


FIG. 5.12 – Découpe du maillage 3D pour l'étude de l'influence des conditions aux limites.

l'interaction des grains voisins, est étudiée dans un premier temps, avant l'analyse de l'histoire de ces conditions aux limites en fonction du temps. Les résultats sont présentés dans les paragraphes suivants.

### Conditions aux limites homogènes *vs* Conditions aux limites expérimentales

Sur la découpe du maillage 3D présentée sur la figure 5.12, une extrusion de la surface avec deux éléments dans l'épaisseur est effectuée. Il s'agit donc d'un calcul 3D mais en conditions de "quasi 2D" en contraintes planes donc vraisemblablement pas très représentatif du calcul 3D. Cependant, il reste intéressant pour montrer l'influence des conditions aux limites. Deux types de conditions aux limites ont été appliquées :

1. des conditions aux limites homogènes en déplacements sur les bords haut et bas, les bords gauche et droit restant libres et
2. des conditions aux limites *expérimentales* en déplacement, c'est-à-dire les déplacements dans les directions  $x$  et  $y$  obtenus en surface par le calcul 3D, sur chaque bord du maillage.

Dans la direction de l'épaisseur (direction  $z$ ), un seul nœud est fixé pour éviter les déplacements de corps rigide. Les résultats de ces deux calculs sont présentés sur les figures 5.13(a) et (b) et comparés aux déformations surfaciques du calcul sur agrégat 3D.

Ces calculs montrent l'importance d'appliquer des conditions aux limites (C.L.) expérimentales lors de l'étude des champs de déformation, notamment lors de calculs sur des microstructures de petites tailles. En effet, les C.L. expérimentales donnent des résultats beaucoup plus proches du calcul 3D (fig. 5.12) que des C.L. homogènes pour lesquelles les bandes de localisation de la déformation ne sont pas positionnées au même endroit dans la microstructure. D'autre part, l'analyse des histogrammes de distribution des erreurs sur les déformations locales (au sens de l'équation 5.15) met en évidence une nette diminution de ces dernières. Sur la déformation dans la direction de traction (direction 2) par exemple, 29 % des éléments possèdent une erreur inférieure à 20 % avec des C.L. homogènes alors que cette quantité est égale à 68,4 % dans le cas de C.L. expérimentales.

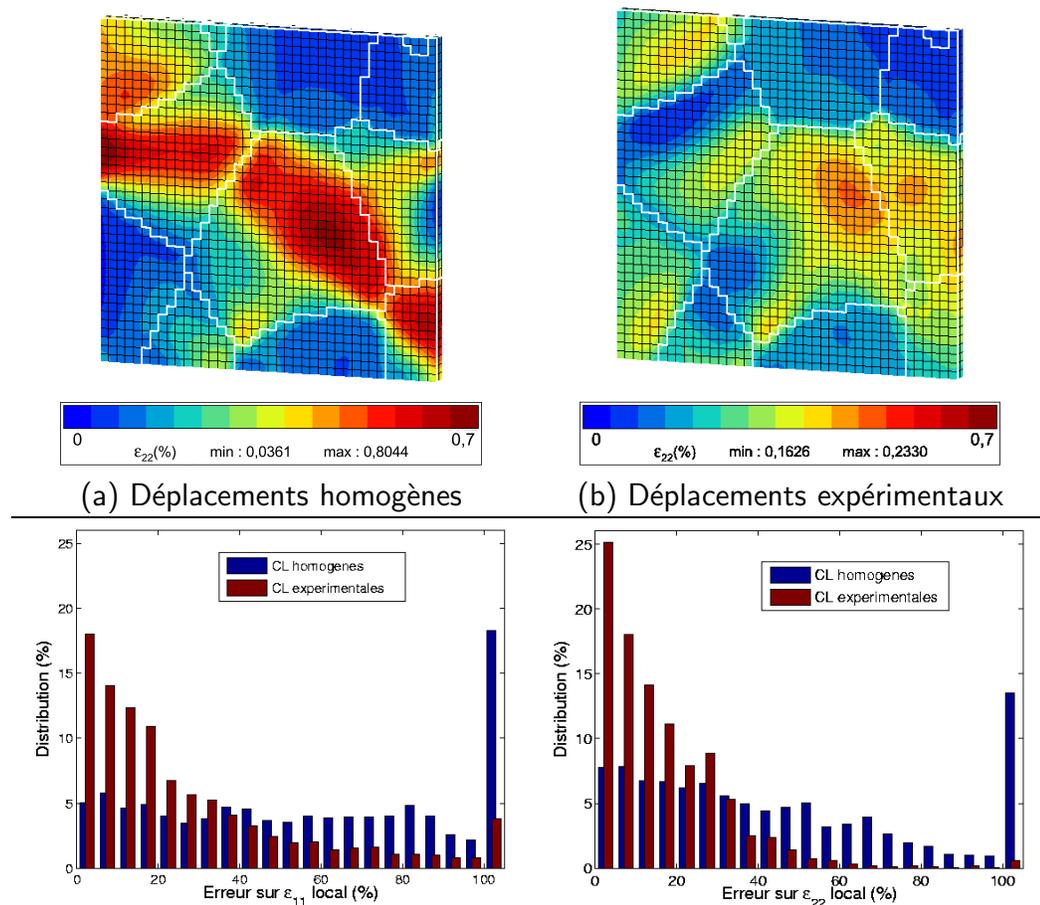


FIG. 5.13 – Etude de l’influence des conditions aux limites pour un maillage à épaisseur fine.

Afin de s’assurer de la reproductibilité de ces résultats, un second test a été réalisé sur la deuxième microstructure 3D de la figure 5.11. Une découpe a donc été effectuée dans ce maillage et les conditions aux limites sont issues du résultats du calcul d’agrégat. Elles diffèrent donc du calcul précédent effectué sur la microstructure 1. Les résultats sont présentés sur la figure 5.14. Ils montrent que, dans ce cas-ci et de la même manière que pour le calcul précédent, les conditions aux limites *expérimentales* permettent de retrouver les champs de déformation obtenus par le calcul sur microstructure 3D avec des erreurs nettement inférieures à celles obtenues précédemment, puisque plus de 80 % des points possèdent une erreur inférieure à 20 % sur la déformation dans la direction 2 et 100 % des points dans le cas de la direction 1.

### Variation des conditions aux limites expérimentales

L’étude présentée lors du paragraphe précédent met en évidence l’importance d’appliquer des conditions aux limites “expérimentales” dans le cas de calculs sur une microstructure de petite dimension (inférieure ou égale au VER). Cependant, l’évolution au cours du chargement des déplacements en chaque nœud est rarement connue. Dans le cas d’essais réalisés en dehors de la chambre du microscope, seuls les déplacements après décharge

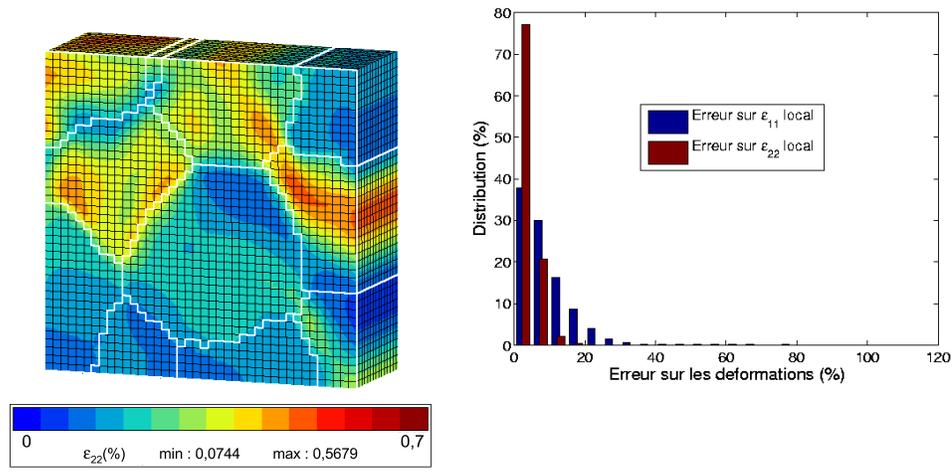


FIG. 5.14 – Conditions aux limites expérimentales testées sur le deuxième calcul 3D.

sont mesurés par corrélation d'images. Dans le cas d'essais in-situ, la plupart du temps, les déplacements dans la phase élastique du chargement ne peuvent pas être évalués car ils sont inférieurs à l'incertitude sur la mesure. Un exemple est présenté sur le graphique de la figure 5.15. Dans ce cas, deux étapes sont réalisées à deux niveaux de déformation moyenne situés dans le domaine plastique.

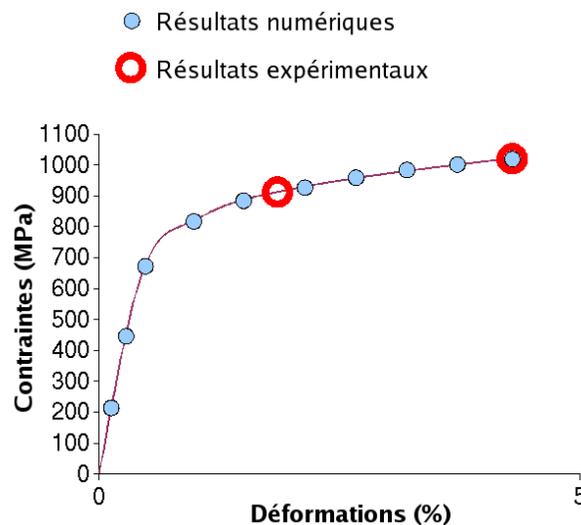


FIG. 5.15 – Illustration de la discrétisation des points de mesure.

L'objet de ce paragraphe est donc d'étudier différentes manières d'imposer l'évolution de ces conditions aux limites et d'évaluer l'erreur commise dans chacun des cas. Pour cela, le calcul sur le premier agrégat 3D est utilisé. Ce dernier permet d'avoir la connaissance de l'évolution des conditions aux limites dans son ensemble (cf. figure 5.15). En se mettant dans les conditions d'un essai in-situ ou seul le dernier point de mesure est connu, un trajet

de chargement peut être défini et comparé au trajet de l'expérience virtuelle.

Différentes possibilités ont été étudiées de manière à décrire une évolution des déplacements du temps  $t_0 = 0$  au temps  $t_{fin}$  correspondant au temps pour lequel la valeur des déplacements aux nœuds est connue. Les premiers tests ont consisté à réaliser une évolution linéaire dans le temps (cas 1) mais ceux-ci ont vite montré leurs limites car ils génèrent des contraintes transverses non négligeables et ne permettent pas de retrouver le coefficient de Poisson dans la phase élastique, comme cela sera présenté par la suite. Nous nous sommes donc attachés à modifier successivement l'histoire du chargement (évolution des déplacements en fonction du temps) dans la direction transverse (direction 1) de manière à minimiser cette contrainte transverse et s'approcher d'un rapport des déformations moyennes réaliste. La connaissance par le calcul sur agrégat 3D, d'une évolution considérée *réelle* permet de vérifier la cohérence des résultats. L'évolution dans la direction 1 a donc été choisie dans un premier temps bi-linéaire (cas 3), comme cela a été proposé par Gélébart et al. [9], de manière à retrouver le coefficient de Poisson du matériau dans la phase élastique. Puis, celui-ci a évolué de manière à respecter l'évolution qui serait obtenue dans le cas où les surfaces latérales restaient libres (cas 2 – cas où l'agrégat ne posséderait pas de voisins). Différentes corrections ont ensuite été appliquées (cas 4 à 8) de manière à minimiser la contrainte moyenne transverse et respecter au maximum le rapport des déformations dans la zone élastique.

Au total, huit cas différents ont été étudiés et sont décrits ci-après. Ils seront par la suite repérés par leur numéro. Dans chacun des cas,  $t$  représente le temps,  $t_{max}$ , le temps total (maximal) de l'essai et  $t_{plast}$ , le temps pour lequel il y a entrée en plasticité au sens macroscopique du terme, c'est-à-dire perte de linéarité de la pente élastique de la courbe  $\sigma$ - $\varepsilon$  macroscopique. La variable  $u_i^j$  représente le déplacement dans la direction  $i = 1, 2$  du cas  $j = 1, \dots, 8$ . La direction 2 correspond à la direction de sollicitation. L'exposant *exp* se rapporte aux mesures expérimentales (ou dites *expérimentales* dans le cas présent, car elles correspondent aux résultats en surface d'un calcul sur agrégat 3D).

Ces huit cas d'évolution des conditions aux limites seront appliqués au maillage 3D de la microstructure créée à partir d'une extrusion de la surface présentée sur la figure 5.12 (page 145) et les résultats du calcul sur ce maillage extrudé seront comparés aux résultats du calcul sur la microstructure 3D associée, prise comme référence. Pour cette étude, l'influence de l'épaisseur du maillage a été considérée (a priori) faible devant l'influence des conditions aux limites, ainsi certains de ces calculs possèdent une extrusion de 2 éléments alors que d'autres possèdent une extrusion de 15 éléments. L'étude de l'influence de l'épaisseur du maillage est étudiée ensuite. Etant donné que les calculs sont réalisés sur une microstructure qui n'est pas représentative de la structure du matériau, nous considérerons la courbe macroscopique *réelle*, celle obtenue en moyennant les contraintes et déformations de la coupe 3D (référéncée *3D Coupe* sur les figures), c'est-à-dire les éléments de la couche surfacique (deux éléments dans l'épaisseur) dont les contours sont mis en valeur dans la figure 5.12. Pour chaque cas sont étudiés l'écart à la courbe de comportement  $\sigma_{22} - \varepsilon_{22}$ , ainsi que l'écart au rapport des déformations et à la courbe  $\sigma_{11} - \varepsilon_{11}$ , grâce au paramètre  $\Delta$  défini par :  $\Delta = \sum_i \left| \frac{y_2(x_i) - y_1(x_i)}{y_1(x_i)} \right|$ , avec  $x$  et  $y$  les abscisses et ordonnées des points des courbes à comparer,  $i$  le pas de temps considéré et les indices 1 et 2 correspondent aux deux calculs à comparer. Etant donné que l'on ne considère qu'un seul système de glissement, une activation différente de ce système d'un calcul à l'autre se retrouve sur les résultats

macroscopiques.

Les trois premiers cas, décrits ci-dessous, consistent en des approches simples et “couramment” utilisées dans les premières études de ce type [13, 9, 12, 14].

**Cas 1 :** déplacements linéaires en temps [13]:

$$u_2^{(1)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(1)}(t) = u_1^{exp} \times \frac{t}{t_{max}}.$$

**Cas 2 :** déplacements linéaires en temps pour la direction 2 seule, les déplacements  $u_1$  restant libres :

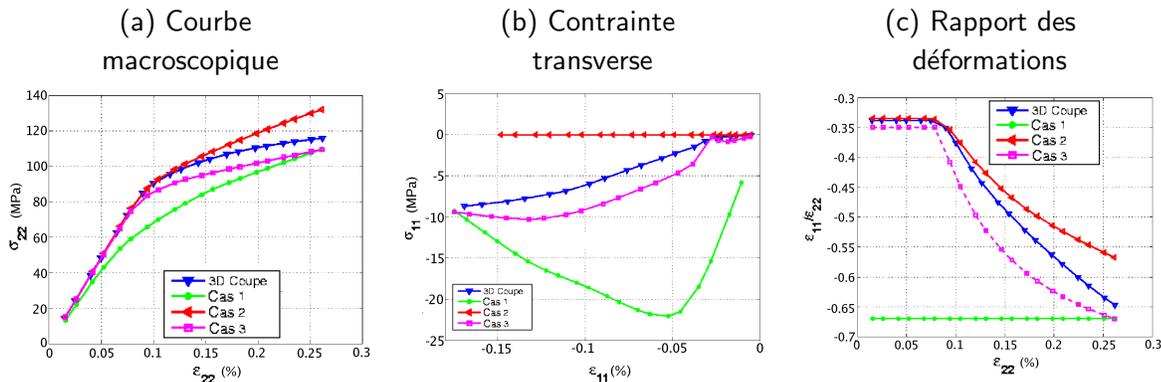
$$u_2^{(2)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(2)}(t) \text{ libre.}$$

**Cas 3 :** déplacements  $u_2$  linéaires et déplacements bi-linéaires en temps pour la direction 1 [9]:

$$u_2^{(3)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(3)}(t) = u_1^{plast} \times \frac{t}{t_{plast}} \text{ pour } t < t_{plast},$$

$$u_1^{(3)}(t) = u_1^{plast} + u_1^{exp} \times \frac{t-t_{plast}}{t_{max}-t_{plast}} \text{ sinon.}$$

Les résultats macroscopiques obtenus pour ces trois cas sont présentés sur les graphiques de la figure 5.16.



Erreurs moyennes sur chacune des composantes macroscopiques :

|                       |                        |                       |
|-----------------------|------------------------|-----------------------|
| $\Delta_1 = 15,18 \%$ | $\Delta_1 = 2236,1 \%$ | $\Delta_1 = 52,67 \%$ |
| $\Delta_2 = 4,44 \%$  | $\Delta_2 = 100,00 \%$ | $\Delta_2 = 5,80 \%$  |
| $\Delta_3 = 4,78 \%$  | $\Delta_3 = 118,13 \%$ | $\Delta_3 = 8,68 \%$  |

FIG. 5.16 – Influence de l'évolution des déplacements  $u_1$  sur les résultats macroscopiques - Cas 1, 2, 3 sur maillage extrudé (15 éléments dans l'épaisseur).

Il est montré par cette étude qu'une application des conditions aux limites linéaire en temps dans les deux directions  $x$  et  $y$  (cas 1) induit une augmentation de la contrainte dans le sens transverse provenant vraisemblablement d'une mauvaise activation des systèmes de glissement. L'application de la composante  $u_1$  du déplacement de manière bi-linéaire (cas 3) permet de réduire considérablement l'erreur sur la contrainte transverse, mais sous-estime la contrainte axiale à l'entrée en plasticité. L'application des déplacements dans la direction 2 uniquement surestime la valeur de l'écroutissage et ne permet pas de prendre en compte l'interaction des grains voisins sur la contrainte transverse.

Ainsi, l'utilisation d'une évolution des déplacements transverses sous une forme bi-linéaire permet d'améliorer nettement les résultats par rapport à une évolution linéaire. Cependant, cette méthode nécessite d'évaluer un point de transition élastique-plastique dont le positionnement dépend de l'utilisateur et qui génère une transition brutale de l'évolution du rapport des déformations (fig. 5.16 (c)).

D'autre part, si l'on observe l'évolution de la composante  $u_1$  des déplacements de quelques points situés sur le bord droit du maillage considéré tel que cela est représenté par la figure 5.17, on s'aperçoit que l'évolution n'est pas du tout bi-linéaire.

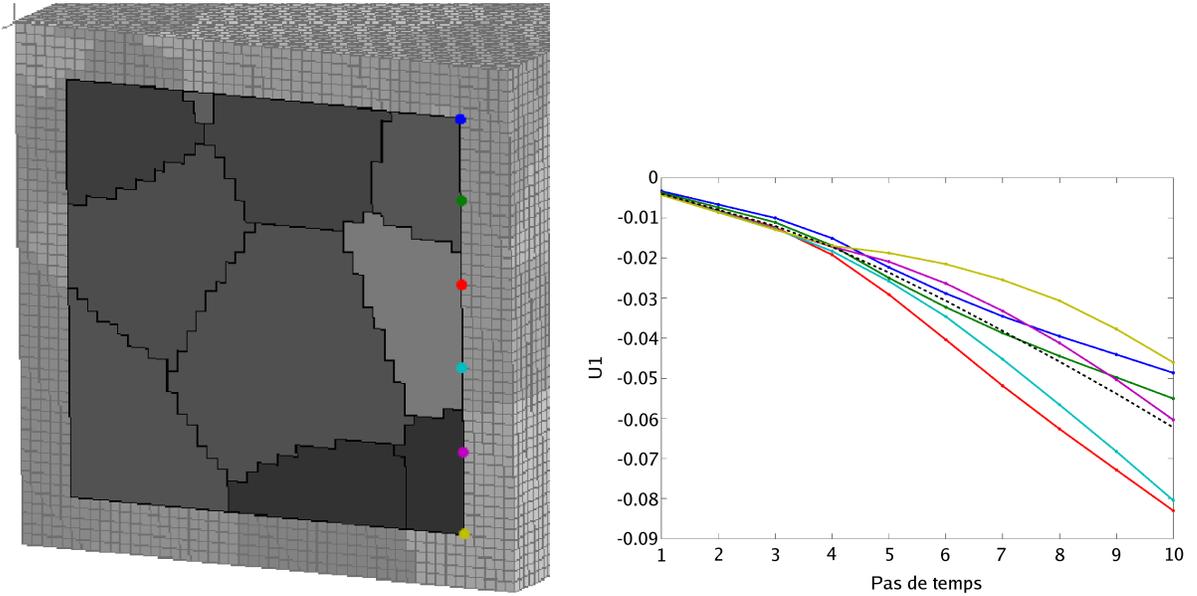


FIG. 5.17 – Evolution réelle de la composante  $u_1$  des déplacements du bord droit du maillage de référence (trait pointillé noir : moyenne des déplacements).

Ainsi, pour tenter de mieux rendre compte de l'évolution réelle des déplacements, les trois cas suivants partent du principe que la forme de l'évolution des déplacements doit être similaire à celle obtenue dans le cas où les bords gauche et droit restent libres (cas 2). Cela permettra ainsi de retrouver des évolutions du rapport des déformations plus réalistes. Les équations sont présentées ci-après ainsi que l'effet sur l'évolution des déplacements (fig. 5.18)

**Cas 4 :** déplacements  $u_2$  linéaires avec évolution de  $u_1$  obtenue par le calcul du cas 2 pour la direction 1 :

$$u_2^{(4)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(4)}(t) = u_1^{(2)}(t) \times \frac{u_1^{exp}}{u_1^{(2)}(t_{max})}$$

**Cas 5 :** déplacements  $u_2$  linéaires avec évolution de  $u_1$  obtenue par le calcul du cas 2 modifiée par un rapport qui évolue linéairement :

$$u_2^{(5)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(5)}(t) = u_1^{(2)}(t) \times \left[ \left( \frac{u_1^{exp}}{u_1^{(2)}(t_{max})} - 1 \right) \frac{t}{t_{max}} + 1 \right]$$

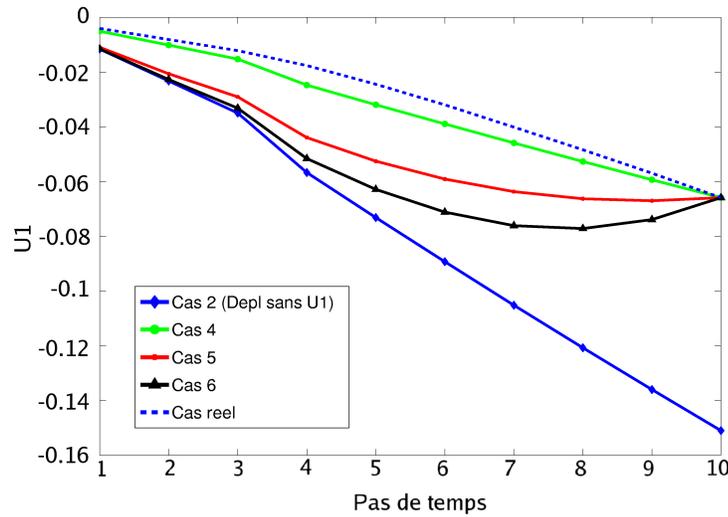
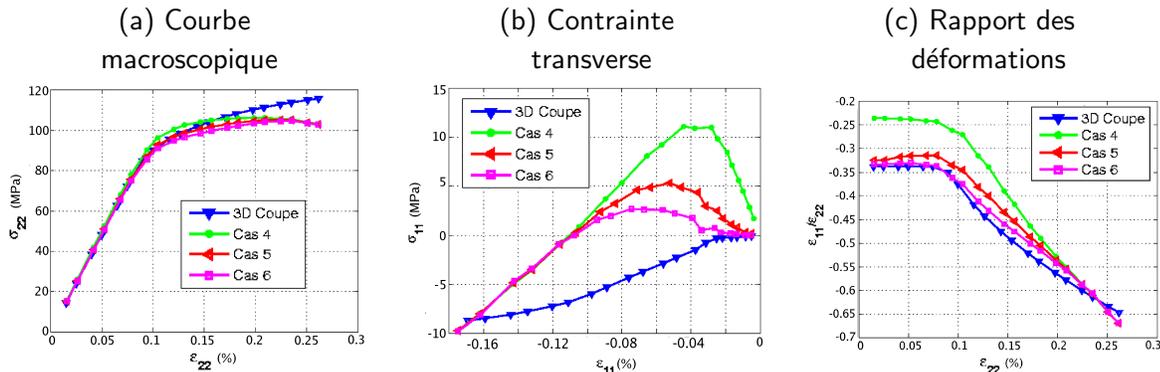


FIG. 5.18 – Déplacements moyens  $u_1$  sur le bord droit du maillage lors de l'application de l'évolution correspondant aux cas 4, 5 et 6.

**Cas 6 :** déplacements  $u_2$  linéaires avec évolution de  $u_1$  obtenue par le calcul du cas 2 modifiée par un rapport qui évolue de manière parabolique :

$$u_2^{(6)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } u_1^{(6)}(t) = u_1^{(2)}(t) \times \left[ \left( \frac{u_1^{exp}}{u_1^{(2)}(t_{max})} - 1 \right) \frac{t^2}{t_{max}^2} + 1 \right]$$

Les résultats de l'application de ces trois nouveaux cas d'évolution sont représentés sur la figure 5.19.



Erreurs moyennes sur chacune des composantes macroscopiques :

|                      |                        |                       |
|----------------------|------------------------|-----------------------|
| $\Delta_4 = 4,37 \%$ | $\Delta_4 = 1429,4 \%$ | $\Delta_4 = 18,65 \%$ |
| $\Delta_5 = 3,23 \%$ | $\Delta_5 = 319,62 \%$ | $\Delta_5 = 6,55 \%$  |
| $\Delta_6 = 3,78 \%$ | $\Delta_6 = 140,35 \%$ | $\Delta_6 = 3,16 \%$  |

FIG. 5.19 – Influence de l'évolution de la composante  $u_1$  des déplacements sur les résultats macroscopiques - Cas 4, 5, 6 sur maillage fine couche.

Cette nouvelle hypothèse concernant l'évolution de la composante  $u_1$  permet de diminuer les erreurs notamment sur la courbe de comportement  $\sigma_{22} - \varepsilon_{22}$  et sur le rapport des déformations, mais il y a surestimation de la valeur de la contrainte transverse. Afin de

tenter une nouvelle amélioration des résultats macroscopiques, les deux derniers cas s'attachent à garder une pente pour  $u_1$  identique (à un rapport près) à celle obtenue par le cas 2. Ces modifications sont présentées ici, et les courbes correspondantes sont présentées sur la figure 5.20.

**Cas 7 :** déplacements  $u_2$  linéaires avec évolution de la dérivée de  $u_1$  égale à celle obtenue par le calcul du cas 2 pour  $u_1$  :

$$u_2^{(7)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } \frac{du_1^{(7)}(t)}{dt} = \frac{du_1^{(2)}(t)}{dt} \cdot m(t) \text{ avec } m(t) = a \cdot t + 1$$

**Cas 8 :** déplacements  $u_2$  linéaires avec évolution de la dérivée de  $u_1$  égale au carré de celle obtenue par le calcul du cas 2 pour  $u_1$  :

$$u_2^{(8)}(t) = u_2^{exp} \times \frac{t}{t_{max}} \text{ et } \frac{du_1^{(8)}(t)}{dt} = \frac{du_1^{(2)}(t)}{dt} \cdot m(t) \text{ avec } m(t) = a \cdot t^2 + 1$$

Les valeurs des déplacements  $u_1^{(x)}(t)$  pour  $x = 7$  et  $x = 8$  sont obtenues de la manière suivante :

$$\frac{u_1^{(x)}(t_i) - u_1^{(x)}(t_{i-1})}{t_i - t_{i-1}} = \frac{u_1^{(2)}(t_i) - u_1^{(2)}(t_{i-1})}{t_i - t_{i-1}} \times m(t_{i-1})$$

avec  $m(t) = a \cdot t^n + 1$  et  $a = \frac{u_1^{exp} - u_1^{(2)}(t_{max})}{\sum_{i=0}^{i=max-1} u_1^{(2)}(t_{i+1}) - u_1^{(2)}(t_i) t_i^n}$  avec  $n = 1$  dans le cas 7 et  $n = 2$

dans le cas 8. Cette équation a été obtenue en supposant  $\frac{u_1^{(x)}(t_1) - u_1^{(x)}(t_0)}{t_1 - t_0} = \frac{u_1^{(2)}(t_1) - u_1^{(2)}(t_0)}{t_1 - t_0}$ , c'est-à-dire que la pente à l'origine est identique de manière à conserver au maximum le rapport des déformations dans la zone élastique égal au coefficient de Poisson.

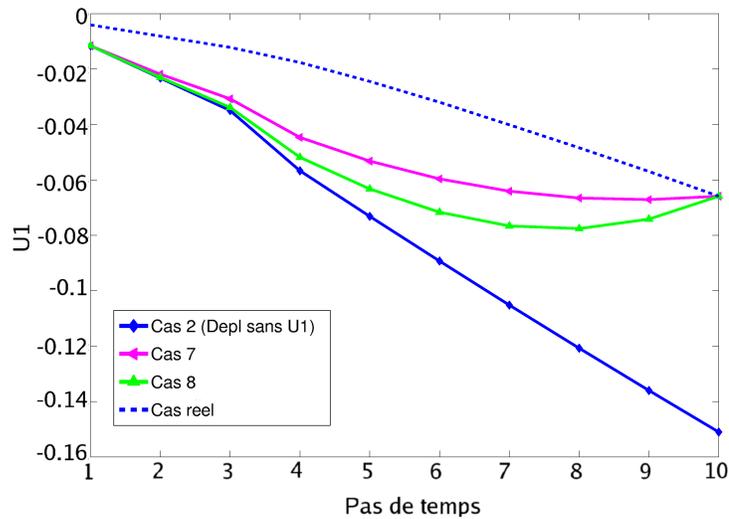
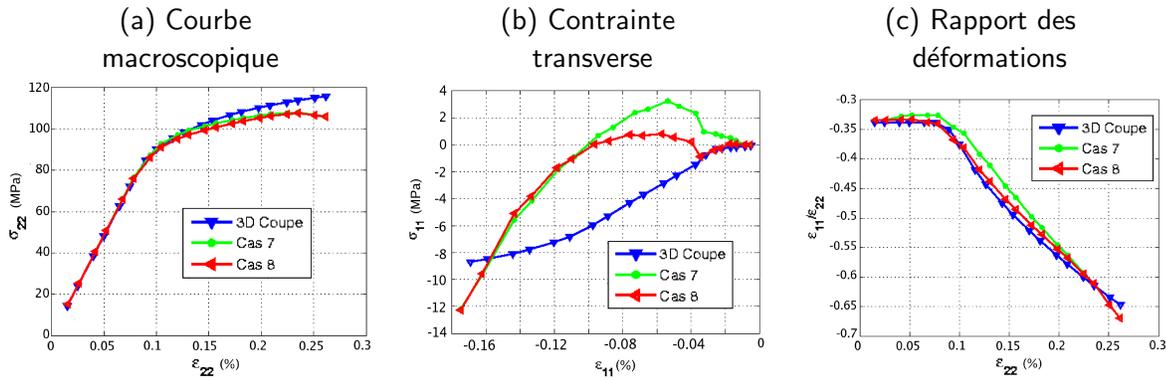


FIG. 5.20 – Déplacements moyens sur le bord droit du maillage lors de l'application de l'évolution correspondant aux cas 7 et 8.

Ces deux derniers calculs prennent en compte l'évolution des résultats obtenus par le calcul sur le cas 2. Bien que donnant une évolution des déplacements dans le sens transverse très proches de ce qui avait été obtenu pour les cas 5 et 6 (fig. 5.20 et 5.18), ces deux derniers calculs semblent meilleurs que les autres lorsque l'on considère les erreurs qui sont



Erreurs moyennes sur chacune des composantes macroscopiques :

$$\Delta_7 = 2,43 \%$$

$$\Delta_8 = 2,96 \%$$

$$\Delta_7 = 164,76 \%$$

$$\Delta_8 = 77,95 \%$$

$$\Delta_7 = 4,39 \%$$

$$\Delta_8 = 2,14 \%$$

FIG. 5.21 – Influence de l'évolution de la composante  $u_1$  des déplacements sur les résultats macroscopiques - Cas 7, 8 sur maillage extrudé (15 éléments dans l'épaisseur).

calculées sur les grandeurs macroscopiques.

Ces résultats donnent donc plusieurs possibilités pouvant être utilisées pour l'application des conditions aux limites en déplacement sur les maillages de microstructures. Il est difficile à ce stade et avec un seul cas traité de choisir l'une ou l'autre de ces variantes. Cependant, nous pouvons exclure d'ores et déjà une évolution linéaire des déplacements dans la direction transverse. Ce fait, qui peut sembler tout à fait logique, n'avait pas été pris en compte dans les travaux précédents [8, 13]. Une évolution bi-linéaire semble un choix plus judicieux mais nécessite de faire un choix sur l'entrée en plasticité macroscopique. Les cas 5 à 8 sont presque tous équivalents en termes d'erreur macroscopique. La plus grande différence se trouve sur la contrainte transverse pour laquelle il existe un écart maximum de 10 MPa, ce qui semble faible. Il est à noter cependant, que bien que l'évolution des déplacements du cas 4 soit plus proche de l'évolution réelle moyenne en raison du au facteur de linéarisation choisi, celle-ci possède les erreurs macroscopiques les plus élevées (en comparaison aux cas 5 à 8). L'utilisation de la valeur moyenne des déplacements n'est donc pas tout à fait adaptée et dans le cas 4, le système est trop contraint. Ces derniers cas peuvent donc être utilisés mais ils nécessitent deux calculs : le premier en n'imposant que les déplacements suivant la direction 2 et le second correspondant au cas considéré.

Une dernière évolution non testée pourrait peut-être donner de meilleurs résultats. Elle consiste à utiliser les évolutions d'un premier calcul qui serait réalisé sur un maillage d'une surface légèrement plus grande avec des conditions aux limites homogènes en déplacements dans la direction 2 et déplacements libres dans la direction 1. L'utilisation des résultats de ce calcul permettrait d'utiliser une évolution prenant en compte la présence des grains voisins de la surface.

#### 5.2.4 Effet de l'épaisseur du maillage sur les résultats

L'étude des conditions aux limites précédentes a été réalisée sur un maillage de la surface extrudée d'une distance équivalente à la moitié de la taille de grain. Cependant, il s'avère

nécessaire de comparer les résultats suivant l'épaisseur utilisée.

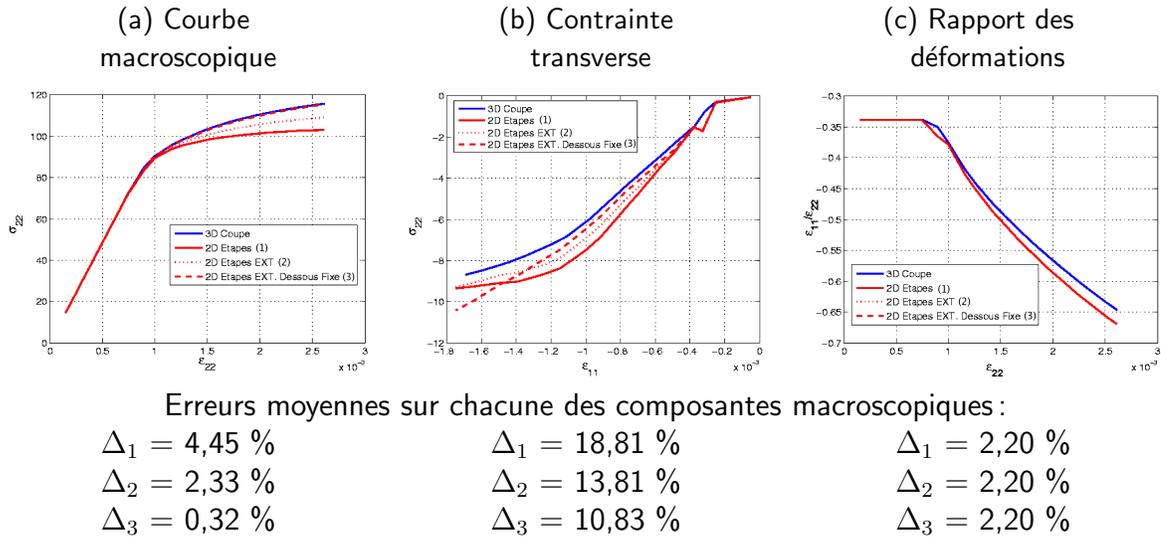


FIG. 5.22 – Effet de l'épaisseur du maillage sur les résultats macroscopiques.

La figure 5.22 compare les résultats macroscopiques en considérant trois épaisseurs différentes : (1) deux éléments dans l'épaisseur, (2) quinze éléments dans l'épaisseur ce qui équivaut à la moitié de la taille de grain environ et (3) quinze éléments avec blocage en  $z$  de l'ensemble des nœuds de la couche inférieure équivalant à une symétrie suivant le plan  $z = z_{inf}$ . L'évolution des conditions aux limites correspond à l'évolution des déplacements telle qu'obtenue par le calcul sur agrégat 3D.

Selon ces résultats, le troisième cas donne des résultats plus proches des résultats *expérimentaux*, notamment sur la courbe macroscopique pour laquelle l'erreur est négligeable. Cependant, il est à noter que les erreurs dues au choix de l'épaisseur du maillage sont négligeables par rapport à l'influence des conditions aux limites. Ainsi, un maillage approprié avec de mauvaises conditions aux limites n'est pas représentatif de l'expérience.

Si on s'intéresse aux champs de déformation surfaciques, comme illustré par la figure 5.23, on s'aperçoit que les déformations des cas (2) et (3) ne sont pas très différentes dans le cas où les conditions aux limites expérimentales sont appliquées aux bords. Ceci est vérifié par les histogrammes de la figure 5.24 où l'on observe plus de points de Gauss avec une erreur supérieure à 20 % dans le cas (3) que dans le cas (2). En revanche, dans le cas de conditions aux limites homogènes, les histogrammes montrent une nette diminution de l'erreur lors de la fixation de la couche inférieure, qui reste cependant nettement supérieure au cas où les conditions aux limites *expérimentales* sont appliquées.

Pour conclure, l'application des conditions aux limites expérimentales permet, dans le cas de maillages de petite taille, de s'affranchir de la connaissance de la microstructure sous la surface car elles intègrent les interactions des grains du volume sur les grains de surface. L'épaisseur optimale semble être (au moins pour ce cas) de l'ordre de la taille des grains avec les faces inférieures et supérieures libres de déplacements en  $z$ . Le problème

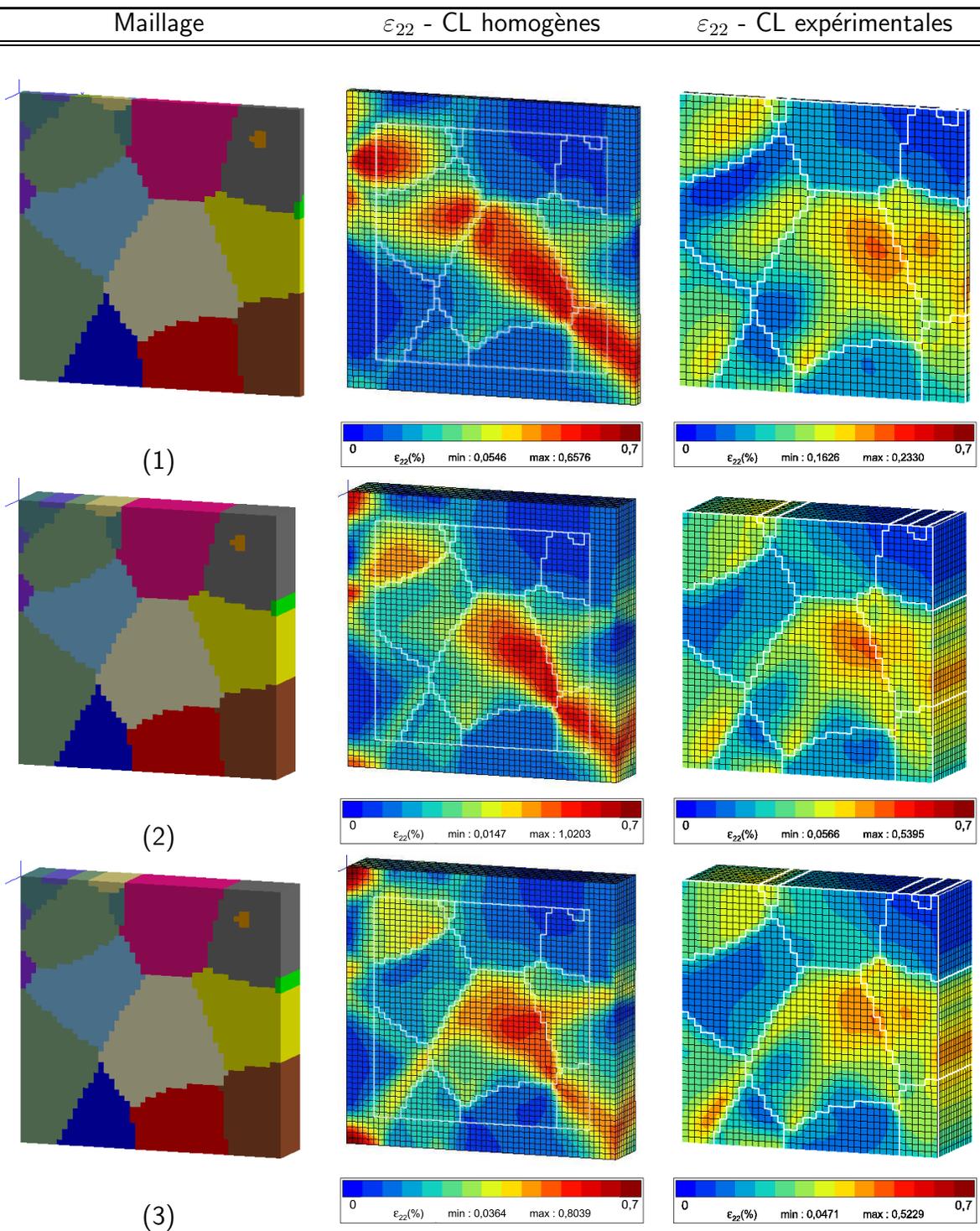


FIG. 5.23 – Influence de l'épaisseur du maillage sur les champs de déformation surfaciques.

le plus crucial vient de l'évolution des conditions aux limites expérimentales au cours de l'essai. Dans le cas où cette évolution ne peut être mesurée, par exemple par des essais sous microscopie optique, l'utilisation de l'évolution de l'histoire des déplacements obtenue après un calcul sans utilisation des déplacements dans la direction transverse semble donner le meilleur des compromis pour la prédiction du comportement macroscopique. Les résultats

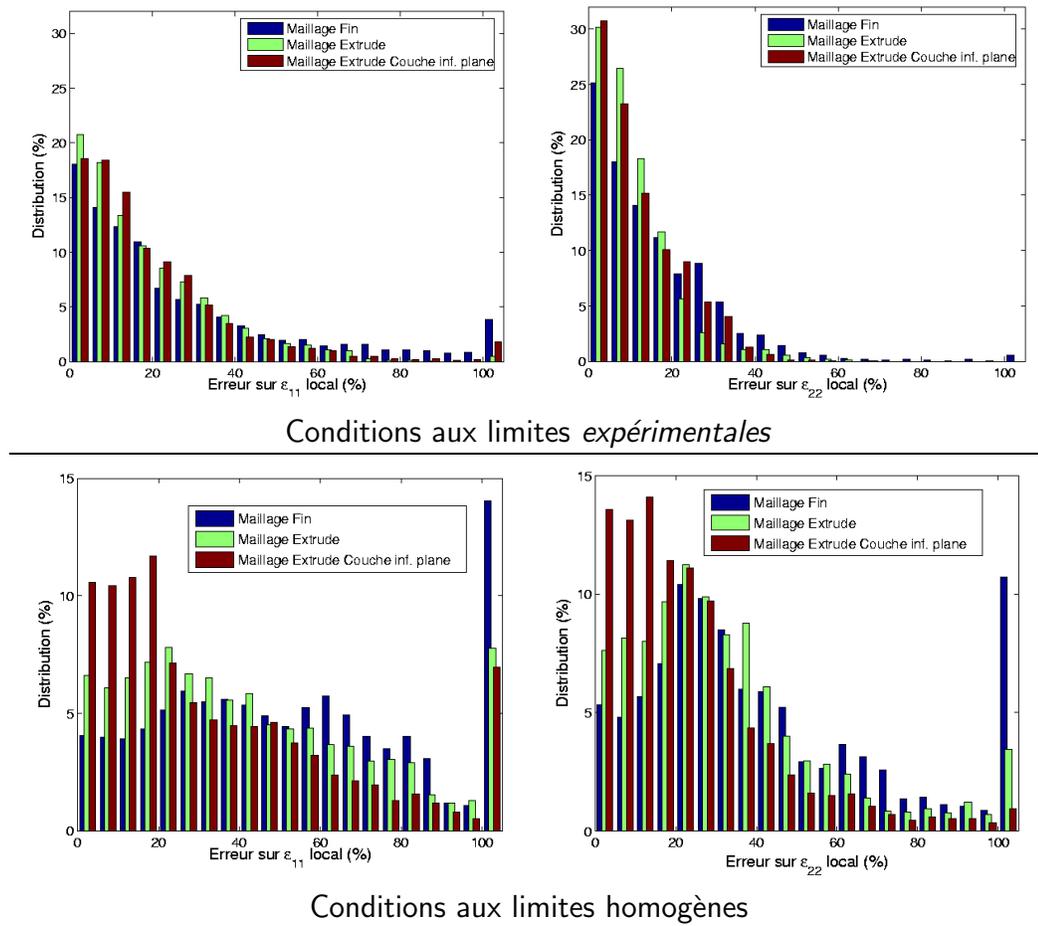


FIG. 5.24 – Influence de l'épaisseur du maillage sur l'erreur sur les déformations locales.

peuvent être améliorés en prenant en compte un facteur de correction qui évolue au cours de l'essai de manière à respecter au mieux le rapport des déformations dans le domaine élastique. Il reste cependant une différence dans l'évolution de la contrainte transverse, dont l'effet sur l'activation des systèmes n'a pas été étudié, mais qui semble négligeable car inférieure à 10 MPa.

### 5.3 Application aux alliages TiAl

Les agrégats 3D utilisés pour l'étude de l'influence de la microstructure sous la surface ont aussi servi pour celle de la déformation des alliages TiAl, avec la loi de comportement mise en place pour les grains monophasés  $\gamma$ . Les mêmes orientations cristallographiques que pour l'étude présentée en figure 5.11 (page 144) sont utilisés et les coefficients de la loi de comportement sont ceux présentés dans le paragraphe 5.1.2. Les champs de déformation obtenus après un chargement moyen de 5 % dans la direction 2 (déplacement imposé) sont présentés sur la figure 5.25.

Comme pour l'étude sur microstructure à maille hexagonale compacte, on observe un effet de la microstructure sous la surface. Les déformations équivalentes pour chaque type de systèmes de glissement sont représentées sur la figure 5.26.

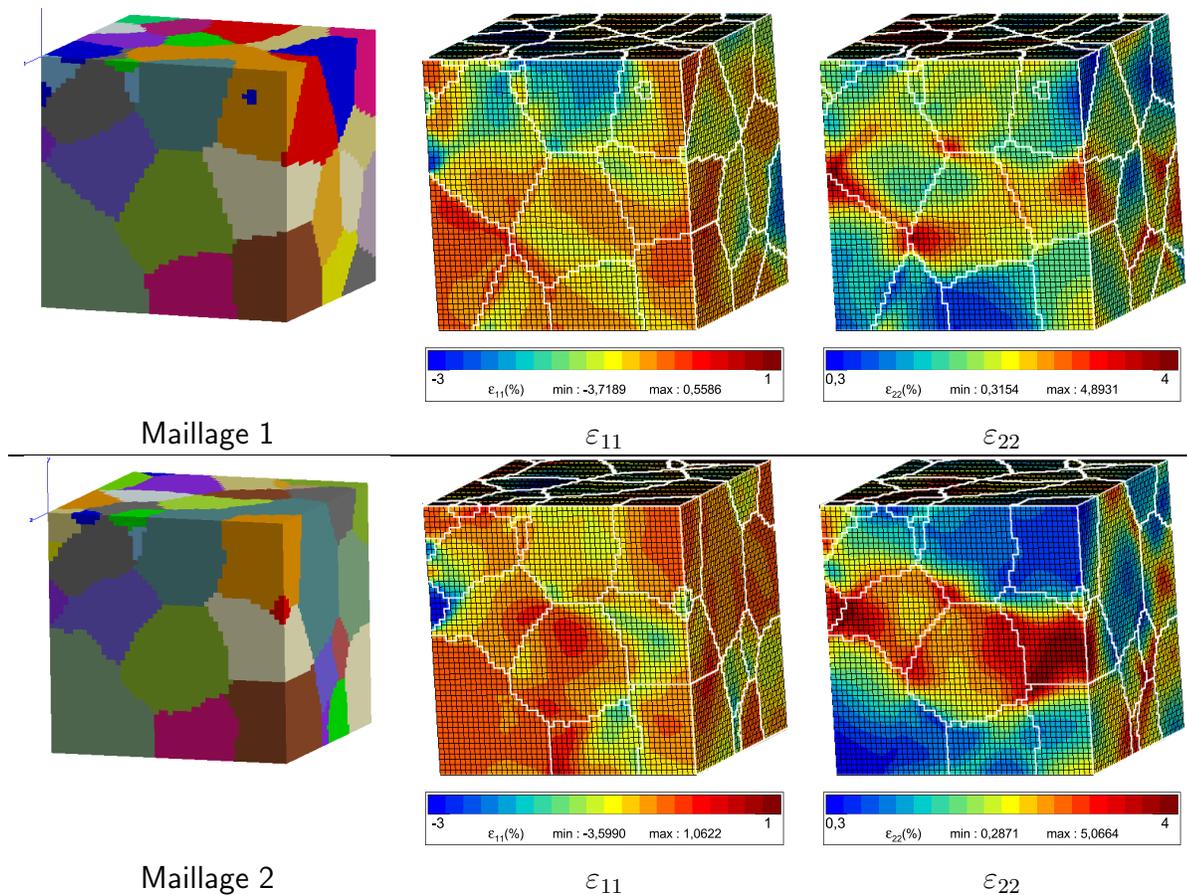


FIG. 5.25 – Influence de la microstructure sous la surface sur les champs de déformation surfaciques - Essai sur microstructure de TiAl - 397953 ddl.

On observe par ce calcul que la microstructure sous la surface modifie l'intensité en surface de la déformation générée par chaque système de glissement mais ne modifie pas leur localisation. Ainsi un grain qui est plus favorable à l'activation du maillage l'est dans les deux cas présentés ici. Ceci s'explique simplement par l'orientation cristallographique du grain, mais indique que l'orientation de la contrainte maximale locale n'est pas modifiée suffisamment pour modifier l'activation des systèmes de glissement. On remarque également qu'avec les paramètres choisis, provenant d'une identification à partir des traces de glissement [8], un seul système de glissement est activé par grain.

La comparaison de la variation du niveau d'activation des différents systèmes de glissement (cf. fig. 5.27) peut être mise en relation avec les résultats obtenus par l'étude de l'émission acoustique lors des essais de compression. Ainsi, alors que l'on s'attend à une activation importante des systèmes de maillage en début de plasticité macroscopique, cette dernière est du même ordre de grandeur que celle des systèmes ordinaires. L'activité de ces deux derniers mécanismes est cependant plus élevée que l'activité des systèmes de superdislocations, en accord avec l'étude bibliographique. Il n'y a pas, avec les coefficients choisis, de diminution de l'activité du maillage comme cela est suggéré par les résultats de l'émission acoustique après l'entrée en plasticité. Ce phénomène peut être dû à l'interaction entre les systèmes non prise en compte ici. Ces résultats montrent qu'il est nécessaire, pour

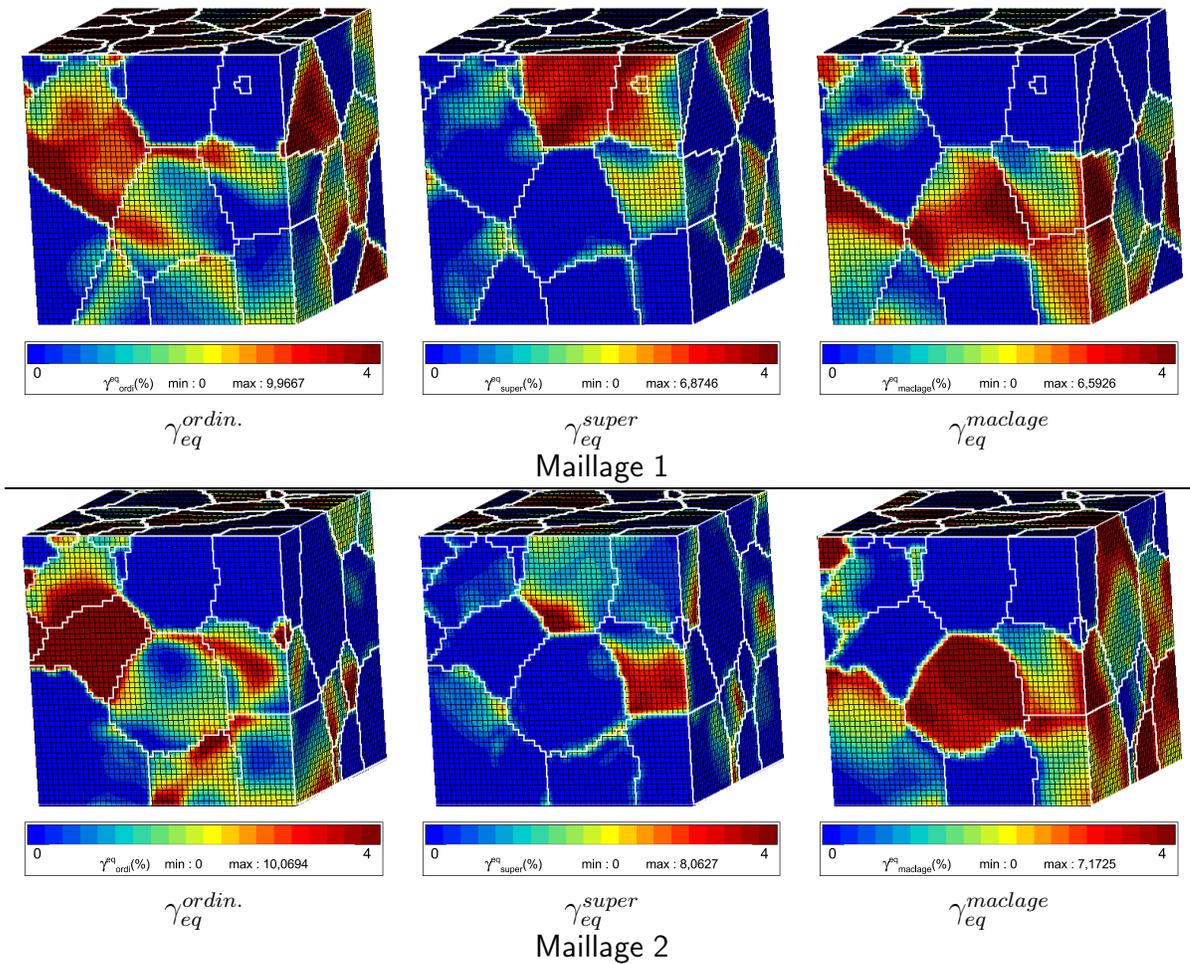


FIG. 5.26 – Influence de la microstructure sous la surface sur l'activation des différents systèmes de glissement de l'alliage TiAl - 397953 ddl.

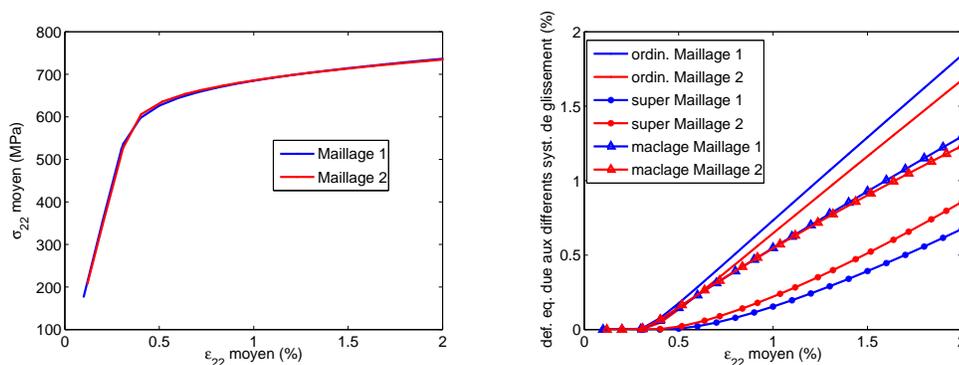


FIG. 5.27 – Comparaison des valeurs moyennes obtenues pour deux calculs sur agrégats de TiAl.

bien représenter les phénomènes observés expérimentalement d'optimiser les coefficients de la loi de comportement et, sans doute, d'introduire des effets d'érouissage particuliers entre maclage et dislocations. C'est ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

## 5.4 Identification des paramètres de la loi de comportement

Les sections précédentes visaient à déterminer si un calcul 3D constitué d'une surface expérimentale extrudée était représentatif d'un agrégat 3D. Les études ont montré que l'utilisation d'un tel maillage, avec l'application des conditions aux limites expérimentales, permet de retrouver les chemins de localisation expérimentaux ainsi que la courbe de comportement. Certains écarts subsistent localement, sur les déformations. Celles-ci seront à mettre en relation avec les incertitudes provenant des mesures de champs par corrélation d'images énumérées lors du chapitre 2. Les incertitudes provenant des mesures ajoutées à celles provenant du maillage extrudé seront à prendre en compte lors de la minimisation de la fonction coût.

L'objectif de cette méthodologie est l'identification des paramètres de la loi de comportement. Ces paramètres sont la cission critique ( $R_0$ ) et le paramètre d'écrouissage ( $H$ ) de chaque système de glissement. Pour la phase  $\gamma$  des alliages TiAl, cela représente donc 6 paramètres à identifier. Dans cette section, après avoir présenté la mise en place de la procédure avec notamment le meilleur choix de la fonction coût et de l'algorithme d'optimisation, la méthodologie sera appliquée à un cas simplifié possédant un seul type de système de glissement.

### 5.4.1 Mise en place de la procédure d'identification

La mise en place de la procédure d'identification consiste à choisir l'algorithme ainsi que la fonction coût, définissant l'erreur entre les résultats expérimentaux et numériques à minimiser, qui soient le mieux appropriés à cette étude. Pour cela, toujours à partir du calcul 3D qui servira de référence, une optimisation est réalisée avec différentes définitions de la fonction coût (minimisation des déformations locales *vs* des déplacements nodaux) de manière à vérifier l'unicité de la solution dans chacun des cas. La minimisation de cette fonction coût permettra d'optimiser les paramètres de cission critique  $\tau_0^s$  et d'écrouissage linéaire  $H^s$  de la loi de comportement cristalline, permettant ainsi de représenter au mieux non seulement le comportement moyen, mais également l'hétérogénéité des déformations à l'échelle microstructurale observée expérimentalement. Une bonne représentation de ces informations nous semble nécessaire si l'on veut avoir accès aux champs de contrainte intragranulaire dans le but de mieux comprendre le phénomène de rupture précoce à l'origine de la faible déformation à rupture des alliages TiAl.

A la suite des paragraphes 3.2, 3.3 et 3.4 qui précèdent, nous avons choisi d'effectuer un calcul comportant 2 éléments dans l'épaisseur et dont les conditions aux limites sont celles issues du calcul 3D (présenté sur le haut de la figure 5.23) pris comme calcul de référence. L'identification est ensuite réalisée en effectuant exactement le même calcul mais en partant d'un jeu de paramètres éloignés de la solution (c'est-à-dire  $R_0 = 40$  MPa et  $H = 50$  MPa). Ce choix a été fait de manière à avoir un maillage peu coûteux en temps de calcul et présentant des conditions aux limites *expérimentales*. L'avantage de prendre pour référence un résultat de calcul est la certitude d'obtenir au moins un jeu de paramètres pour lequel l'erreur est nulle car celui-ci ne possède bien évidemment aucune incertitude expérimentale (voir §3.2.2).

### Choix de l'algorithme de minimisation

L'utilisation d'un algorithme génétique [10] permet de faire un balayage de l'ensemble du domaine défini par le jeu de paramètres à identifier. Avec cet algorithme, le choix du jeu de paramètres est réalisé par *sauts* sur un intervalle donné par l'utilisateur et permet ainsi de s'affranchir du problème de minima locaux. Le principe est le suivant : une population d'un nombre donné de chromosomes est d'abord créée de manière aléatoire. Les chromosomes sont en fait des jeux de valeurs des paramètres à optimiser. Cette population va ensuite évoluer suivant les trois transformations génétiques fondamentales que sont la *reproduction*, le *croisement* et la *mutation*.

Pour cela, deux *chromosomes-parents* sont choisis dans la population. La probabilité qu'un chromosome soit choisi dépend de sa fonction de coût. Plus celle-ci est faible, plus la probabilité est élevée. Un *chromosome-enfant* est ensuite créé. Deux algorithmes existent dans le code pour sa création :

- le croisement prenant en compte la reproduction et le croisement en tant que tel, en générant les allèles (c'est-à-dire paramètres) du chromosome-enfant par interpolation linéaire de ceux des chromosomes-parents ( $x_{\text{enfant}} = \alpha \cdot x_{\text{père}} + (\alpha - 1) \cdot x_{\text{mère}}$ ). Le paramètre d'interpolation  $\alpha$  est choisi aléatoirement.
- la mutation générant aléatoirement les allèles du chromosome-enfant.

La probabilité du choix du mode de génération du chromosome-enfant est de 0,8 % pour le croisement et 0,2 % pour la mutation, celle-ci peut être modifiée. Le chromosome-enfant créé va ensuite remplacer dans la population, le chromosome le plus faible, c'est-à-dire celui dont la fonction coût est la plus élevée.

Cet algorithme génétique prend fin après un certain nombre d'analyses (ou transformations génétiques). L'utilisation de celui-ci permet donc de s'affranchir du problème de minima locaux, cependant, il possède un désavantage : le temps de calcul. Suivant l'intervalle de recherche affecté à chaque paramètre, le nombre de calculs nécessaire pour obtenir le jeu de paramètres optimum peut être élevé.

Par cette méthode, et par la présence de seulement deux paramètres à optimiser dans ce cas-ci, la forme de la surface définie par la fonction coût (ou fonction erreur) peut être visualisée. La fonction coût peut être définie en prenant en compte, en plus de la réponse macroscopique ( $\langle \sigma_{22} \rangle$ ,  $\langle \varepsilon_{22} \rangle$ ) pour les calculs sur des agrégats suffisamment grands, (1) la différence sur les déplacements en chaque nœud de la surface du maillage ou (2) la différence sur les déformations en chaque point de Gauss de la première couche.

Cette prise en compte de l'hétérogénéité des champs en surface peut se réaliser par une différence nœud par nœud (ou point de Gauss par point de Gauss) normée ou non par la valeur moyenne, ou (3) en minimisant l'erreur sur les histogrammes de distribution, ou encore (4) en minimisant l'erreur moyenne par grains. La prise en compte de l'erreur sur les déformations permet d'éviter la prise en compte des mouvements de corps rigides qui, s'ils sont beaucoup plus élevés que les déplacements relatifs, risquent de diminuer leur influence sur la fonction coût. Cependant, les déformations sont calculées avec une base de mesure proportionnelle à la taille de l'élément et si le maillage n'est pas régulier, cette base de mesure varie. Or, l'incertitude sur les déformations dépend de la base de mesure, ainsi, il est nécessaire de prendre en compte cette variation afin de donner par exemple plus de poids aux déformations des éléments de taille plus élevée.

L'utilisation des histogrammes de la distribution des déformations ou de la moyenne des déformations par grains ne permet pas de garantir une bonne localisation de la déformation (c'est-à-dire identique à celle observée expérimentalement). Cependant, ces deux méthodologies permettent de minimiser les incertitudes expérimentales liées aux bruits de mesure et peuvent donc s'avérer plus efficaces.

Dans cette partie, étant donné qu'il n'y a pas de bruit de mesure, seules les méthodes (1) et (2), minimisant une différence point par point, sont étudiées. Dans chaque cas, le principe consiste à minimiser la fonction coût définie de la manière suivante :

$$\mathcal{F}^k = \frac{1}{2} (\underline{f}(\underline{x}^k) - \underline{y})^T \cdot \underline{\underline{W}} \cdot (\underline{f}(\underline{x}^k) - \underline{y}), \quad (5.16)$$

où

- $\underline{x}^k$  représente l'ensemble des valeurs à optimiser, ici ce vecteur est de dimension  $2 \times 1$  et est constitué du paramètre de cission résolue critique  $R_0$  et du paramètre d'écroutissage  $H$  du système prismatique du réseau hexagonal compact (cf. fig. 5.2).
- $\underline{f}(\underline{x}^k)$  est le vecteur des résultats du calcul,
- $\underline{y}$  est le vecteur des résultats expérimentaux et
- $\underline{\underline{W}}$  est la matrice positive des poids affectés à chaque comparaison.

### Déplacements en surface

Pour ce premier cas, la minimisation est réalisée sur la courbe macroscopique ainsi que sur la différence en chaque nœud du maillage du déplacement. Les paramètres de l'équation (5.16) sont donc définis ainsi :

- $\underline{f}(\underline{x}^k)$  et  $\underline{y}$ , de dimension  $(2 \times N_n + 3 \times N_M)$ , avec  $N_n$  le nombre de nœuds en surface et  $N_M$ , un nombre de points régulièrement espacés dans le temps décrivant la variation des paramètres macroscopiques. Ces vecteurs sont composés successivement des déplacements dans les directions horizontale (noté 1 ou  $x$ ) et verticale (noté 2 ou  $y$ ) en chaque nœud, puis des déformations moyennes dans la direction de traction (verticale) et des contraintes moyennes dans les deux directions en chaque pas de temps.
- $\underline{\underline{W}}$  est une matrice diagonale constituée de l'inverse des valeurs moyennes (moyenne des  $u_1$  et  $u_2$  en chaque nœud, moyenne des  $\varepsilon_{22}$ ,  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  au cours du temps), ce qui confère un poids équivalent à chacune des composantes de la fonction coût.

La fonction coût peut donc s'exprimer ainsi :

$$\mathcal{F}^k = \frac{1}{2} \left( \frac{E_{M1}}{A_{M1}^{exp}} + \frac{E_{M2}}{A_{M2}^{exp}} + \frac{E_{M3}}{A_{M3}^{exp}} + \frac{E_{L1}}{A_{L1}^{exp}} + \frac{E_{L2}}{A_{L2}^{exp}} \right) \quad (5.17)$$

où :

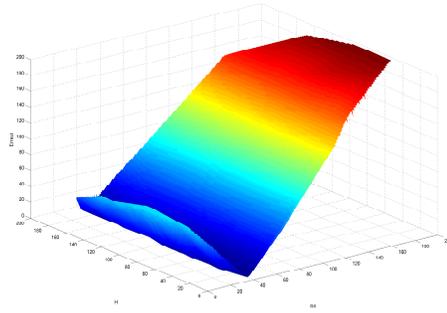
- $E_{M1} = \sum_{i=1}^{i=nb.pas} (\varepsilon_{22}(t_i) - \varepsilon_{22}^{exp}(t_i))^2$
- $E_{M2} = \sum_{i=1}^{i=nb.pas} (\sigma_{11}(t_i) - \sigma_{11}^{exp}(t_i))^2$

$$\begin{aligned}
- E_{M3} &= \sum_{i=1}^{i=nb\_pas} (\sigma_{22}(t_i) - \sigma_{22}^{exp}(t_i))^2 \\
- E_{L1} &= \sum_{i=1}^{nb\_noeuds} (u_1(x_i, y_i) - u_1^{exp}(x_i, y_i))^2 \\
- E_{L2} &= \sum_{i=1}^{nb\_noeuds} (u_2(x_i, y_i) - u_2^{exp}(x_i, y_i))^2 \\
- A_{M1}^{exp} &= \frac{1}{nb\_pas} \sum_{i=1}^{i=nb\_pas} \varepsilon_{22}^{exp}(t_i) \\
- A_{M2}^{exp} &= \frac{1}{nb\_pas} \sum_{i=1}^{i=nb\_pas} \sigma_{11}^{exp}(t_i) \\
- A_{M3}^{exp} &= \frac{1}{nb\_pas} \sum_{i=1}^{i=nb\_pas} \sigma_{22}^{exp}(t_i) \\
- A_{L1}^{exp} &= \frac{1}{nb\_noeuds} \sum_{i=1}^{nb\_noeuds} u_1^{exp}(x_i, y_i) \\
- A_{L2}^{exp} &= \frac{1}{nb\_noeuds} \sum_{i=1}^{nb\_noeuds} u_2^{exp}(x_i, y_i)
\end{aligned}$$

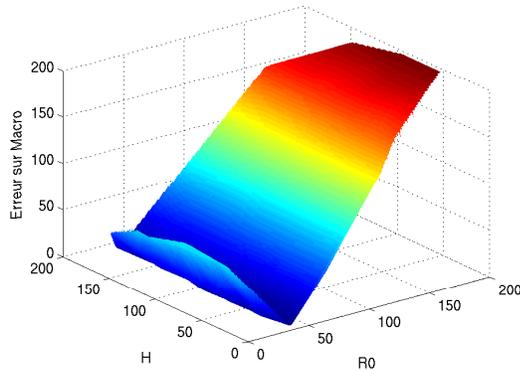
Les résultats de cette optimisation sont représentés sur la figure 5.28. Etant donné que seulement deux paramètres sont à identifier, la surface solution de la fonction coût peut être visualisée sur toute la zone de recherche. Cela permet de connaître l'influence des paramètres sur cette fonction coût. La figure 5.28 montre que l'influence du paramètre  $H$  est négligeable, par rapport au paramètre  $R_0$ . Ceci peut s'expliquer par le fait que ce paramètre est très faible et que le taux de déformation plastique totale n'est que de 0,2 % ; une variation de  $H$  n'a donc que peu d'influence sur le résultat final. L'optimisation sur des résultats obtenus pour une déformation moyenne 20 fois plus élevée montre un paramètre  $H$  un peu mieux défini puisque l'intervalle de  $H$  pour laquelle l'erreur est minimale (environ [30; 50] MPa) est plus petit que l'intervalle précédent (environ [60; 110] MPa). Le minimum donné par la fonction coût est d'ailleurs 46,2 MPa, ce qui est très proche de la solution exacte qui est de 50 MPa.

En ce qui concerne l'influence de chacune des parties (*macroscopique* et *microscopique*) de la fonction coût, on s'aperçoit que l'utilisation de la courbe macroscopique seule ou du champ de déplacement en surface seul pourrait permettre l'identification des coefficients de la loi. Cette information est importante car cela signifie que lors de l'utilisation d'une surface non représentative du comportement global, l'utilisation du seul champ de déplacement peut suffire à obtenir les coefficients de la loi de comportement. Cela signifie également que lors de mesures trop bruitées, l'utilisation de la courbe macroscopique avec un maillage suffisamment grand pour être représentatif du comportement global, pourrait également permettre d'identifier les coefficients (au minimum  $R_0$ ) de la loi de comportement. Cependant, il est nécessaire de rappeler que dans cette étude un seul type de système de glissement a été utilisé (le système prismatique de la maille hexagonale compacte). Ainsi, une variation dans les paramètres de la loi de comportement influence inévitablement la courbe de comportement macroscopique. Cet effet, bien que non vérifié dans d'autres cas (comme l'alliage TiAl), devrait être beaucoup plus négligeable lors de l'utilisation de plusieurs systèmes de glissement et/ou d'agrégats beaucoup plus grands.

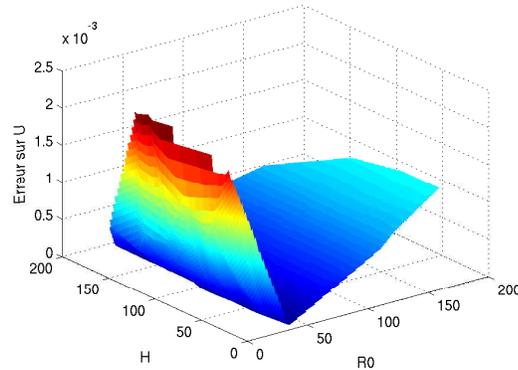
Comme déjà présenté précédemment, les déformations en chaque point de Gauss peuvent être préférées aux déplacements en chaque nœud. Cette étude fait l'objet du paragraphe suivant.



(a) Erreur totale



(b) Erreur sur courbe macroscopique



(c) Erreur sur déplacements

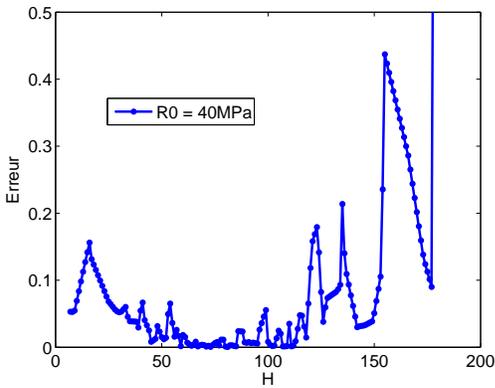
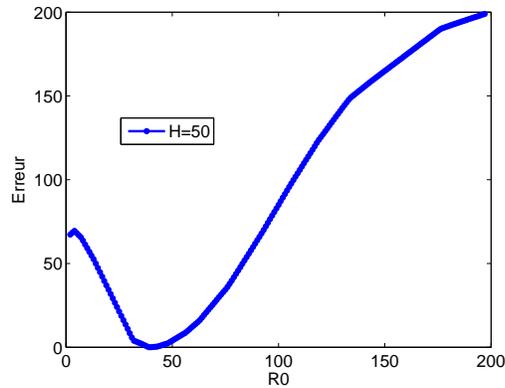
(d) Coupe en  $R_0 = 40$  MPa de (a)(e) Coupe en  $H = 50$  MPa de (a)

FIG. 5.28 – Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déplacements et la courbe macroscopique pour une sollicitation imposée maximale de 0,2 %.

### Déformations en surface

Dans ce cas, les paramètres de l'équation (5.16) sont définis de la même manière que pour l'étude précédente. La seule différence provient du fait qu'au lieu d'utiliser les déplacements en chaque nœud, ce sont les déformations ( $\varepsilon_{11}$  et  $\varepsilon_{22}$ ) en chaque point de Gauss. Les résultats sont présentés par la figure 5.30.

Les résultats sont très similaires aux résultats précédents. Le minimum en  $R_0$  est égal

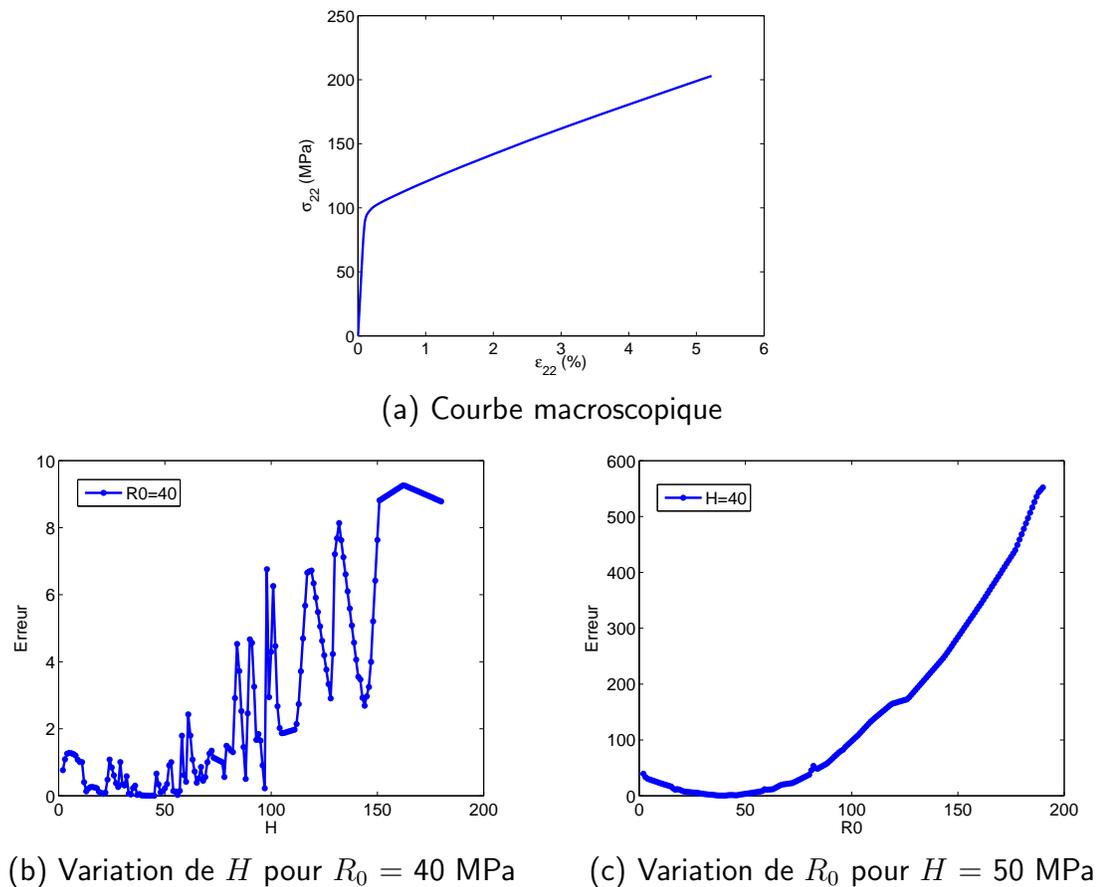


FIG. 5.29 – Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déplacements et la courbe macroscopique pour une sollicitation jusqu'à un taux de déformation égal à 5 %.

à la solution exacte alors que le paramètre  $H$  n'a presque aucune influence sur l'erreur. Cette similarité avec le calcul précédent s'explique par le fait que l'on compare un calcul de surface extrudée avec le résultat d'un calcul sur un même maillage effectué avec les mêmes conditions aux limites. La différence sera certainement plus importante lorsque l'on comparera un calcul de surface extrudée avec le résultat d'un calcul 3D ou des mesures par corrélation d'images.

### 5.4.2 Validation sur un cas simple

Pour valider la méthode d'optimisation, une identification a été menée sur un calcul 3D constitué d'une surface extrudée. Les résultats de ce calcul ont été comparés aux résultats en surface obtenus d'un calcul 3D précédemment réalisé et représenté sur la figure 5.12. Les conditions aux limites utilisées sont celles donnant les meilleurs résultats, c'est à dire, celles obtenues en utilisant le cas 8 décrit lors du paragraphe 5.2.3. Cette étude permet d'étudier la validité ou non d'un maillage à grains extrudés pour l'optimisation des coefficients de la loi de comportement.

La fonction coût utilisée est celle prenant en compte les déplacements en chaque nœud de la surface en plus de la réponse macroscopique. De la même manière que précédemment,

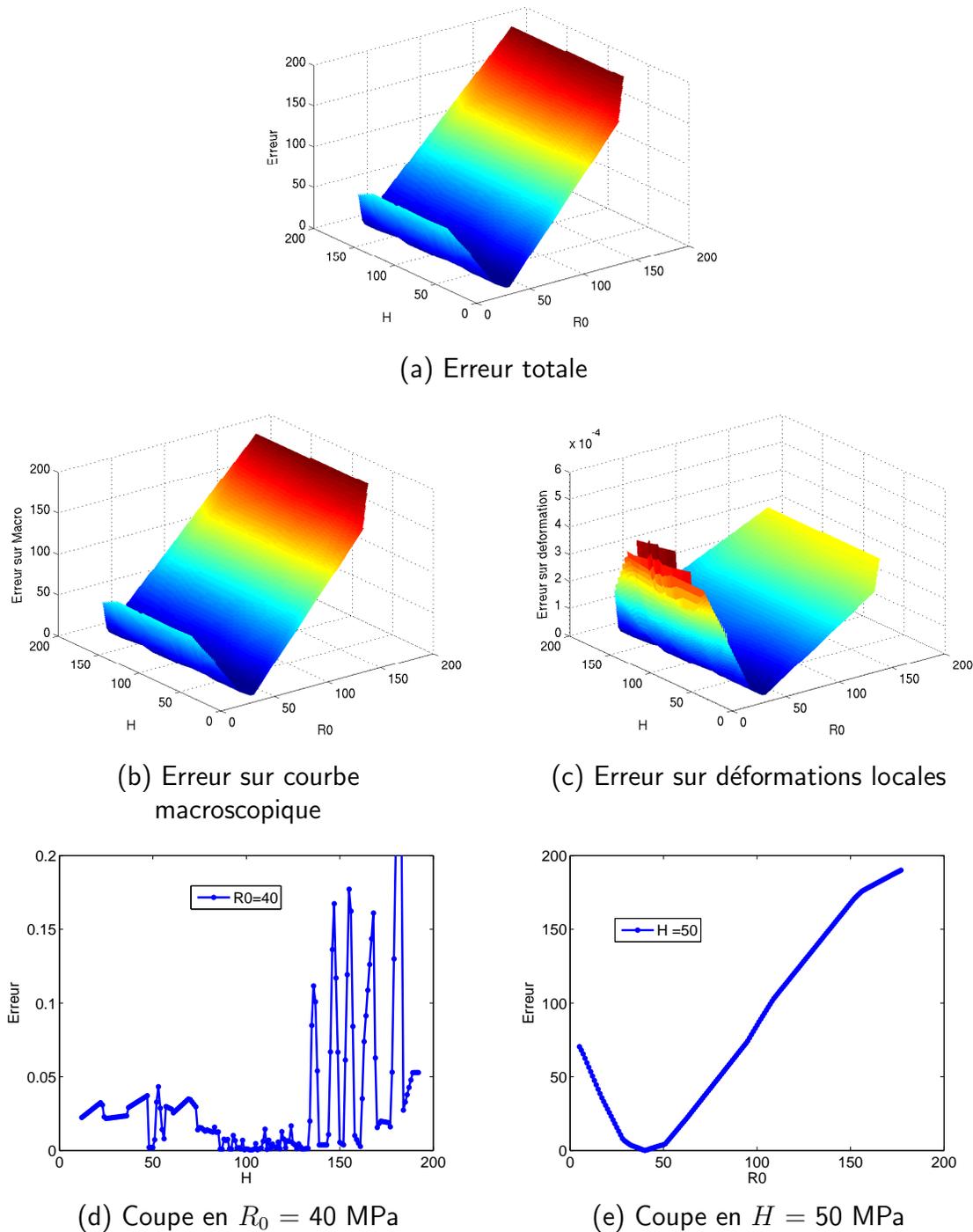


FIG. 5.30 – Fonction coût construite à partir des erreurs sur les déformations et la courbe macroscopique.

l'algorithme génétique a été choisi pour balayer l'ensemble de l'espace des paramètres  $R_0 \in [0; 200]$  et  $H \in [0; 200]$  de manière à obtenir la forme de la fonction coût. Les résultats sont présentés sur la figure 5.31. Les paramètres obtenus pour cette identification sont les suivants:  $R_0 = 42$  MPa,  $H = 182$  MPa (pour des paramètres réels, utilisés dans le calcul

3D, de 40 MPa et 50 MPa respectivement).

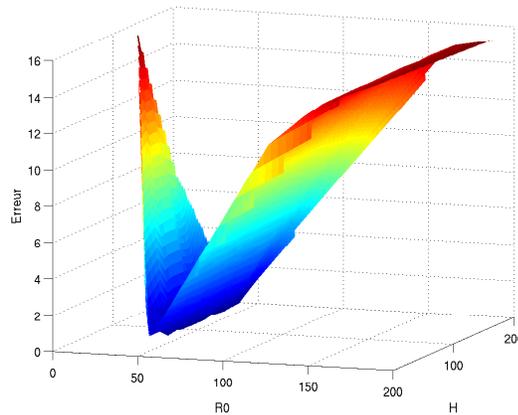


FIG. 5.31 – Variation de la fonction coût lors d’une identification à partir d’un maillage 2D extrudé.

De même que pour les études précédentes, le paramètre  $H$  n’a que peu d’influence sur l’erreur (voir aussi fig. 5.32(a)). En revanche, le paramètre  $R_0$  possède un minimum bien défini comme le montre les figures 5.31 et 5.32(b). Le minimum est atteint pour une valeur de 42 MPa, ce qui est proche de la valeur réelle qui est de 40 MPa.

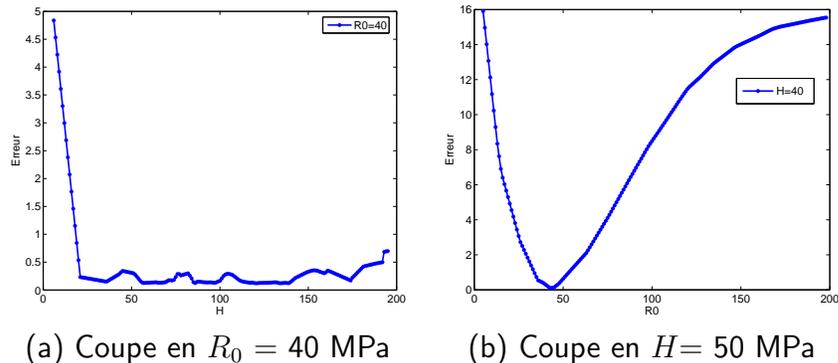


FIG. 5.32 – Variation des paramètres de l’erreur en fonction de la valeur des paramètres  $R_0$  et  $H$ .

Ce calcul montre donc que l’erreur introduite par l’utilisation d’un calcul avec maillage 2D extrudé et des conditions aux limites expérimentales n’empêche pas une identification correcte du paramètre de cisssion résolue critique de la loi de comportement. Il peut donc être utilisé pour ce type d’optimisation.

### 5.4.3 Analyse des résultats

Grâce à cette étude, qui a été rendue possible après la création des programmes de simulations de microstructures en trois dimensions, la validation du maillage de la surface extrudée utilisé a pu être réalisée. Ce maillage semble donc suffisant en vue d’une optimisation des paramètres de la loi de comportement par comparaison avec les résultats

de mesure de champs en surface. Cependant, cela ne permet pas de valider l'ensemble de la méthodologie. En effet, se pose maintenant la question de savoir si l'ensemble des incertitudes expérimentales et numériques évoquées jusqu'à présent n'empêche pas une identification correcte des coefficients. En effet, les bruits inhérents à la mesure n'ont pas été pris en compte lors de cette étude et suivant leur intensité, ceux-ci pourraient rendre impossible la procédure d'identification. Pour cela, il est nécessaire de réaliser une optimisation sur une microstructure réelle et de comparer les résultats simulés avec les résultats des mesures de champs ainsi que les résultats à l'échelle macroscopique.

Une étude de la sensibilité peut toutefois être réalisée en bruitant, par une distribution Gaussienne, de l'équivalent de  $\pm 0,1$  pixel les déplacements de la surface. Ceci permettrait d'avoir une idée de l'influence du bruit de la mesure sur les résultats de l'optimisation. De la même manière les conditions aux limites peuvent être bruitées afin de connaître l'influence de ces dernières sur les champs de déformation.

De nombreuses autres études peuvent être envisagées à la suite de ces résultats. Il serait nécessaire, par exemple, de faire une étude de l'influence des poids choisis afin de sélectionner des valeurs permettant d'optimiser autant sur les résultats microscopiques que sur les résultats macroscopiques. Une étude sur le choix des valeurs locales à comparer (déformations, déplacements, moyennes par grains ou histogrammes de distribution) pourraient également être réalisées.

## 5.5 Etude des limites de ce couplage

Ce couplage a bien évidemment quelques limites et suscite quelques interrogations qui sont évoquées ici.

### 5.5.1 Limites numériques

La première interrogation provient de la loi de comportement. On peut se poser la question de savoir si une loi de comportement aussi simple est suffisante pour représenter les phénomènes que l'on mesure à l'échelle des grains. Ainsi une des premières améliorations qui pourrait être envisagée est l'amélioration de la loi de comportement avec la prise en compte par exemple de la rotation du réseau cristallin et utilisation d'un formalisme en grandes transformations [5].

Une meilleure connaissance de la matrice d'écroutissage est nécessaire également car, ici, pour raison de simplicité, celle-ci a été supposée diagonale, ce qui signifie que l'on néglige l'écroutissage latent. Dans les cas où un seul système de glissement est activé, cela importe peu. Mais dans le cas contraire, il est fortement improbable que cet écroutissage latent soit négligeable.

Nous avons également montré que l'évolution des conditions aux limites avait un effet très important sur la courbe de comportement. Différentes solutions ont été proposées et devront être validées sur d'autres microstructures afin de choisir la plus pertinente. Une autre solution qui pourrait être envisagée est d'utiliser un milieu homogène équivalent à la manière du mésoscope numérique développé par Héraud [11]. Cependant, les déformations locales obtenues pour les grains du bord du maillage polycristallin ne devront pas être prises en compte dans l'identification car elles ne "voient" qu'une interaction moyenne avec

la matrice, sensée représenter l'influence des grains voisins. D'autre part, cette méthode nécessite un nombre de degrés de liberté beaucoup plus élevé que pour un maillage de polycristal seul.

Le paragraphe suivant montre l'effet de l'évolution des conditions aux limites choisies sur les champs de déformation locale.

### **Influence de l'évolution des conditions aux limites sur les déformations locales**

La figure 5.33(a-b) représente la localisation des erreurs sur les déformations locales au sein de la microstructure due à l'utilisation de l'évolution des conditions aux limites de type 8 pour un maillage extrudé de 2 éléments dans l'épaisseur (cf. §5.2.3, page 143). Ces erreurs sont normées et calculées avec l'utilisation de l'équation (5.15) (page 138).

Les écarts sur les déformations sont plus élevées dans la direction transverse (direction 1), direction dans laquelle les évolutions sont approchées, que dans la direction de sollicitation. Elles ne sont pas uniformément réparties dans la microstructure et sont plutôt localisées aux endroits de plus faibles déformations, ce qui peut être un effet de l'utilisation d'écarts normés. Lorsque l'on compare les histogrammes de distribution de ces erreurs sur les déformations avec ceux obtenus en utilisant l'évolution *réelle* (telle qu'obtenue par le calcul sur agrégat 3D) des conditions aux limites, on s'aperçoit qu'environ deux fois plus de points ont une erreur inférieure à 10 % dans le cas des conditions aux limites *réelles*. Comparée aux histogrammes des distributions des erreurs dues à une modification de l'épaisseur du maillage, l'erreur obtenue par le choix de ce type de conditions aux limites génère une erreur beaucoup plus importante.

### **Effet de la taille de la zone maillée sur l'applicabilité de la méthodologie**

Pour cette étude, un maillage de  $100 \times 100 \times 50$  pixels (ou éléments à intégration linéaire) a été réalisé. La microstructure maillée possède 1000 grains et est représentée sur la figure 5.34.

Ce maillage permet de retrouver des bandes de localisation de la déformation comme cela est observé expérimentalement par microextensométrie (cf. §4.2.5). Plusieurs tailles de surface ont ensuite été extraites de la microstructure initiale afin de tester l'influence des conditions aux limites sur la taille de la zone étudiée et vérifier ainsi l'applicabilité de la méthode. Les résultats sont présentés sur la figure 5.35

Ces résultats montrent que plus la zone maillée est grande, plus l'hétérogénéité des déformations du grain central, par exemple, s'éloigne de celle du maillage de la microstructure 3D théorique. Cependant, le schéma de localisation de la déformation est toujours le même au sein de la microstructure. Doumalin et al. [7] ont montré que la longueur des bandes de localisation de la déformation était de l'ordre de 5 à 10 fois la taille moyenne des grains. Cela indique donc que pour avoir une zone indépendante des conditions aux limites, la zone étudiée doit être d'une taille supérieure à 5 à 10 fois la taille de grains. En dessous de cette taille, il est nécessaire d'appliquer des conditions aux limites réalistes si l'on veut comparer les résultats du calcul aux résultats expérimentaux. Le dernier maillage étudié, possédant environ 5 grains dans la largeur est à la limite. Il serait nécessaire de réaliser des maillages de surfaces encore plus grandes pour voir cette indépendance des conditions aux limites.

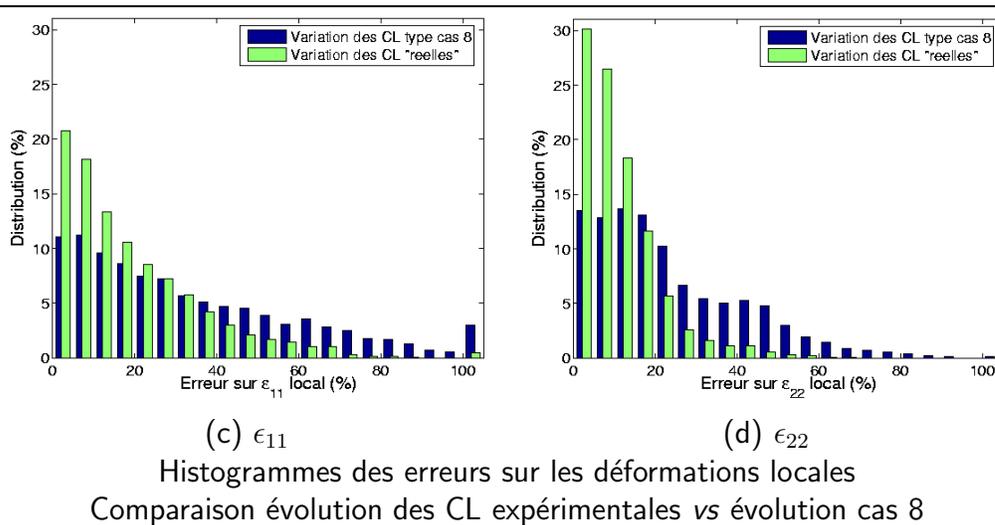
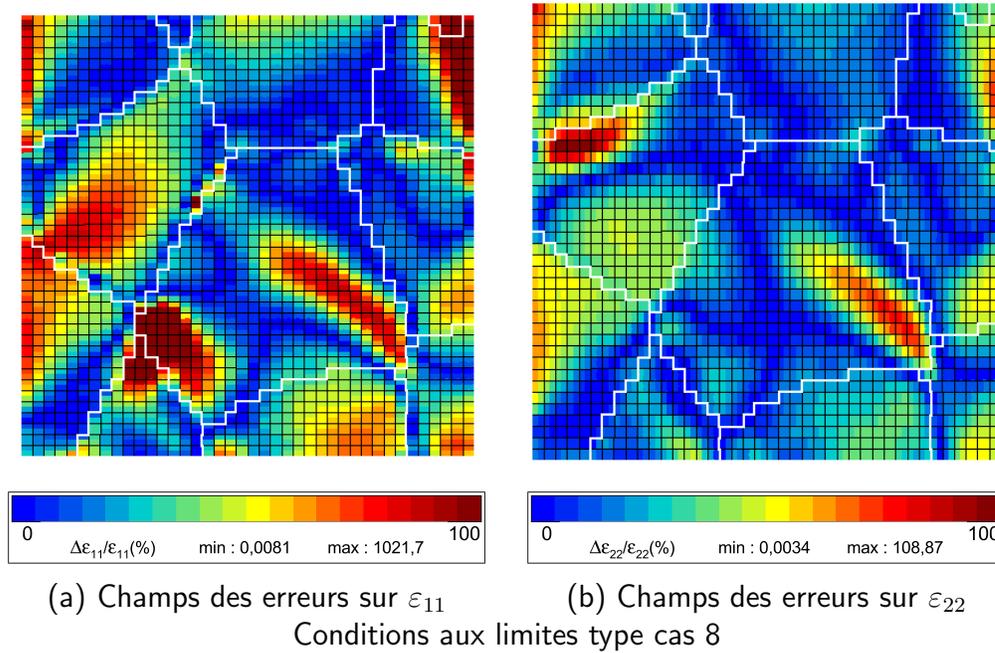


FIG. 5.33 – Influence de l'évolution des conditions aux limites sur l'erreur sur les déformations locales

### 5.5.2 Limites expérimentales

Les limites expérimentales ont été énumérées et classées lors du chapitre 3. La plupart des incertitudes expérimentales ne peuvent pas être résolues car elles dépendent du matériel utilisé. Il a été montré, dans ce chapitre, que la valeur la plus importante de l'incertitude provenait de la superposition entre les joints de grains et les résultats de la corrélation d'images. Cette incertitude provient toujours des moyens expérimentaux et notamment de la forte distorsion des images EBSD provenant de la nécessité de positionner l'échantillon à  $70^\circ$  par rapport à la direction du faisceau afin d'optimiser les conditions de diffraction.

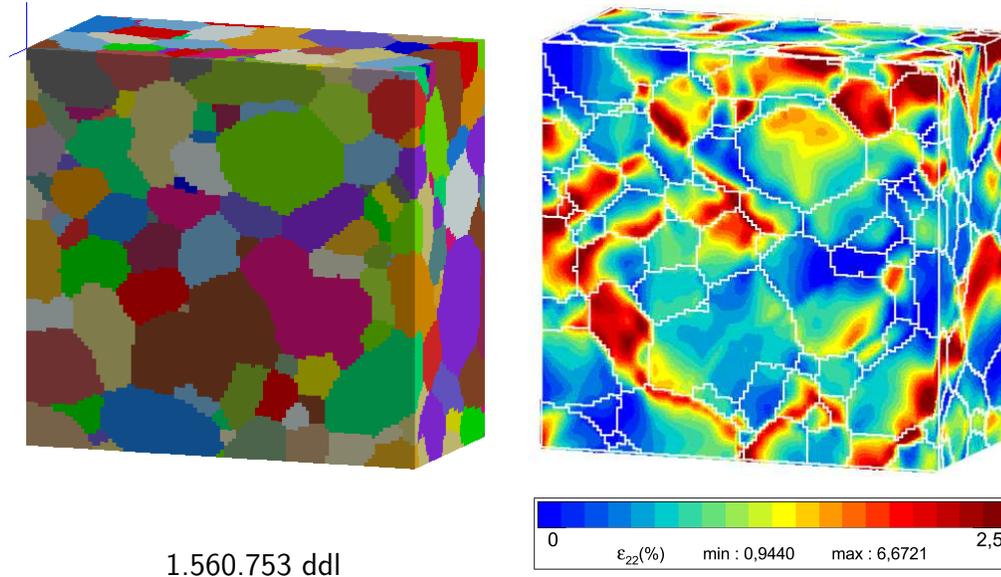


FIG. 5.34 – Maillage de dimension  $100 \times 100 \times 50$  éléments - 1000 grains - calcul parallèle.

Cette incertitude peut toutefois être minimisée en améliorant la fonction de transformation utilisée pour le passage repère EBSD  $\rightarrow$  repère *grille* en prenant en compte le quatrième plot d'or, par exemple.

Cette étude numérique a ainsi permis de réaliser une pré-validation de la méthodologie mise en place et de nombreuses perspectives s'ouvrent à la suite de celle-ci. L'utilisation des expériences virtuelles pourront permettre, en complexifiant peu à peu le problème (ajout de plus de systèmes de glissement, prise en compte de l'incertitude expérimentale, ...) d'aller jusqu'à la validation complète de la méthodologie et d'identifier les éventuelles limites. Cela permettra également de mettre en place une procédure d'identification par la validation d'une fonction coût et du choix de l'algorithme de minimisation optimum. A la suite de l'ensemble de ces études, l'utilisation de la méthodologie sur des cas réels pourra être effectuée avec confiance.

Le chapitre suivant vise à étudier l'applicabilité de cette même méthodologie à l'étude de la fissuration.

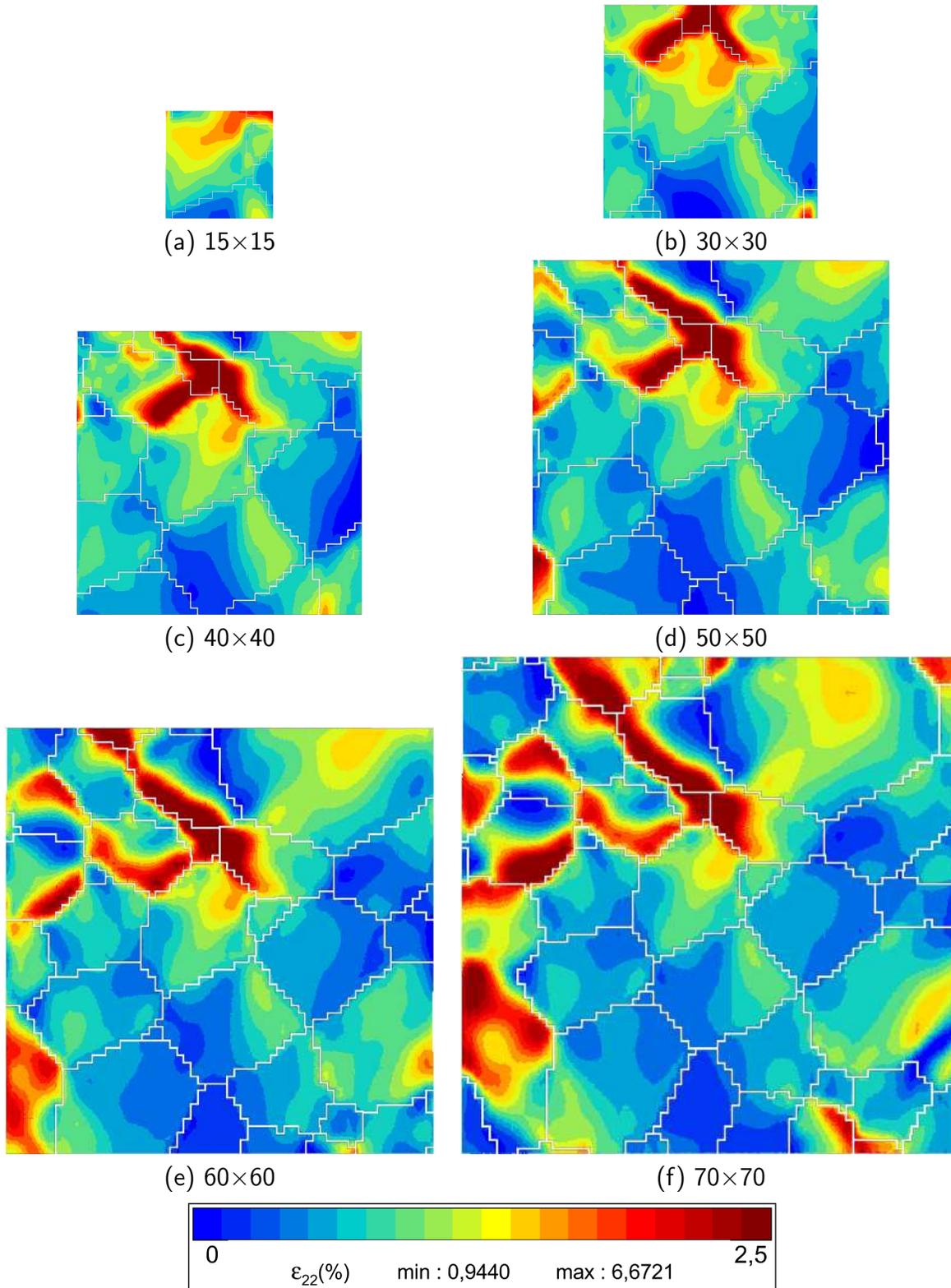


FIG. 5.35 – Déformations longitudinales dans le cas de calcul de microstructures 2D extrudées de 15 éléments avec application des conditions aux limites *réelles* et évolution temporelle telle qu'obtenue par le calcul 3D associé.

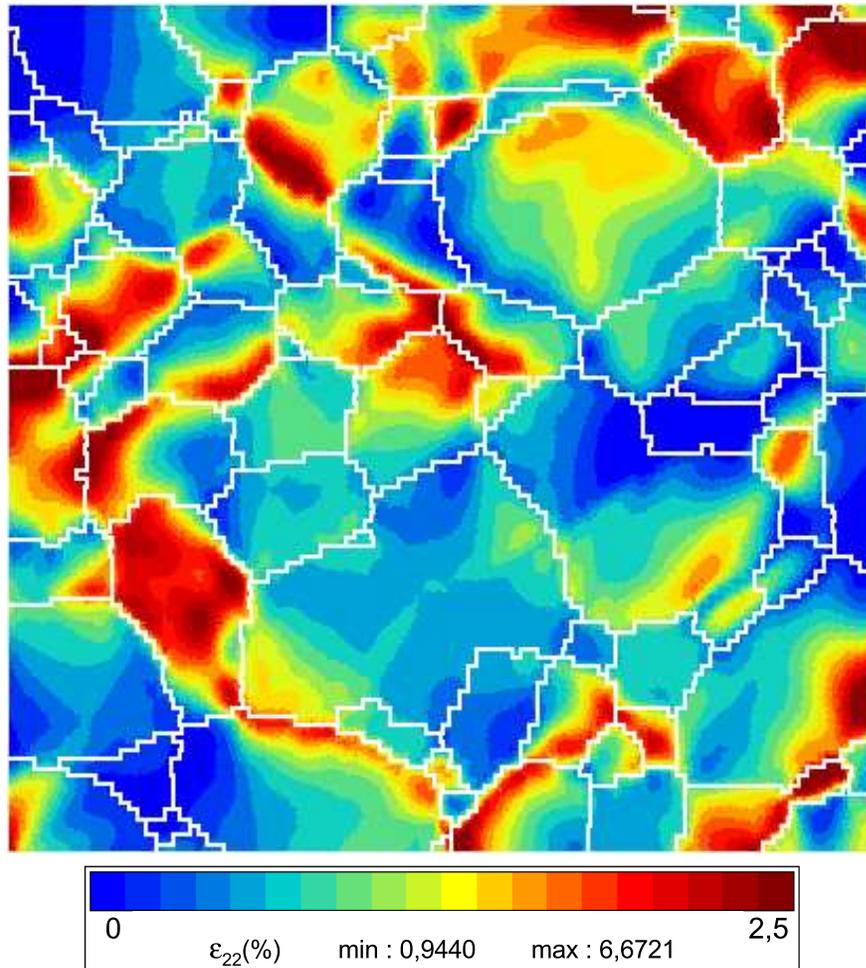


FIG. 5.36 – Deformations longitudinales  $\varepsilon_{22}$  en surface de la microstructure

# Bibliographie

- [1] R. Brenner, J.L. Bechade, O. Castelnau, and B. Bacroix. Thermal creep of Zr-Nb1%-O alloys: experimental analysis and micromechanical modelling. J. of Nuclear Mater., 305: 175–186, 2002.
- [2] R.A. Brockman. Analysis of elastic-plastic deformation in TiAl polycrystals. Int. J. Plast., 19: 1749–1772, 2003.
- [3] G. Cailletaud. Une approche micromécanique du comportement des polycristaux. Rev. Phys. App., 23: 353–363, 1988.
- [4] G. Cailletaud, S. Forest, D. Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury, and S. Quilici. Some elements of microstructural mechanics. Comp. Mat. Sc., 27: 351–374, 2003.
- [5] M. Dexet. Méthode de couplage expérimentations-simulations numériques en vue de l'identification de loi de comportement cristalline. application aux alliages de zirconium. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2006.
- [6] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier, and G. Cailletaud. Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity - Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. Int. J. Plast., 21: 691–722, 2005.
- [7] P. Doumalin, M. Bornert, and J. Crépin. Characterisation of the strain distribution in heterogeneous materials. Mecan. Ind., 4: 607–617, 2003.
- [8] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l'alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [9] L. Gélébart, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, and A. Zaoui. Lamellar grains distribution and plastic strain heterogeneities in TiAl cast samples. Experiments and modelling. Mat. Techn., 1-2: 69–76, 2004.
- [10] D. Goldberg. Algorithmes génétiques. 1994.
- [11] S. Héraud. Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 1998.
- [12] E. Héripré, J Crépin, A. Roos, L. Gélébart, and J.-L. Chaboche. Parameter identification of a crystallographic constitutive law using local strain fields. SEM X International Congress, Costa Mesa, USA, 2004.
- [13] T. Hoc, J. Crépin, L. Gélébart, and A. Zaoui. A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals. Acta Mater., 51: 5477–5488, 2004.
- [14] X. H. Lin, Y. L. Kang, Q. H. Qin, and D. H. Fu. Identification of interfacial parameters in a particle reinforced metal matrix composite Al606110%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by hybrid method and genetic algorithm. Comp. Mat. Sc., 32: 47–56, 2005.

- [15] W.T. Marketz, F.D. Fischer, and H. Clemens. Deformation mechanisms in TiAl intermetallics – experiments and modeling. Int. J. Plast., 19: 281–321, 2003.
- [16] A. Roos, J.-L. Chaboche, L. Gélébart, and J. Crépin. Multiscale modelling of titanium aluminides. Int. J. Plast., 20: 811–830, 2004.
- [17] E. Soppa, P. Doumalin, P. Binkele, T. Wiesendanger, M. Bornert, and S. Schmauder. Experimental and numerical characterisation of in-plane deformation in two-phase materials. Comp. Mater. Sc., 21: 261–275, 2001.
- [18] L. St-Pierre. Etude de l’influence de la troisième dimension sur les déformations surfaciques des matériaux métalliques. Projet de Fin d’Etudes, EPF, France, 2005.
- [19] K. Tanaka, K. Okamoto, H. Inui, Y. Minonishi, M. Yamaguchi, and M. Koiwa. Elastic constants and their temperature dependence of the intermetallic compound  $Ti_3Al$ . Phil. Mag. A, 73 (5): 1475–1488, 1996.
- [20] A. Zeghadi. Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d’agrégats polycristallins. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, France, 2005.

# Chapitre 6

## Application de la méthodologie à l'étude de la fissuration

---

L'application du couplage entre mesures multi-échelles et calculs polycristallins a montré sa potentialité pour l'étude de la plasticité des matériaux métalliques. Une étude de faisabilité a donc été lancée pour l'application de cette même méthodologie à l'analyse de l'initiation et de la propagation des fissures au sein des microstructures polycristallines.

Après une revue bibliographique de quelques critères d'amorçage et de propagation de la fissure au sein des différentes microstructures de TiAl, les résultats des essais de flexion 4 points réalisés sous MEB sont présentés. La dernière partie concerne des simulations numériques effectuées sur des microstructures de type PST afin d'analyser la potentialité de l'utilisation des éléments cohésifs pour la modélisation de la propagation des fissures dans les microstructures lamellaires.

---

### 6.1 Bibliographie

Cette revue bibliographique s'attache à décrire l'amorçage et la propagation de fissures à température ambiante et à l'échelle de la microstructure. Ainsi, nous mettrons en avant dans cette partie, les travaux visant à déterminer des critères locaux d'amorçage et de propagation des fissures au sein des grains  $\gamma$  ainsi que des grains lamellaires.

#### 6.1.1 Influence de la microstructure sur l'amorçage et la propagation des fissures

##### **Amorçage des fissures dans les microstructures lamellaires et quasi lamellaires**

Contrairement aux hautes températures (et notamment à 800 °C) où l'on observe essentiellement de la décohésion aux joints de grains, Chan et al. [9] observent à 25 °C sur un alliage Ti-47Al-2,6Nb-2(V+Cr) à microstructure quasi lamellaire (taille de grain : 1,6  $\mu\text{m}$ , épaisseur des lamelles : 1  $\mu\text{m}$ ) non seulement des microfissures aux joints des grains  $\gamma$ , aux

jointes des grains lamellaires et aux joints entre grain  $\gamma$  et grain lamellaire, mais également aux interfaces entre lamelles. Après rupture, l'analyse fractographique révèle aussi bien du clivage que des facettes de rupture intergranulaire pour les grains  $\gamma$  de chacune des microstructures. En ce qui concerne les grains lamellaires, de la propagation intralamellaire est visible ainsi que du délaminage des interfaces lamellaires, majoritairement aux interfaces  $\gamma/\gamma$ .

Zheng et al. [34] observent sur des alliages de composition Ti-46,5Al-2Cr-1,5Nb-1V entièrement lamellaires, avec un espacement interlamellaire compris entre 0,85 et 0,9  $\mu\text{m}$  et une taille de grain comprise entre 450  $\mu\text{m}$  et 1950  $\mu\text{m}$ , beaucoup de microfissures, essentiellement dans les grains bien orientés, c'est-à-dire proches de 45 ° par rapport à l'axe de traction. Plus la taille de grains est élevée, plus il y a de microfissures. Elles apparaissent essentiellement le long des lamelles de  $\alpha_2$ . Des traces de maclage dans les lamelles de  $\gamma$  sont également observées sur la surface de rupture.

Le scénario d'initiation des fissures proposé par Zheng [34] est représenté sur la figure 6.1. Les macles ou dislocations des systèmes de glissement activés, débouchent aux interfaces avec les lamelles  $\alpha_2$  et créent, localement, des concentrations de contraintes élevées qui génèrent à leur tour, une initiation de fissure à cette interface.

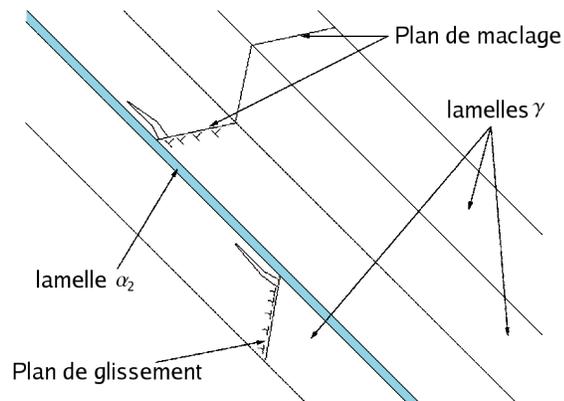


FIG. 6.1 – Schéma du scénario d'initiation des fissures dans les grains lamellaires selon Stroh (1955) repris par Zheng [34].

Ce scénario semble contredit par les essais *in-situ* sur le même type de microstructures de Chen et al. [12] pour lesquels aucune trace de glissement n'est observée avant l'initiation de la fissure. Cependant, les travaux de Lu et al. [20] montrent que les mécanismes à l'origine de l'apparition des fissures dépendent fortement de l'orientation des lamelles par rapport à la direction de sollicitation. Ces derniers observent, par analyse sous MET, le scénario de Zheng et al. [34] (figure 6.1) mais pas exclusivement aux interfaces  $\alpha_2 / \gamma$ , puisque la majorité des microfissures est observée à l'intérieur des lamelles  $\gamma$  aux interfaces entre variants.

### **Amorçage des fissures dans les microstructures quasi monophasées $\gamma$ et duplex**

Simkin et al. [25] et Bieler et al. [6] étudient l'amorçage des fissures dans une microstructure duplex d'un alliage Ti-48Al-2Cr-2Nb avec 15 % vol. de phase lamellaire et un

espacement interlamellaire “assez élevé”. Les auteurs se concentrent sur l’amorçage de microfissures aux joints de grains  $\gamma - \gamma$  (qu’ils associent à l’intersection du joint avec une macule de la même manière que Zheng et al. [34]) ainsi qu’à la propagation des fissures aux joints. Pour prédire l’apparition de l’endommagement aux joints de grains, le paramètre suivant est utilisé :

$$F_t = m_{tw} \frac{|\vec{b}_{tw} \cdot \vec{t}|}{\cos \theta} \sum_{ord=1}^4 |\vec{b}_{tw} \cdot \vec{b}_{ord}| \quad (6.1)$$

où :

- $m_{tw}$  est le facteur de Schmid du système de maclage le plus susceptible d’être activé,
- $\vec{b}_{tw}$  est le vecteur de Burgers du système de maclage correspondant au facteur de Schmid le plus élevé ( $m_{tw}$ ),
- $\vec{t}$  est le vecteur représentatif de la direction de traction macroscopique,
- $\vec{b}_{ord}$  est le vecteur de Burgers des dislocations ordinaires,
- $\theta$  est l’angle de “désorientation” du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation macroscopique comme représenté par la figure 6.2.

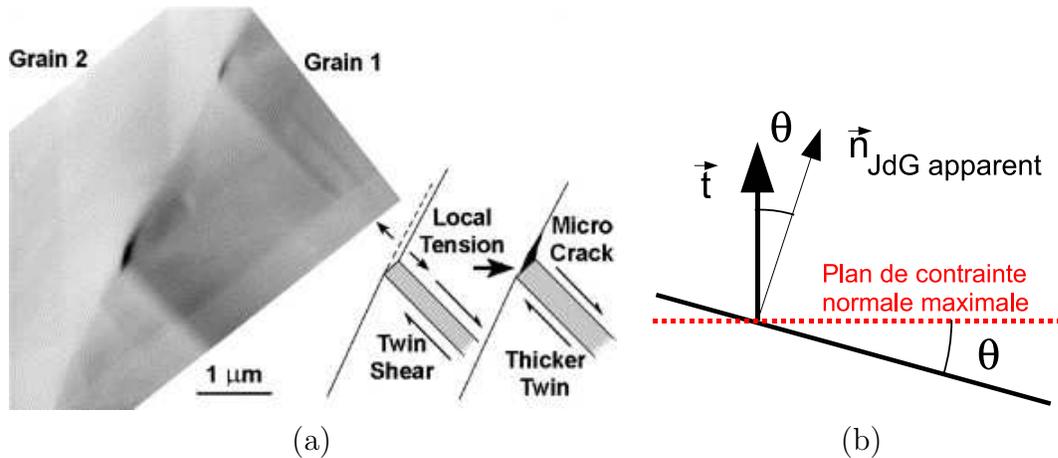


FIG. 6.2 – (a) Initiation d’une microfissure aux joints de grains  $\gamma$ - $\gamma$ . (b) Géométrie d’un joint de grain avec  $\theta$  l’angle de désorientation par rapport à la direction de traction [6].

Ce facteur a été calculé pour 11 joints de grains non fissurés ( $F_{ti}$ ) et 11 joints de grains fissurés ( $F_{tc}$ ) et les valeurs obtenues sont les suivantes [6] :

- $F_{tc} = 1,198$  en moyenne avec min : 0,931 - max : 1,465
- $F_{ti} = 0,875$  en moyenne avec min : 0,628 - max : 1,123

Ces résultats montrent que le facteur semble être relativement efficace pour la prédiction de l’amorçage des fissures aux joints des grains  $\gamma$ . Le recouvrement entre les deux intervalles peut être associé à l’effet de la microstructure sous la surface non pris en compte dans ce critère ou encore au fait que les systèmes de déformation du grain adjacent ne sont pas pris en compte. La supposition d’une contrainte uniaxiale homogène pour le calcul des facteurs de Schmid est également une hypothèse restrictive et l’utilisation des champs de contrainte obtenus par un calcul par éléments finis pourrait améliorer les prédictions d’activation des systèmes de glissement et améliorer ainsi la précision du facteur de propagation.

### Propagation des fissures dans la microstructure lamellaire

Chan et al. [10] observent, à température ambiante, la propagation des fissures au sein de microstructures lamellaires (Ti-46,8Al-2,3Nb-1,6Cr-0,9V) possédant des épaisseurs de lamelles comprises entre 2,2 et 4,8  $\mu\text{m}$  et des grains de 540 à 1175  $\mu\text{m}$ . Dans tous les cas, le mode de fissuration est identique et consiste en la formation de microfissures interlamellaires au devant de la fissure principale créant ainsi des ligaments de matière, prompts à être cisailés avant de se rompre. Des microfissures intralamellaires ont également été observées à des interfaces  $\alpha_2/\gamma$ , et semblent provenir de la décohésion le long des lignes de glissement et/ou de macles.

Les résultats des essais de traction monotone sur éprouvettes préfissurées montrent que la ténacité ( $K_{IC}$ ) ainsi que la valeur seuil ( $K_s$ ) à partir de laquelle il y a propagation de la fissure augmentent avec l'inverse de la racine carrée de l'épaisseur de lamelle ( $\lambda^{-1/2}$ ). Il ne semble pas y avoir de relation similaire avec la taille des grains lamellaires.

Dans un article précédent de Chan [8], la ténacité ( $K_{IC}$ ) d'un matériau lamellaire précédant des ligaments a été évaluée de la manière suivante :

$$K_{IC} = K_{IC}^m \left\{ (1 - \nu_l) + \nu_l \Gamma_l \frac{l}{D} \left[ 1 + \frac{L}{l} \tan \phi \right] \right\}^{1/2} \quad (6.2)$$

où

- $K_{IC}^m$  est une constante assimilée à la ténacité de la matrice (p.ex. :  $K_{IC}^m = 16 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ),
- $\nu_l$  est la fraction volumique de ligament (c'est-à-dire le rapport entre la largeur totale des ligaments et la longueur de la fissure),
- $l$  est la taille moyenne de ces ligaments,
- $L$  est la taille projetée, suivant la direction de la fissure initiale, de la longueur de fissure,
- $L/l$  correspond au rapport de la longueur de la fissure projetée sur la largeur totale des ligaments,
- $D$  est la taille des grains lamellaires,
- $\phi$  est l'angle de déflexion de la fissure par rapport à la fissure initiale. (cf. fig. 6.3)

$\Gamma_l$  est un paramètre sans dimension représentant le rapport de l'énergie nécessaire à la rupture du ligament sur celle de la matrice :

$$\Gamma_l = \frac{E \tau_l \gamma_l^* D}{(1 - \nu^2) (K_{IC}^m)^2} \quad (6.3)$$

où

- $\tau_l$  et  $\gamma_l^*$  sont les contraintes et déformations de cisaillement dans les ligaments (p.ex. pour les conditions de chargement de Chan et al. [10] :  $\tau_l = 220 \text{ MPa}$  et  $\gamma_l^* = 0,4$ ),
- $\nu$  est le coefficient de Poisson (p.ex. :  $\nu = 0,33$ ) et
- $E$ , le module d'Young du matériau (p.ex. :  $E = 77 \text{ GPa}$ ).

Cette relation de  $K_{IC}$  (eq. 6.2), indépendante de la taille de grains<sup>1</sup>, prédit correctement les résultats expérimentaux sur le graphique  $K_{IC}$  en fonction de la taille des colonies

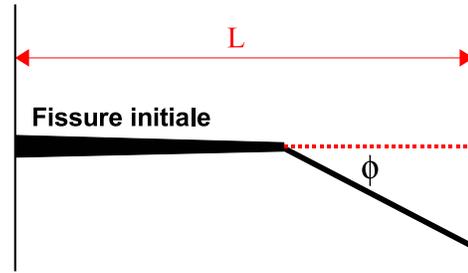


FIG. 6.3 – Schématisation des paramètres utilisés par Chan [8].

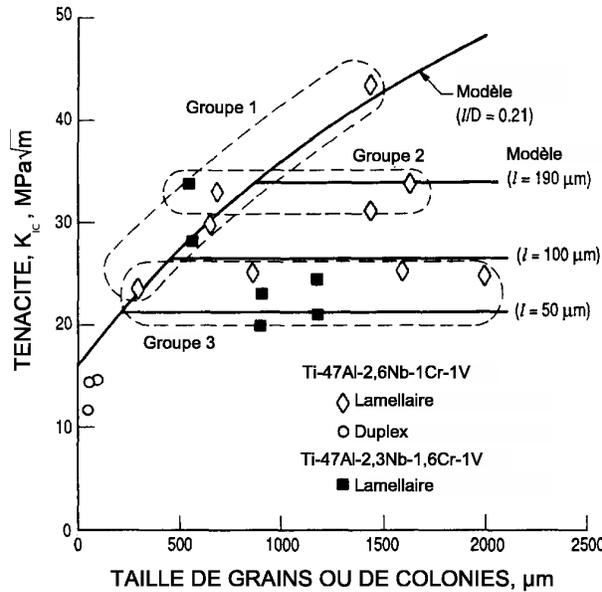


FIG. 6.4 – Variation de la ténacité en fonction de la taille des colonies lamellaires. Vérification du modèle de Chan [10].

lamellaires (cf. fig. 6.4).

Cette expression ne permet toutefois pas d'établir un critère de rupture local mais elle peut permettre de comprendre le lien entre la texture morphologique du polycristal lamellaire et la rupture de l'éprouvette.

### Propagation des fissures dans la microstructure monophasée gamma

Bieler et al. [6] énoncent également un paramètre de propagation des fissures d'un grain monophasé  $\gamma$  A vers un grain B en prenant en compte les mécanismes de déformation et notamment le rôle du maillage comme mécanisme d'accommodation de la déformation :

$$F_{A \rightarrow B} = m_{Atw} |\vec{b}_{Atw} \cdot \vec{t}| \times \left( \sum_{Bord=1}^2 |\vec{b}_{Atw} \cdot \vec{b}_{Bord}| + \sum_{Btw=1}^4 |\vec{b}_{Atw} \cdot \vec{b}_{Btw}|_{if > 0} \right) \quad (6.4)$$

1. Le paramètre  $D$  disparaît en remplaçant  $\Gamma_l$  par sa relation établie à l'équation (6.3)

où les paramètres ont la même signification que dans l'équation (6.1), excepté  $m_{Atw}$ , qui correspond au facteur de Schmid maximum pour le maclage dans le grain A.

Yoo et al. [33] ont étudié l'énergie théorique de clivage des composants TiAl et Ti<sub>3</sub>Al par un modèle de zones cohésives (bilinéaire, cf. figure 6.5) basé sur des notions de cristallographie.

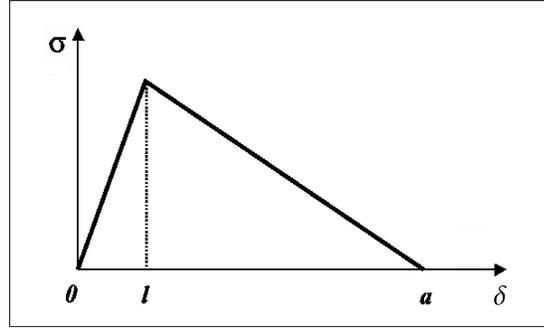


FIG. 6.5 – Modèle de zone cohésive pour l'étude du clivage des grains monophasés  $\gamma$  et  $\alpha_2$  basé sur des notions de cristallographie [33].

Ils obtiennent la relation suivante entre  $\sigma$  et  $\delta$  (la force de cohésion inter-atomique et la distance entre atome resp.) :

$$\sigma = C \frac{1}{D} \delta \quad \text{pour } 0 \leq \delta \leq l, \quad (6.5)$$

$$\sigma = C \frac{1}{D} \left( \frac{l}{a-l} \right) (a - \delta) \quad \text{pour } l < \delta \leq a, \quad (6.6)$$

$$\sigma = 0 \quad \text{pour } \delta > a. \quad (6.7)$$

avec :

- $a$ (nm), la distance maximale au-delà de laquelle la force de cohésion atomique est négligeable et
- $D$ (nm), un facteur d'échelle relié à la non-linéarité de  $\sigma(\delta)$ ,
- $C$ (GPa), la constante d'élasticité dans la direction de traction,
- $l$ (nm), la distance inter-atomique pour laquelle la force de cohésion est maximale.

Il en découle la relation suivante pour l'énergie de clivage :

$$G_c = \frac{Cl}{2} \frac{a}{D} \quad (6.8)$$

Les valeurs obtenues pour TiAl et Ti<sub>3</sub>Al sont répertoriées dans le tableau 6.1.

La majorité des relations évoquées dans cette partie ont été obtenues à partir de résultats et observations expérimentales. Il s'avère maintenant intéressant d'utiliser ces relations pour établir des critères d'amorçage et de propagation à intégrer dans les calculs par éléments finis, de manière à vérifier la validité de ces relations par comparaison des résultats numériques avec les réponses expérimentales. La section suivante présente les moyens mis en oeuvre par différents auteurs pour essayer de simuler la propagation des fissures dans les microstructures des alliages TiAl.

| Alliage            | plan ( $hkl$ ) | $G_c$ (J/m <sup>2</sup> ) | $C$ (GPa) | $l^2/D$ (10 <sup>2</sup> nm) |
|--------------------|----------------|---------------------------|-----------|------------------------------|
| TiAl               | (200)          | 4,6                       | 188       | 0,900                        |
|                    | (002)          | 5,6                       | 190       | 1,084                        |
|                    | (110)          | 5,3                       | 243       | 0,802                        |
|                    | (111)          | 4,5                       | 283       | 0,585                        |
| Ti <sub>3</sub> Al | (002)          | 4,8                       | 238       | 0,742                        |

TAB. 6.1 – Valeurs de l'énergie de clivage pour différents plans ( $hkl$ ) des alliages TiAl et Ti<sub>3</sub>Al [33].

### 6.1.2 Simulations numériques par éléments finis

De nombreux auteurs se sont intéressés à la modélisation pour la prédiction de la propagation des fissures dans les microstructures de polycristaux [15, 16, 18, 26]. En ce qui concerne les alliages TiAl, les calculs par éléments finis pour l'étude de la fissuration à l'échelle cristalline ont été réalisés essentiellement sur cristaux PST, ou encore sur des polycristaux entièrement lamellaires. Quelques études intéressantes sont présentées ci-après. Nous nous sommes attachés principalement à la présentation des études utilisant des éléments de zone cohésive pour la modélisation de la propagation de fissure, car il s'agit de la méthode que nous souhaitons utiliser.

#### Présentation des modèles de zones cohésives

Pour modéliser l'initiation et la propagation des fissures, des éléments cohésifs sont insérés dans le maillage le long des lamelles. Ces éléments sont souvent utilisés pour la modélisation du délaminage, de la décohésion ou plus généralement de l'initiation des fissures et de leur propagation [1]. Dans tous les modèles, le comportement de cette interface est décrit par deux paramètres : la contrainte de cohésion  $\sigma_0$  au-delà de laquelle, il y a endommagement de l'interface et l'énergie de cohésion  $\Gamma_0$  définie par l'aire sous la courbe  $\sigma - \delta$  définissant le comportement de l'interface. Différents types de lois peuvent être utilisés [1] (cf. figure 6.6):

- bilinéaire comme proposé par Hilleborg et al. [17] et Crisfield et al. [21],
- linéaire parabolique proposé par Allix et al. [2],
- exponentiel par Needleman [22] et Chandra et al. [11],
- trapezoïdal par Tvergaard et al. [27, 28].

#### Simulation de la fissuration des cristaux PST

Cornec et al. [13, 30] étudient la fissuration trans-lamellaire (TL) (ou intra-lamellaire) et inter-lamellaire (IL) de cristaux PST de manière à identifier les paramètres d'un modèle cohésif. Le modèle utilisé est de type trapezoïdal comme celui de Tvergaard et al. [27, 28] (fig. 6.6) nécessitant deux paramètres :  $\sigma_0$  la contrainte de cohésion et  $\Gamma_0 = \int \sigma(\delta)d\delta$ , l'énergie de cohésion avec  $\delta$  la séparation des deux lèvres de la fissure. Les résultats de cette identification sont répertoriés dans le tableau 6.2. Le même couplage a été réalisé sur des polycristaux à grains lamellaires, dans le cas de fissuration TL. Les paramètres obtenus

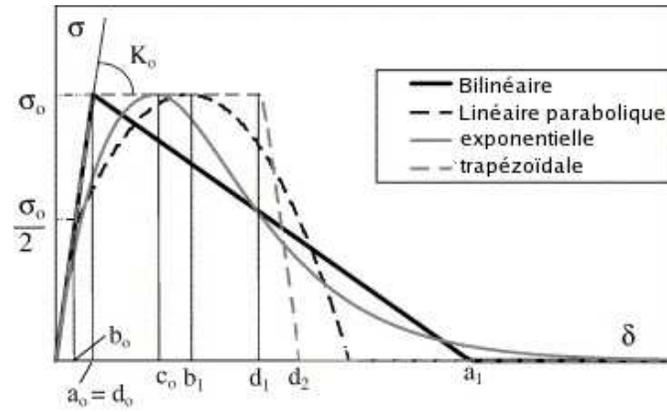


FIG. 6.6 – Quatre exemples de lois d'interface possibles [1].

sont égaux à  $\sigma_0=780$  MPa et  $\Gamma_0=1560$  J/m<sup>2</sup>. Cependant, les calculs ont été réalisés en 2D et les effets en pointe de fissure dans l'épaisseur ne sont donc pas pris en compte.

| Type de fissuration | $\sigma_0$ (MPa) | $\Gamma_0$ (J/m <sup>2</sup> ) |
|---------------------|------------------|--------------------------------|
| TL                  | 600              | 7000-8000                      |
| IL                  | $\geq 100$       | 50-100                         |

TAB. 6.2 – Paramètres cohésifs identifiés sur cristaux PST [13].

### Simulation de la propagation de fissures dans les microstructures lamellaires

Xuan et al. [31] utilisent également un modèle à zones cohésives pour l'étude de la fissuration dans des matériaux lamellaires. Le modèle est exponentiel comme introduit par Needleman [22] (cf. fig. 6.6) et est décrit par :

$$\sigma_n(\delta_n, \delta_t) = -\frac{\Gamma_n}{c_{0,n}} \frac{\delta_n}{c_{0,n}} \exp\left(-\frac{\delta_n}{c_{0,n}}\right) \exp\left(-\frac{\delta_t^2}{c_{0,t}^2}\right) \quad (6.9)$$

$$\sigma_t(\delta_n, \delta_t) = -\frac{\Gamma_n}{c_{0,n}} \frac{\delta_t}{c_{0,t}} \left(\frac{2c_{0,n}}{c_{0,t}}\right) \left[1 + \frac{\delta_n}{c_{0,n}}\right] \exp\left(-\frac{\delta_n}{c_{0,n}}\right) \exp\left(-\frac{\delta_t^2}{c_{0,t}^2}\right) \quad (6.10)$$

avec  $\sigma$  et  $c_0$  les force de cohésion et déplacement des lèvres de la fissure dans les directions normale ( $n$ ) ou tangentielle ( $t$ ) à l'interface,  $\Gamma$  l'énergie de cohésion et  $c$ , le déplacement pour la valeur maximale de  $\sigma$ . Pour les simulations effectuées, les simplifications suivantes ont été établies :  $\Gamma_n = \Gamma_t = \Gamma$  et  $c_{0,n} = c_{0,t} = c_0$ . Ainsi  $\sigma_{0,t} = \sqrt{2e}\sigma_{0,n}$  ( $e$  étant le nombre exponentiel). Deux types d'éléments sont intégrés dans le maillage :

- des éléments "tenaces" tels que  $\Gamma = 6523,9$  J/m<sup>2</sup> et  $\sigma_{0,n} = 4$  GPa
- des plans à faible tenacité tels que  $271,83 \leq \Gamma \leq 4349,28$  J/m<sup>2</sup> et  $\sigma_{0,n} = 2$  GPa.

Ces calculs, menés sur un bicristal dont les grains lamellaires sont désorientés de 45 ° l'un par rapport à l'autre, permettent de mettre en évidence l'augmentation de la ténacité du matériau en fonction de l'emplacement des plans de faible tenacité par rapport à la fissure

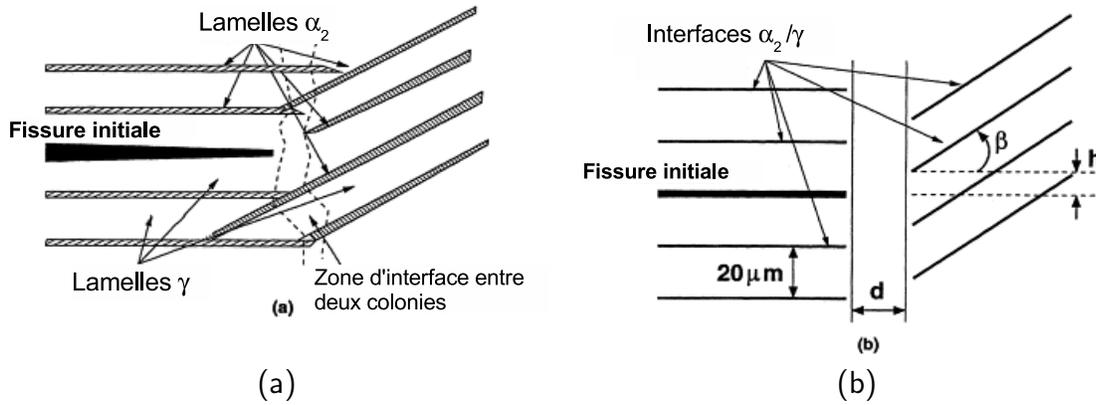


FIG. 6.7 – Représentation d’une interface entre colonies lamellaires (a) observée expérimentalement (b) telle que décrite par le modèle [4].

initiale.

Arata et al. [4, 3] ont également modélisé l’initiation et la propagation des fissures dans des solides lamellaires à l’aide d’éléments cohésifs. Les lois utilisées dans [3] sont les mêmes que celles utilisées par Xuan et al. [31]. Les valeurs des paramètres du modèle cohésif adoptées sont présentées dans le tableau 6.3 [3].

|   | $\alpha_2 + \text{interfaces } \alpha_2/\gamma$ | $\gamma$                                | joints des grains lamellaires         |
|---|---|---|---------------------------------------|
| $\Gamma = \Gamma_n = \Gamma_t$          | 407,75 J/m <sup>2</sup><br>(= 0,4 N/mm)         | 6523,9 J/m <sup>2</sup><br>(= 6,5 N/mm) | 2548 J/m <sup>2</sup><br>(= 2,5 N/mm) |
| $\sigma_{0,n} = \sigma_{0,t}/\sqrt{2}e$ | 1 GPa   | 4 GPa                                   | 2,5 GPa                               |
| $c_0 = c_{0,n} = c_{0,t}$               | 0,15 $\mu\text{m}$                              | 0,60 $\mu\text{m}$                      | 0,375 $\mu\text{m}$                   |

TAB. 6.3 – Paramètres du modèle de zone cohésive adoptés par Arata et al. [3].

Dans ces modèles, il est considéré que la fissure se propage suivant les interfaces  $\alpha_2/\gamma$  ou à l’intérieur des lamelles de  $\alpha_2$ . L’article [4] considère un comportement élastique du TiAl avec les valeurs suivantes:  $E = 180$  GPa,  $\nu = 0,3$  et  $\rho = 4000$  kg/m<sup>3</sup> alors que l’article [3] utilise une loi élasto-visco-plastique à écrouissage isotrope avec pour limite élastique initiale  $R_0 = 850$  MPa. Des calculs sur bicristaux PST sont effectués avec différentes valeurs de l’angle de désorientation  $\beta$  (cf. fig 6.7). Dans tous les cas, la fissure située dans le premier grain est arrêtée par le joint de grain et une deuxième fissure apparaît dans le grain voisin. Une étude de l’influence de l’épaisseur  $d$  de l’élément situé entre les deux grains représentant l’épaisseur du joint de grain lamellaire (cf. fig. 6.7) est effectué et il apparaît que la valeur de  $K$  nécessaire à l’apparition de la deuxième fissure est très sensible à la désorientation  $\beta$  pour des petites valeurs de  $d$ , et augmente avec la valeur de  $d$ . Pour des grandes valeurs de  $d$ ,  $K$  devient insensible à l’angle de désorientation  $\beta$ .

Les valeurs des énergies de cohésion des lois de comportement utilisées par les auteurs sur les cristaux PST ou les microstructures lamellaires sont dans les mêmes échelles (entre 6000 et 8000 J/m<sup>2</sup> pour la propagation intralamellaire et entre 50 et 500 J/m<sup>2</sup> pour la propagation aux interfaces entre lamelles). Cependant, bien que les paramètres de Cornec et al. [13, 30] aient été identifiés sur les courbes de comportement des cristaux PST, ceux choisis par Arata et al. [4, 3] ont simplement été choisis de manière à donner des valeurs de ténacités réalistes.

### 6.1.3 Couplage expériences / calculs par éléments finis et identification

L'étude de Lin et al. [19] s'apparente à la procédure souhaitée pour cette étude pour l'identification des paramètres du modèle de zone cohésive. Les auteurs comparent les résultats de calculs par éléments finis sur une microstructure de composite à matrice métallique avec les résultats expérimentaux de mesures de champs de déplacement par corrélation d'images à l'échelle de la microstructure. L'objectif est d'identifier les coefficients de la loi de comportement (de type exponentiel) de l'élément cohésif ( $\sigma_{t,max}$ ,  $\delta_t$ ,  $\sigma_{n,max}$  et  $\delta_n$ ) en minimisant l'écart entre les résultats de décohésion expérimentaux aux résultats numériques. La fonction coût  $\Phi$  (à maximiser) utilisée pour cela est :

$$\Phi = \sum_{i=1}^{nb\_interfaces} \Delta[n_i, \bar{n}_i] + \Delta[t_i, \bar{t}_i] \quad (6.11)$$

les paramètres  $n_i$  et  $t_i$  sont égaux à 0 si l'interface  $i$  est rompue en traction ou en cisaillement respectivement et égaux à 1 sinon ( $\bar{n}_i$ ,  $\bar{t}_i$  sont les valeurs expérimentales). La fonction  $\Delta[i, j]$  est égale à 1 si  $i = j$  et 0 sinon.

Les résultats expérimentaux issus de la littérature permettent de mieux comprendre, grâce à des analyses aux MEB et MET, les scénarios de fissuration des différentes microstructures et de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de l'endommagement. A partir de ces observations, des critères d'initiation et de propagation des fissures ont été établis pour les grains monophasés  $\gamma$  et lamellaires, soit à l'échelle locale, soit à une échelle plus globale dans le cas des microstructures lamellaires. L'ensemble de ces observations n'a que très peu été confronté à des calculs par éléments finis. Les éléments cohésifs semblent être un moyen intéressant pour la modélisation de l'initiation et de la propagation au sein des microstructures et cette méthode a été appliquée, à notre connaissance et sur les alliages TiAl, uniquement sur les microstructures lamellaires ne comportant que peu de grains. Le couplage mis en place pour l'étude de la plasticité (cf. chap. 3) pourrait maintenant être utilisé pour l'étude de la fissuration et la minimisation de l'écart entre les résultats numériques et expérimentaux permettrait d'optimiser les coefficients de la loi de comportement des éléments cohésifs. Les études expérimentales déterminent l'emplacement approprié des éléments au sein de la microstructure afin de représenter correctement les résultats de propagation. Les sections suivantes présentent les montages mis en place pour l'étude de la propagation des fissures dans les différentes microstructures ainsi que des premiers calculs de propagation utilisant des éléments de zone cohésive.

## 6.2 Travaux expérimentaux

Afin de vérifier les résultats bibliographiques présentés précédemment, des essais de flexion ont été réalisés sur les quatre microstructures présentées dans le premier chapitre (§2.2). Ces données permettront de comparer les résultats entre microstructures très différentes en termes de taille de grains, type de grains et texture cristallographique.

Pour cette étude, des essais in-situ ont été préférés aux essais ex-situ tels qu'utilisés pour l'étude de la plasticité. Il a en effet été montré que l'environnement (air ou vide) n'affectait pas le comportement en plasticité et fissuration des alliages TiAl [9] ; ainsi, les résultats des essais effectués à l'intérieur de la chambre du MEB seront supposés similaires à ceux qui auraient été obtenus dans un environnement "air" à température ambiante. Les essais réalisés consistent en de la flexion quatre points développant, pour une distance  $z$  des points d'appui donnée, une contrainte normale à la section constante dans la longueur de l'éprouvette.

### 6.2.1 Dispositif expérimental

Pour étudier l'initiation et la propagation des fissures au sein des quatre microstructures, les essais de flexion quatre points ont été réalisés, à déplacement imposé, à l'intérieur de la chambre du MEB JEOL JSM845. Les éprouvettes utilisées sont de forme parallélépipédique d'environ 2 mm d'épaisseur et 5 mm de largeur, préalablement entaillées à l'aide d'un fil diamanté de diamètre 400  $\mu\text{m}$ , comme illustré par la figure 6.8. Les éprouvettes ont ensuite été polies mécaniquement puis électrolytiquement afin de faciliter l'analyse EBSD des zones présumées d'amorçage et de propagation de la fissure.

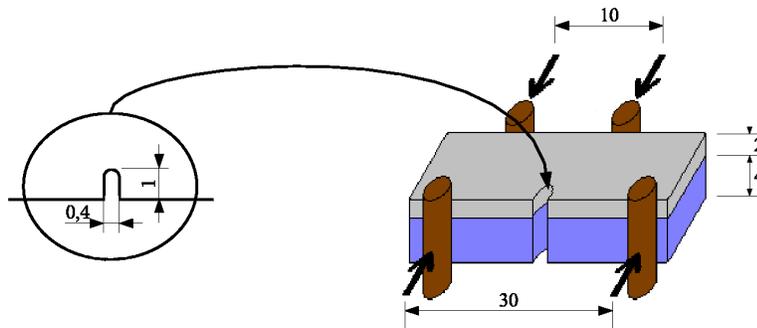


FIG. 6.8 – Schéma des éprouvettes de flexion utilisées, dimensions en mm.

Les premiers essais sur les microstructures des matériaux 48F et 47F n'ont pas tous permis de visualiser l'amorçage et le suivi pas à pas de la propagation de la fissure. Dès l'apparition de la fissure principale, ou peu de temps après, il y a eu rupture brutale de l'échantillon. Pour contrer ce phénomène, une éprouvette composite a été réalisée. Celle-ci est illustrée sur le schéma de la figure 6.8(b) et consiste en l'assemblage d'une éprouvette prélevée dans l'échantillon de TiAl avec une plaque de duralumin (AlCu4Mg1 ou AU4G) d'épaisseur deux fois supérieure. Les principales caractéristiques mécaniques de ces deux matériaux sont répertoriées dans le tableau 6.4.

Un calcul élastique par éléments finis a été réalisé sur l'éprouvette composite pour caractériser le phénomène d'arrêt de fissure. Le maillage en 3D est représenté sur la figure

|  | E (GPa) | $\nu$ | $R_0$ (MPa) |
|--|---------|-------|-------------|
| TiAl <sub>48</sub> Cr <sub>2</sub> Nb <sub>2</sub> | 185     | 0,23  | 260         |
| AlCu <sub>4</sub> Mg <sub>1</sub>                  | 75      | 0,3   | 76          |

TAB. 6.4 – Principales caractéristiques mécaniques des matériaux de l'éprouvette composite.

6.9(a) (seule une demi-éprouvette est représentée pour raison de symétrie). L'alliage TiAl est de couleur rouge, le duralumin bleu et les points d'appui apparaissent de couleur noire. Un déplacement vertical ( $\bar{u}$ ) de 0,2 mm est appliqué sur l'appui haut de l'éprouvette et le calcul du taux de restitution d'énergie de la plaque de TiAl est effectué par une approche globale de la rupture :

$$G = -\frac{1}{2} \int \int_{S_u} \frac{\partial F}{\partial a} \bar{u} dS \quad (6.12)$$

où  $S_u$  est la frontière sur laquelle le déplacement  $\bar{u}$  est imposé,  $F$  est la force associée et  $a$  la longueur de la fissure. Dans cette étude, l'éventuel décollement entre l'éprouvette de TiAl et la plaque de duralumin n'est pas pris en compte et on suppose qu'il n'y a pas de fissure dans la plaque d'aluminium. La figure 6.9(b) représente le résultat du calcul sur cette éprouvette composite ainsi qu'une comparaison avec celui réalisé sur l'alliage de TiAl sans substrat. Ce graphique met en évidence une diminution sensible du taux de restitution d'énergie  $G$  lors d'un essai avec plaque de duralumin, ce qui permet de stabiliser la propagation de la fissure en repoussant le moment où la valeur critique  $G_c$  sera atteint. La solution réelle est sans doute légèrement au-dessus de la courbe rouge, à cause du décollement nécessaire de l'interface duralumin/TiAl au moins sur une certaine distance, mais cela ne modifie pas le résultat qualitatif.

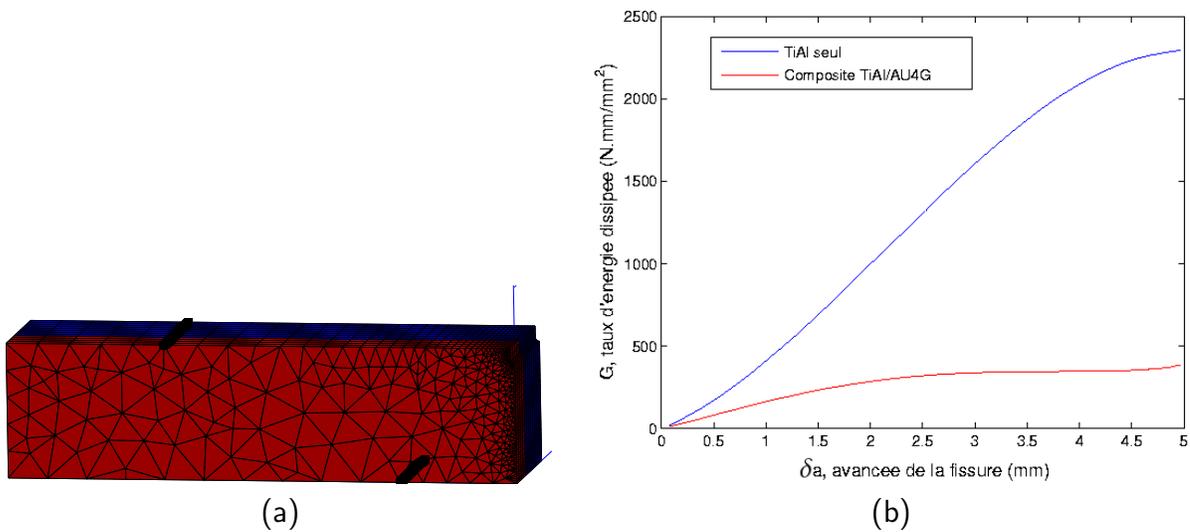


FIG. 6.9 – Maillage de l'éprouvette de flexion et résultats du calcul élastique.

### 6.2.2 Résultats d'essais et analyse

L'amorçage de la fissure se situe, dans tous les cas observables, près de l'entaille au niveau des joints de grains, comme illustré par la figure 6.10 dans le cas d'une microstructure entièrement lamellaire de type 47F. D'autres investigations (plus statistiques) seraient néanmoins nécessaires pour éventuellement établir un lien avec les orientations cristallines des grains responsables de l'amorçage de la fissure. Dans notre cas, la déformation locale due à l'usinage de l'entaille n'a pas permis l'indexation par EBSD des grains proches de l'entaille.

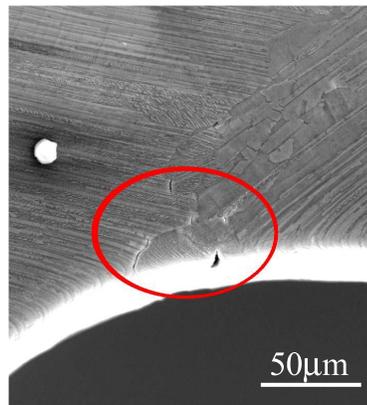


FIG. 6.10 – Amorçage des fissures.

Pour étudier la propagation des fissures au sein des différentes microstructures, la superposition des images EBSD avec les images MEB est un moyen prometteur. Cette superposition est possible grâce à l'utilisation de marqueurs (plots d'or) déposés sur la surface avant l'analyse EBSD comme pour la plasticité (cf. chapitre 3). Ces plots sont observables à la fois sur l'image MEB par contraste chimique mais aussi par imagerie EBSD, du fait de l'impossibilité d'indexation du cliché de diffraction associé à l'or, ce qui induit la mise en place d'un label (couleur verte) sur la cartographie EBSD. Les images des superpositions pour chacune des microstructures biphasées sont présentées au cours des paragraphes suivants.

#### 47 Fonderie - Microstructure entièrement lamellaire

La figure 6.11 représente les résultats d'un essai de flexion sur la microstructure entièrement lamellaire de type 47F. La comparaison entre les champs de déformation équivalente  $\varepsilon_{eq}$  (fig. 6.11(c)) et l'image EBSD (fig. 6.11(b)) montrent une localisation des déformations dans la direction des lamelles comme cela avait été observé pour l'étude de la plasticité au cours des essais de compression (cf. §4.2.5). Notons toutefois une intensité de la localisation plus importante dans les zones proches de l'entaille.

La superposition du chemin emprunté par la fissure avec l'image EBSD montre une propagation intragranulaire et intralamellaire avec, cependant, des marches dans la direction des lamelles, traces de la propagation par initiation de microfissures interlamellaires en avant de la fissure principale avec création de ligaments de cisaillement rompant dans un deuxième temps, en conformité avec le scénario décrit (entre autres) par Chan et al.

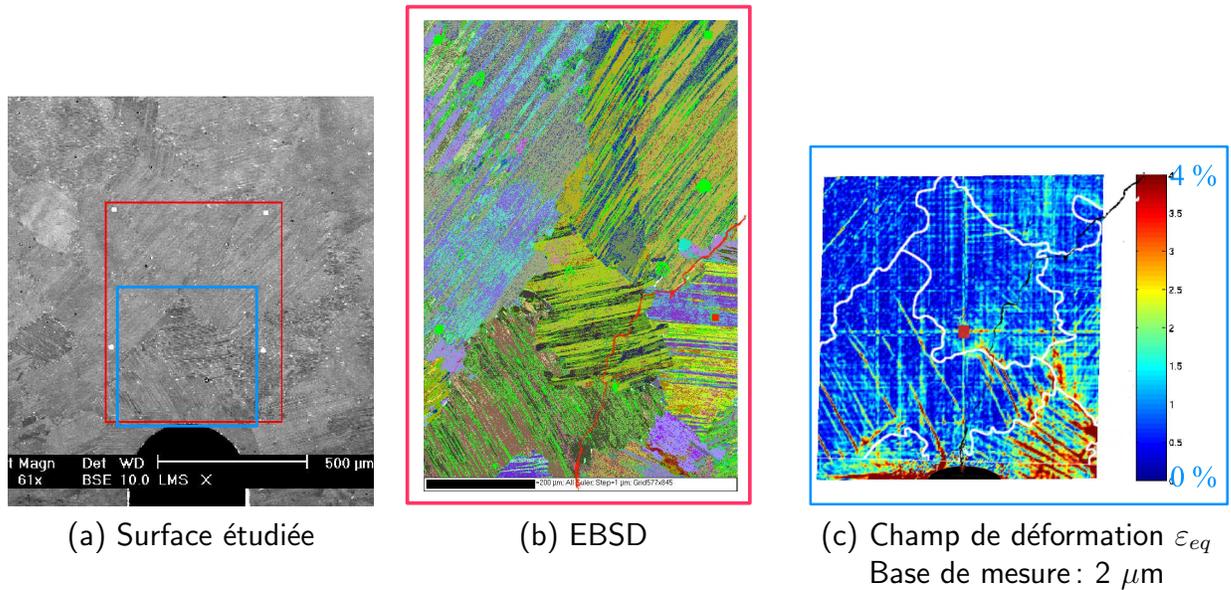


FIG. 6.11 – Superposition EBSD/Fissure/Champ de déformation juste avant initiation de la fissure pour la microstructure 47F.

[10]. Ces résultats ne montrent cependant aucun lien entre la localisation des déformations et le chemin de la fissure. Cet exemple met en évidence la difficulté d'interprétation des résultats avec une analyse de surface. Les grains du haut de l'image de la cartographie EBSD étant orientés dans la direction de propagation de la fissure, on peut supposer que le grain directement sous la surface possède des lamelles orientées dans cette direction de propagation. Pour vérifier cela, une analyse du faciès de rupture pourrait être utilisée comme nous le verrons dans la section 6.2.3.

Un autre essai effectué sur le même type de microstructure a permis de mesurer les champs de déformation en avant du front de fissure (fig. 6.12).

Cet essai montre une forte localisation de la déformation parallèlement au grand axe des lamelles correspondant à la direction de la fissure, confortant ainsi l'idée d'une rupture plus facile dans la direction parallèle aux interfaces lamellaires. Ces résultats semblent toutefois en contradiction avec les résultats de Chen et al. [12] ou de Cao et al. [7], qui n'observent pas de traces de glissement dans leurs éprouvettes entaillées à microstructure entièrement lamellaire. Cependant, les traces de glissement dans le sens parallèle aux interfaces lamellaires sont difficilement détectables au MEB et pourraient être confondues avec des interfaces. Ainsi, ces mesures de bandes de localisation de la déformation obtenues dans nos essais mettent en évidence une forte hétérogénéité de déformations au sein de la microstructure lamellaire, correspondant soit à un glissement suivant les plans  $\{111\}$  parallèles aux interfaces lamellaires, soit à un glissement d'une lamelle par rapport à l'autre. La dimension de la base de mesure locale (2  $\mu\text{m}$  au minimum) ne permet pas de séparer ces deux hypothèses.

#### 48 Fonderie - Microstructure Duplex

Les figures 6.13, 6.14 et 6.15 sont les résultats de deux essais de flexion (*Essai 1* et *Essai 2*) sur des éprouvettes de composition 48F.

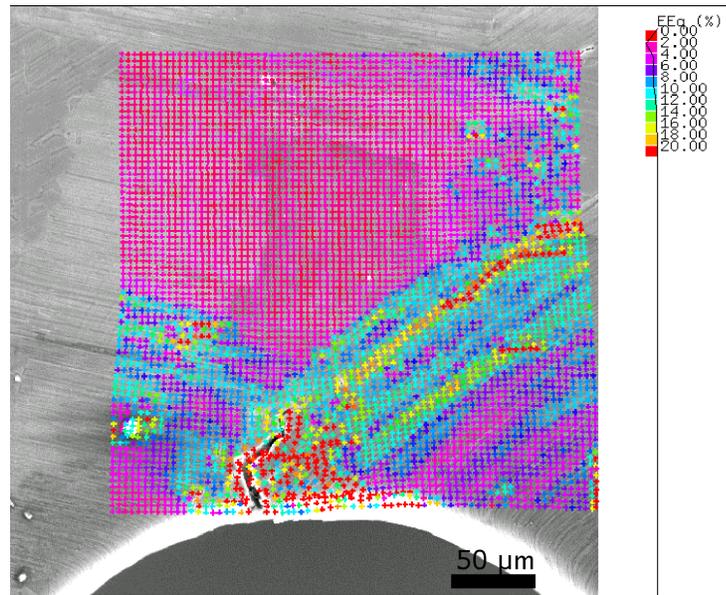
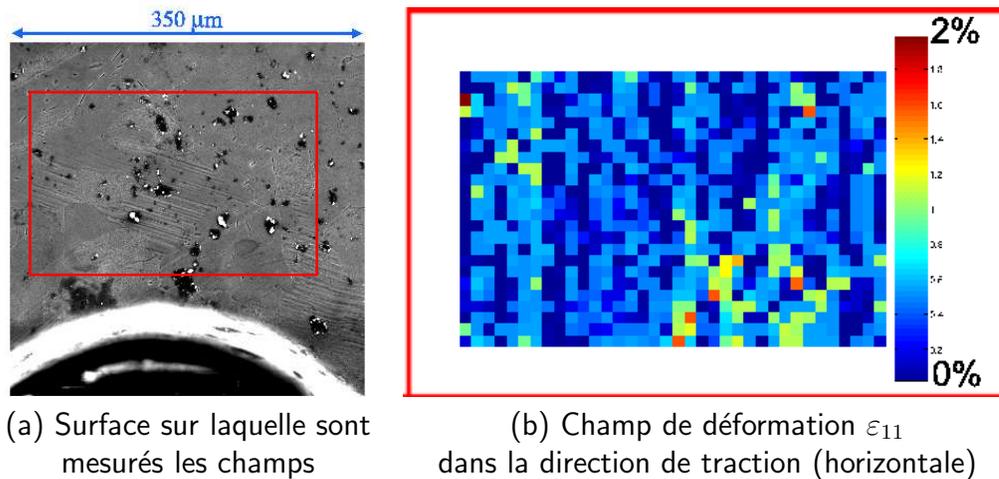


FIG. 6.12 – Plasticité en avant du front de fissure -  $\varepsilon_{eq}$  - Base de mesure:  $8 \mu\text{m}$ .



(a) Surface sur laquelle sont mesurés les champs

(b) Champ de déformation  $\varepsilon_{11}$  dans la direction de traction (horizontale)

FIG. 6.13 – Mesure de champs de déformation ( $\varepsilon_{11}$ , %) sur une éprouvette 48F juste avant initiation de la fissure (base de mesure :  $8 \mu\text{m}$ ) - *Essai 1*.

Les mesures des champs de déformation des éprouvettes de flexion 48F montrent une très faible activité plastique avant l'amorçage de la fissure (fig. 6.13) ainsi qu'en avant du front de fissure (fig. 6.14).

Quant à la localisation de la fissuration au sein de la microstructure (fig. 6.15(a-b)), la superposition entre le chemin et la cartographie EBSD met en évidence une propagation majoritairement intragranulaire au sein des grains  $\gamma$  dans une direction parallèle à la trace d'un plan de type  $\{111\}$ . Les joints de macles de recuit semblent jouer un rôle non négligeable car ils forment une barrière à l'avancée de la fissure. Cette dernière dévie pour suivre la direction du joint de macle (ou ancien variant de  $\gamma$ ). Ces informations concordent avec les résultats de mesures de champs lors des essais de compression qui mettaient en évidence une forte localisation de la déformation le long de ces mêmes joints.

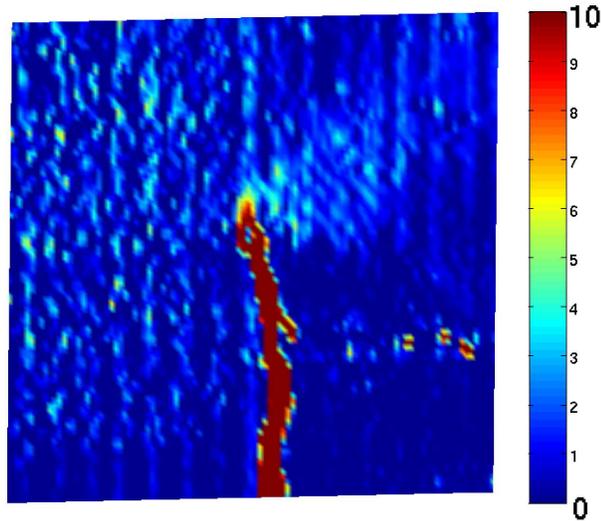


FIG. 6.14 – Mesure de champs de déformation ( $\epsilon_{11}$ , %) sur éprouvette 48F en avant du front de fissure (base de mesure :  $4 \mu\text{m}$ ) - Essai 2.

Afin de vérifier la validité de l'approche de Bieler et al. [6] concernant le paramètre de propagation d'un grain A à un grain B (cf. eq. (6.4), page 179), ce dernier a été calculé pour l'essai 1 présenté ici. Il est à remarquer que la première somme sur les systèmes de glissement ordinaires a été réalisée sur les 4 systèmes et non sur 2 comme mentionné dans l'équation de l'article afin d'obtenir des paramètres du même ordre de grandeur que ceux mentionnés.

Les résultats sont présentés dans le tableau de la figure 6.16. Les grains possédant quasiment tous des macles de recuit, nous pouvons comparer la facilité relative de la propagation de la fissure, suivant le paramètre de Bieler et al. [6], dans la macle ou dans le grain voisin. Nous constatons que dans chaque cas, le paramètre est plus faible pour une propagation au travers de la macle ( $F_{A \rightarrow B} \in [0,105; 0,359]$ ) que pour une propagation dans le grain voisin ( $F_{A \rightarrow B} \in [0,179; 1,030]$ ). La valeur absolue de ce paramètre peut difficilement être utilisée, en revanche les valeurs relatives entre deux possibilités (grains *vs* macle) permettent de mieux représenter l'évolution de la fissure. Les deux paramètres possédant la plus faible valeur (en dehors du cas de la traversée d'une macle) sont obtenus pour les propagations des grains 1 à 2 ainsi que la propagation des grains 6 à 7. L'observation détaillée de ces deux cas est présentée sur la figure 6.17.

Ces figures montrent la difficulté de la traversée du grain 2 avec différentes microfissures à l'intérieur du grain ainsi que des ligaments prompts à être cisailés. Cette observation semble donc être en bon accord avec la valeur faible du paramètre de propagation obtenu ( $F_{1 \rightarrow 2} = 0,392$ ). En ce qui concerne la propagation du grain 6 au grain 7 (pour laquelle  $F_{6 \rightarrow 7} = 0,179$ ), l'image MEB, plus précise que la superposition avec l'EBSD, montre qu'il n'y a pas de propagation dans le grain 7 et la fissure se propage au joint de grain.

En résumé, le paramètre de propagation énoncé par Bieler et al. [6] est en bon accord avec les résultats de propagation de fissure de cet essai.

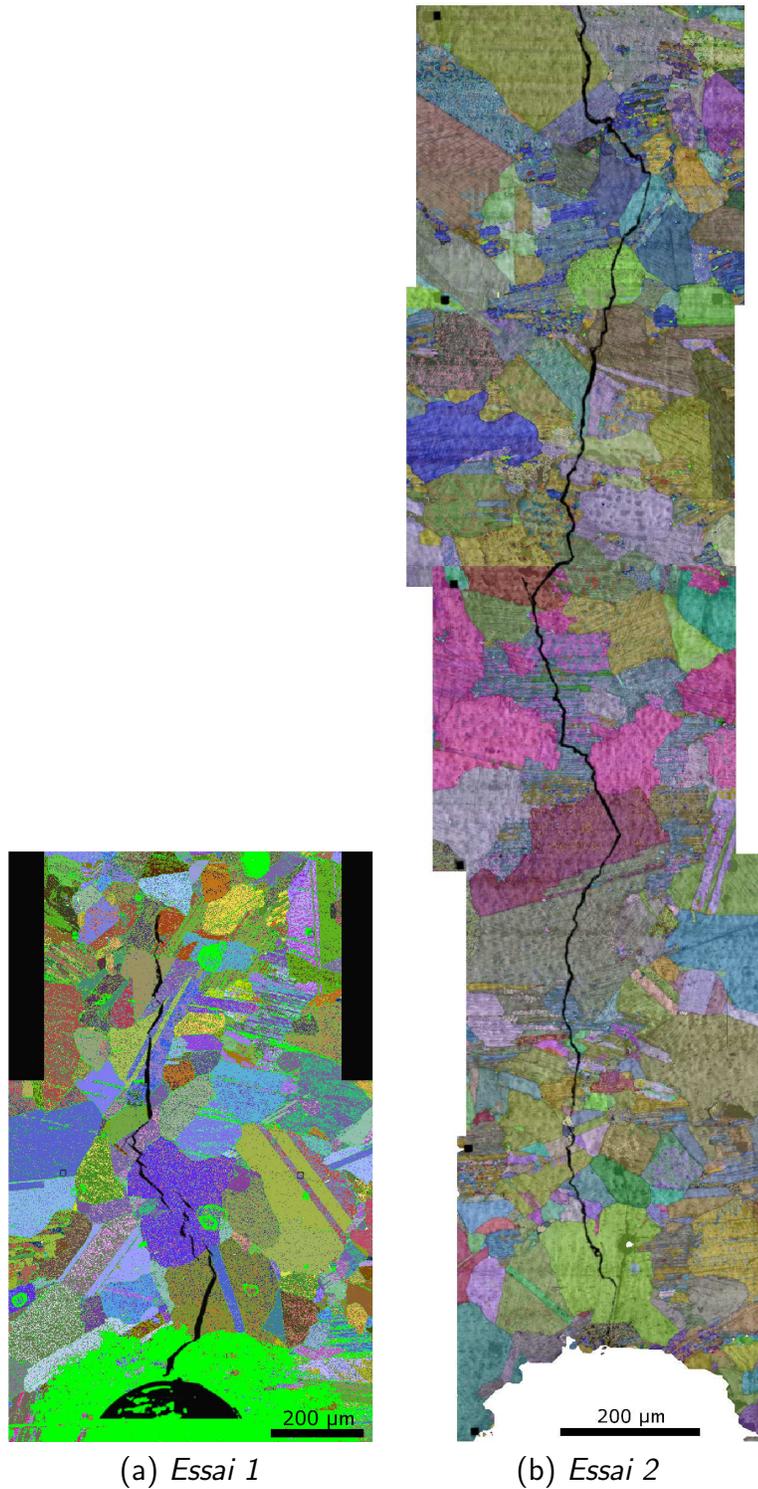


FIG. 6.15 – Superposition de la fissure à la microstructure pour les essais 1 et 2.

#### 47 MdP - Microstructure monophasée $\gamma$ à grains fins

Les éprouvettes de 47 MdP étant déjà pré-fissurées par l'usinage (dû à une rectification trop grossière), une simple analyse EBSD autour d'une des fissures a été réalisée. Celle-ci

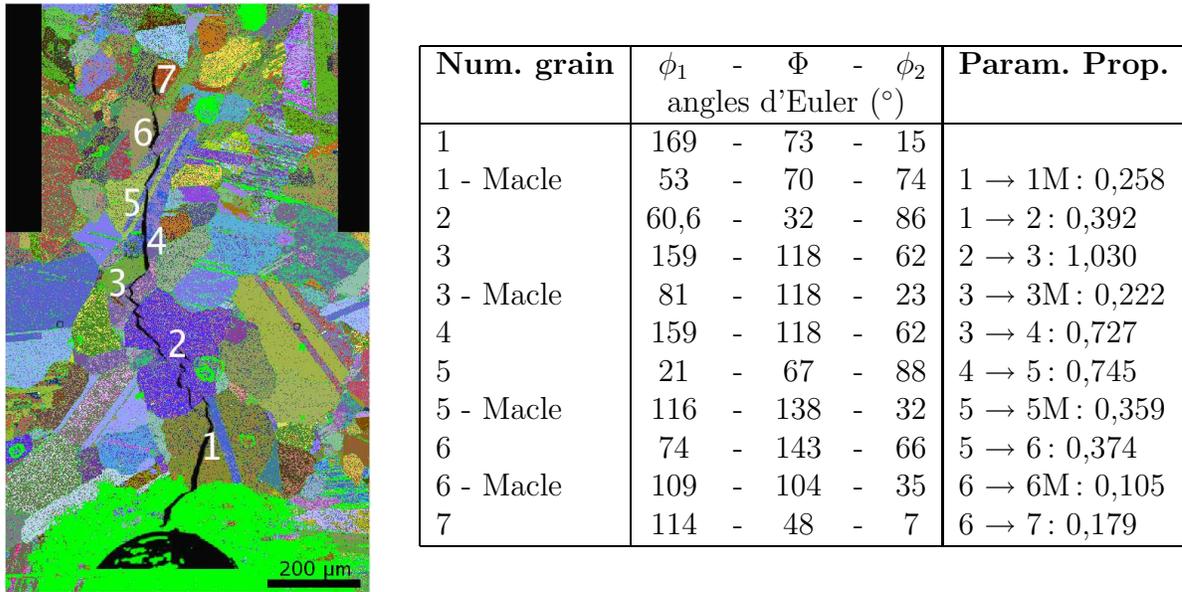


FIG. 6.16 – Calcul du paramètre de Bieler et al. [6] pour la microstructure de l'essai 1.

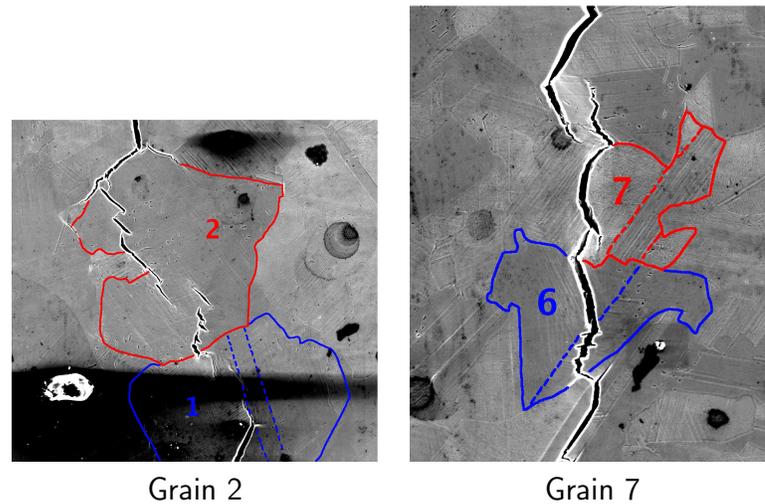


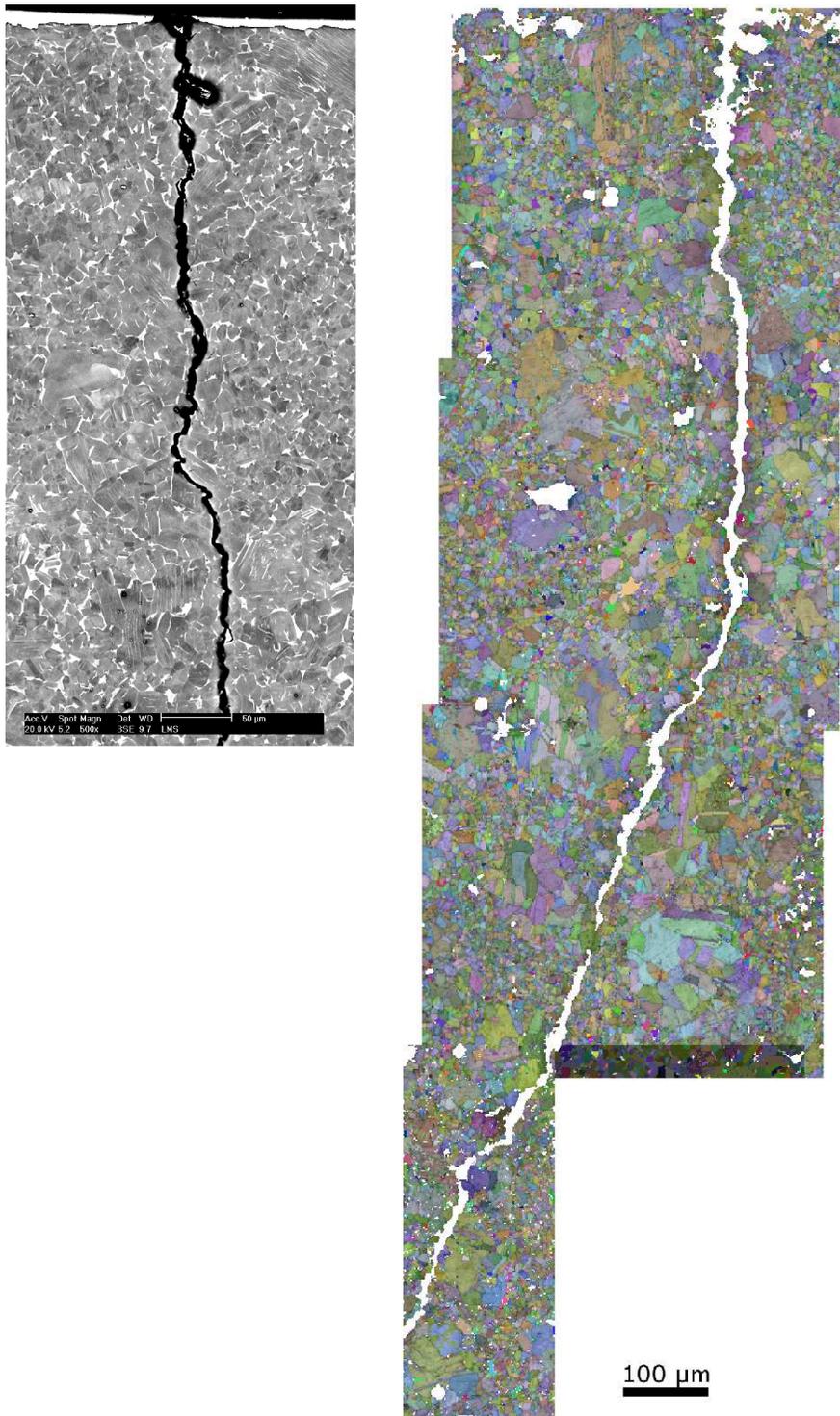
FIG. 6.17 – Analyse de la propagation dans les grains 2 et 7 - Images MEB, électrons secondaires. (Les pointillés représentent les joints de macle)

est représentée sur la figure 6.18. Il est difficile d'interpréter ces résultats et de comprendre cette localisation de la fissure car cette dernière empêche une indexation des clichés dans la zone proche et les grains sont de taille très petite. Ainsi, les grains proches de la fissure ne sont pas visibles sur la cartographie EBSD de la figure 6.18(b).

La micrographie, prise en électrons rétrodiffusés (fig. 6.18(a)), ne permet toutefois pas de faire un lien entre la localisation de la phase  $\alpha_2$ , présente sous forme d'amas aux joints triples dans cette microstructure, et le chemin emprunté par la fissure.

#### 48 MdP - Microstructure monophasée $\gamma$ à taille de grains hétérogène

La carte de déformation de la figure 6.19 est obtenue pour un état de déformation juste avant initiation de la fissure puis rupture de l'éprouvette. Ce résultat met en évidence



(a) Image MEB -  
électrons rétrodiffusés

(b) Cartographie EBSD - angles d'Euler  
+ contraste de bande

FIG. 6.18 – Visualisation du chemin emprunté par une fissure dans une microstructure 47MnP.

un très faible niveau du champ de déformation avant rupture, de l'ordre du niveau de l'incertitude de mesure.

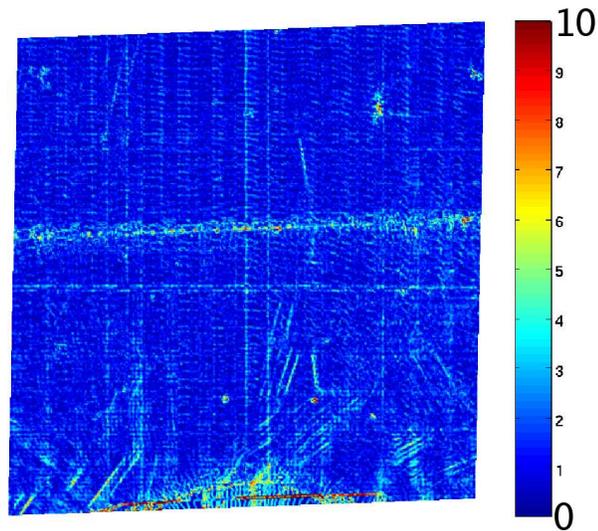


FIG. 6.19 – Visualisation du champ de déformation équivalente (en %) en avant de l'entaille juste avant initiation de la fissure puis rupture de l'éprouvette - base de mesure : 2  $\mu\text{m}$ .

La figure 6.20 représente le chemin de fissuration au sein d'une microstructure 48 MdP. Comme cela avait été observé pour la microstructure 49F, les résultats montrent que la propagation est majoritairement intragranulaire et parfois intergranulaire. Les joints de macles jouent un rôle non négligeable en déviant la trajectoire de la fissure.



FIG. 6.20 – Visualisation du chemin emprunté par une fissure dans une microstructure 48 MdP.

### 6.2.3 Essai mécanique sur éprouvette à gros grains lamellaires

Afin de vérifier l'effet de la microstructure sous la surface sur le chemin emprunté par la fissure, une éprouvette à gros grains lamellaires avec uniquement deux grains dans l'épaisseur a été utilisée. De par sa microstructure très grossière, l'orientation des grains de l'ensemble de l'éprouvette peut être analysée. L'étude de cette microstructure "test" permettra de valider les modèles de comportement utilisés dans les calculs par éléments finis grâce à la connaissance de sa microstructure en trois dimensions.

Le matériau étudié ici comporte 47 % at. d'Aluminium, 2 % at. de Chrome et 2 % at. de Niobium. Ce matériau est brut de fonderie et a subi une série de compactages isostatiques à chaud de manière à refermer les pores. Sa composition chimique et son mode d'élaboration lui confèrent une microstructure à gros grains lamellaires, comme représenté

par la photographie 6.23(a), obtenue à la loupe binoculaire après attaque chimique. L'analyse de l'ensemble des faces de l'éprouvette met en évidence la présence d'au moins deux grains dans l'épaisseur.

L'éprouvette est sollicitée suivant un essai de flexion 4 points, comme présenté précédemment, à l'intérieur de la chambre du MEB. Des images numériques de la zone au-dessus de l'entaille sont prises au fur et à mesure de l'essai mécanique. La courbe macroscopique ainsi que les différentes étapes sont représentées sur la figure 6.21. La zone d'étude a été préalablement recouverte de microgrilles possédant un pas entre barreaux de  $1\ \mu\text{m}$ . Cela permet par corrélation d'images numériques d'obtenir un champ de déformation de cette zone avec une base de mesure de  $2\ \mu\text{m}$ . Les résultats de cette corrélation d'images pour différentes étapes sont présentés sur la figure 6.22. Les images ont été prises juste en avant de l'entaille.

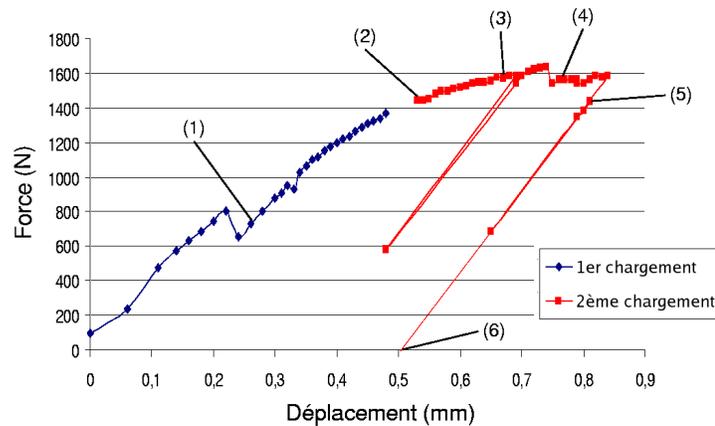


FIG. 6.21 – Courbe macroscopique associée à l'essai de flexion 4 points sur l'éprouvette à gros grains lamellaires.

Cette succession de champs de déformation met en évidence une nette contribution de la déformation dans la direction des lamelles avec apparition progressive d'une autre direction privilégiée de la localisation dans le grain supérieur. Cette direction a été mise en relation avec l'orientation des lamelles du grain sous la surface, comme visualisé sur le montage de la figure 6.23(b) où la direction de la fissure correspond à la direction des lamelles. Cet essai permet de mettre en évidence l'influence de la microstructure située sous la surface sur les champs de déformation obtenu expérimentalement.

La figure 6.23(a) permet de comprendre le scénario de fissuration de cette éprouvette. L'initiation se produit à l'endroit où les champs de déformation sont les plus importants. (1) La fissure se propage avec un angle de  $-12^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation (horizontal). Cet angle correspond à la direction des lamelles du premier grain rencontré. Arrivée au joint de grain, (2) la fissure prend la direction des lamelles du deuxième grain c'est-à-dire  $17^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation. Après la traversée de ce grain, la fissure rencontre un deuxième joint de grain. La direction des lamelles du grain connexe possède des lamelles quasi parallèle à l'axe de traction, la traversée de ce grain devrait donc être intralamellaire ce qui constitue le mode de propagation le plus difficile. (3) La fissure se propage donc suivant le joint de grain sur une distance d'environ  $760\ \mu\text{m}$  avant de bifurquer (4) suivant

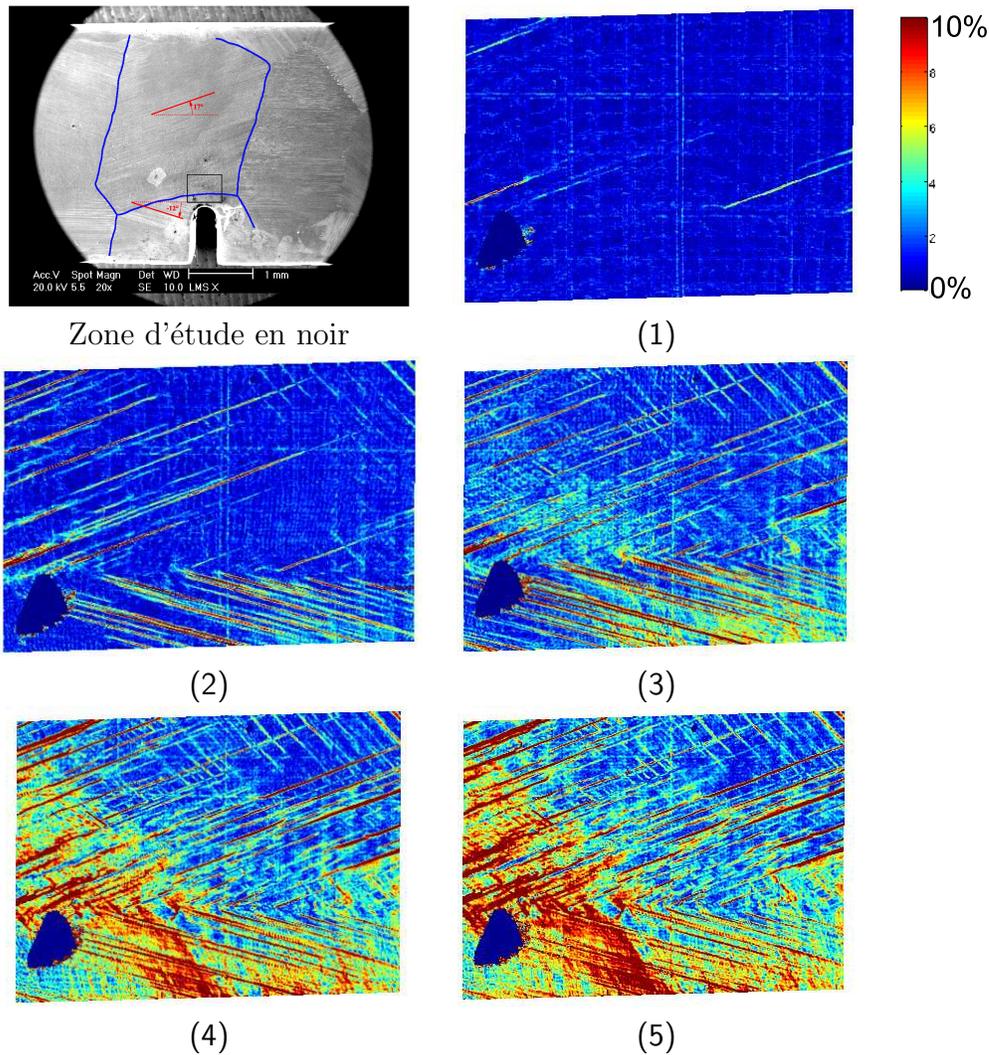


FIG. 6.22 – Déformations de von Mises obtenues pour 5 étapes du chargement de l'essai de flexion 4 points.

un angle d'environ  $-50^\circ$  correspondant à la direction des lamelles sous la surface (fig. 6.23(b)).

La fissure se propage donc préférentiellement, lorsque cela est possible, dans le sens des lamelles (fig. 6.23(a)) soit à l'interface entre les lamelles  $\alpha_2$  et  $\gamma$  soit au sein des lamelles  $\gamma$  suivant les plans de type  $\{111\}$  ou encore suivant les plans de type  $\{0001\}$  des lamelles  $\alpha_2$ . L'image de la figure 6.23(b) a été prise après la décharge faisant suite à l'étape 5 (cf. figure 6.21) pour laquelle il n'y a pas de fissure en surface. Cela indique donc que l'orientation des lamelles du grain sous la surface est plus favorable à la propagation de fissure que le grain du dessus.

L'analyse du faciès de rupture (fig. 6.24) a permis de confirmer la présence de deux grains dans l'épaisseur avec des orientations morphologiques différentes et confirme la propagation plus facile suivant les plans des interfaces lamellaires. Il est à noter également que la forte désorientation ( $115^\circ$ ) entre les deux grains de l'épaisseur (grain en surface:  $17^\circ$  et grain sous la surface  $-48^\circ$  par rapport à l'axe de traction) semble avoir été un facteur

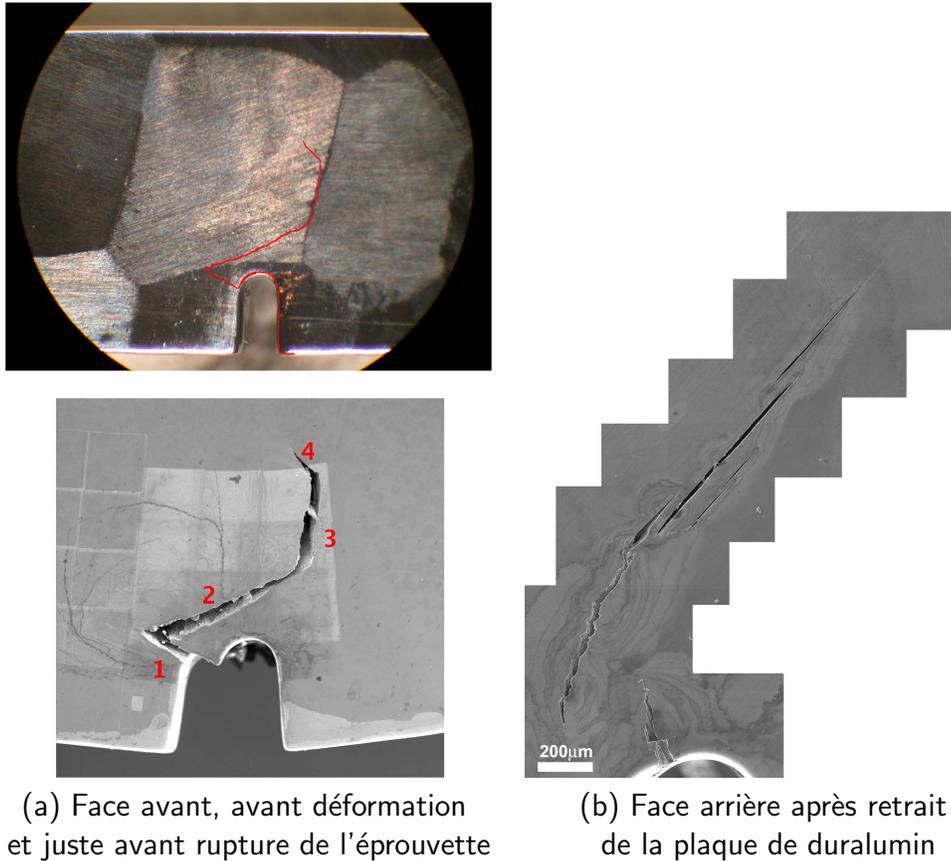


FIG. 6.23 – (a) Surface de l'éprouvette avant et en cours d'essai (b) Evolution de la fissuration sur la face opposée.

prépondérant sur la vitesse de propagation très lente observée en surface.

#### 6.2.4 Analyse des résultats

L'ensemble de ces résultats montre donc que dans le cas des grains lamellaires, la fissure se propage essentiellement suivant la direction des lamelles ce qui confirme les résultats bibliographiques obtenus sur ces microstructures et valide les choix effectués par Cornec et al. [13, 30] du rapport des paramètres des éléments cohésifs (propagation intralamellaire *vs* interlamellaire). Cette microstructure possède une zone plastique en avant du front de fissure beaucoup plus importante que la microstructure à grains monophasés  $\gamma$ . Les grains monophasés  $\gamma$  semblent privilégier une propagation intragranulaire, suivant les plans de type  $\{111\}$  au détriment des interfaces. Toutefois, une propagation intergranulaire est observée lorsque le grain mitoyen est mal orienté du point de vue des mécanismes de plasticité comme cela avait également été observé par Ng et al. [23].

A l'aide de ces résultats, il est possible *a priori*, de choisir un scénario de fissuration permettant de définir les emplacement des éléments cohésifs à intégrer dans le maillage de la microstructure réelle (c'est-à-dire suivant les interfaces entre lamelles et suivant les plans de type  $\{111\}$  les mieux orientés par rapport à la direction de sollicitation des grains monophasés  $\gamma$ ) pour simuler, par éléments finis, l'initiation et la propagation des fissures. Les paramètres de la loi de comportement cristalline sont identifiés par les comparaisons

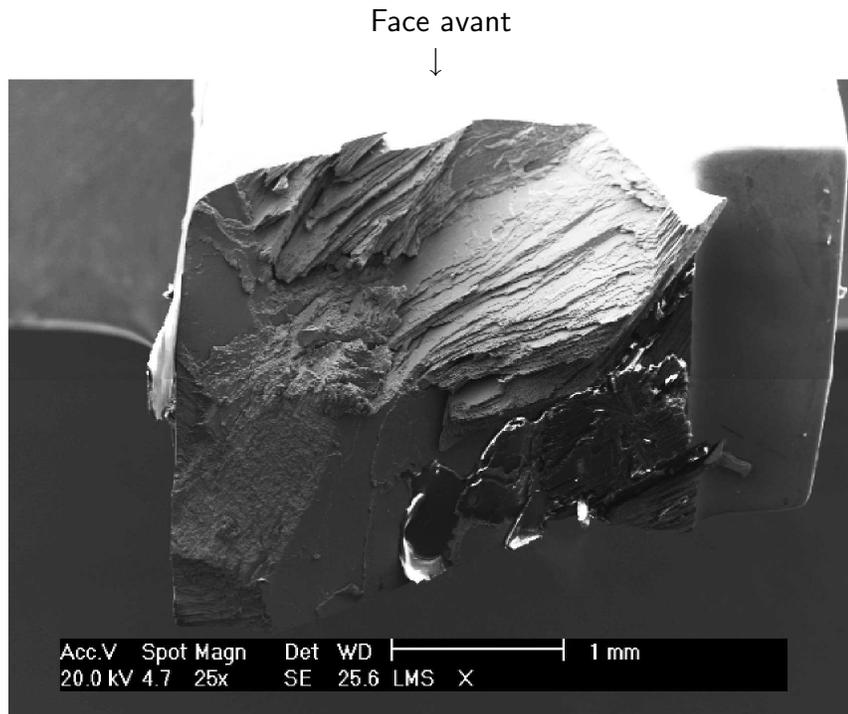


FIG. 6.24 – Facies de rupture de l'éprouvette.

avec les résultats des essais de compression, les paramètres de la loi de comportement des éléments cohésifs peuvent être identifiés par comparaison des résultats du calcul avec les résultats expérimentaux à la manière de Lin et al. [19].

## 6.3 Modélisation par éléments finis

Les simulations de propagation de fissure ont été réalisées dans un premier temps sur des “microstructures” composées de grains lamellaires. En effet, ces derniers présentent une propagation de la fissure suivant la direction des lamelles, cas le plus simple à simuler. Dans cette section sont développés la méthodologie utilisée pour créer un maillage à partir des informations expérimentales ainsi que quelques résultats de calculs permettant de valider l'utilisation des éléments cohésifs pour la simulation de la propagation des fissures. Aucune étude numérique sur le choix de la finesse du maillage, par exemple, n'a été réalisée ici, il ne s'agit donc que de premiers tests permettant une ouverture sur un grand nombre de perspectives.

### 6.3.1 Maillage

Les résultats expérimentaux montrent que la propagation au sein des microstructures lamellaires s'effectue suivant la direction des interfaces entre lamelles. Les maillages ont donc été réalisés de manière à intégrer des éléments cohésifs suivant ces plans.

L'orientation des lamelles par rapport à la fissure peut être caractérisée par deux angles (définis par Wang et al. [29]) : l'angle de déviation  $\alpha$  (kink angle) et l'angle de twist  $\beta$  (twist

angle). L'orientation du joint de grain est défini par l'angle d'inclinaison  $\theta$  (inclination angle) comme cela est présenté sur la figure 6.25.

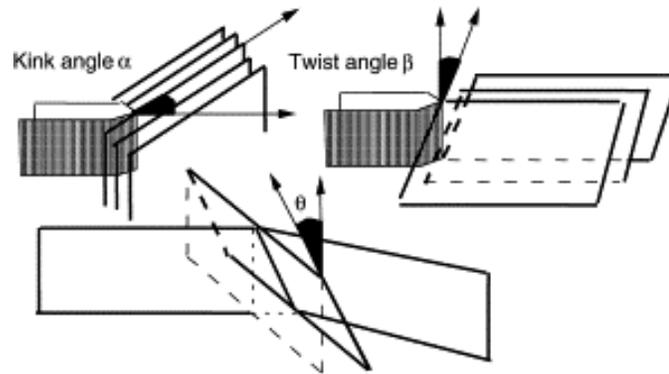


FIG. 6.25 – Paramètres décrivant l'orientation des lamelles par rapport à la fissure [29].

L'angle de déviation peut directement être mesuré sur les cartographies EBSD ou les images prises au MEB. L'angle de twist peut être obtenu à partir de l'orientation de la phase  $\alpha_2$  obtenue par l'analyse EBSD pour laquelle le plan (0001) est le plan d'accrolement des lamelles. L'angle  $\beta$  est alors égal à  $90^\circ$  auquel est retranché l'angle formé par l'axe  $c$  de la structure hexagonale et l'axe  $Z$  correspondant à la normale à la surface observée.

Les travaux expérimentaux de Wang et al. [29] montrent que les désorientations des angles de *dévi*ation et de *twist* jouent un rôle dominant dans la résistance à la propagation des fissures. A notre connaissance, cet effet n'a pas été modélisé jusqu'à présent car cela nécessite l'utilisation de calculs 3D, et donc d'un grand nombre de degrés de liberté. De même, l'introduction de la plasticité cristalline dans les calculs de fissuration ne semble pas avoir encore été réalisée pour les alliages de TiAl.

### 6.3.2 Loi de comportement

La loi de comportement du matériau supposé homogène a été choisie élastique isotrope dans les premiers calculs. Les résultats de mesures de champs de déformation ont mis en évidence très peu de déformation plastique dans les grains monophasés  $\gamma$ . L'hypothèse d'un comportement élastique, dans ce cas, ne semble donc pas entièrement inappropriée. En revanche, dans le cas des microstructures lamellaires, pour lesquelles on observe de la déformation plastique en avant du front de fissure, l'utilisation de la plasticité s'avère nécessaire.

Le modèle de zone cohésive choisi pour le comportement des interfaces de cette étude est la loi bilinéaire de Crisfield qui permet une plus grande souplesse dans le choix des paramètres (la pente à l'origine peut être choisie indépendamment de la valeur de l'énergie, ce qui n'est pas le cas pour la loi de Needleman). D'autre part, une étude comparative, menée par Alfano [1], a montré que, lors de sollicitation en mode pur, la loi bilinéaire présentait le meilleur compromis entre le coût numérique et l'approximation du résultat.

### 6.3.3 Résultats des calculs sur microstructure lamellaire

#### Influence de différents paramètres sur l'endommagement des grains lamellaires - Etude élastique

La figure 6.26 représente les résultats d'un calcul 2D en déformations planes sur une microstructure lamellaire. La taille du maillage est de  $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$  et des éléments cohésifs ont été intégrés à des distances de  $0,2 \text{ mm}$  et une orientation de  $30^\circ$  par rapport à la direction de traction (verticale). Pour raison de simplicité, le comportement du matériau a été choisi élastique isotrope avec  $E = 185 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,23$ . Le modèle utilisé pour les éléments cohésifs est de type bilinéaire (cf. §6.1.2 et fig. 6.6, page 182) avec  $\sigma_0 = 300 \text{ MPa}$ ,  $a_0 = 0,01 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $a_1 = 2 \text{ }\mu\text{m}$  (soit  $\Gamma = 0,3 \text{ kJ/m}^2$ ) pour les éléments en avant du front de fissure et  $\sigma_0 = 200 \text{ MPa}$ ,  $a_0 = 0,01 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $a_1 = 2 \text{ }\mu\text{m}$  (soit  $\Gamma = 0,2 \text{ kJ/m}^2$ ) pour les autres interfaces. Ces paramètres ont été choisis du même ordre de grandeur que ceux de Cornec et al. [13] identifiés sur des cristaux PST (cf. tableau 6.2). Les résultats de la figure 6.26 présentent l'évolution du paramètre  $\lambda_{max} \in [0; 1]$ , représentant l'état d'endommagement de l'interface comme présenté par l'équation :

$$\lambda = \frac{1}{\mu} \cdot \frac{\|u\| - 1}{\|u\|} \quad (6.13)$$

où

$$\begin{aligned} \mu &= 1 - \frac{a_{0t}}{a_{1t}} = 1 - \frac{a_{0n}}{a_{1n}} \\ \|u\| &= \sqrt{\frac{\delta_t^2}{a_{0t}^2} + \frac{\delta_n^2}{a_{0n}^2}} \end{aligned} \quad (6.14)$$

Comme représenté sur la figure 6.6, les paramètres  $\delta_t$  et  $\delta_n$  représentent l'ouverture dans les directions tangentielle et normale respectivement,  $a_{0t}$  et  $a_{0n}$  les valeurs des ouvertures pour la force de cohésion maximale  $\sigma_0$  et  $a_{1t}$  et  $a_{1n}$  les ouvertures maximales avant rupture de l'élément.

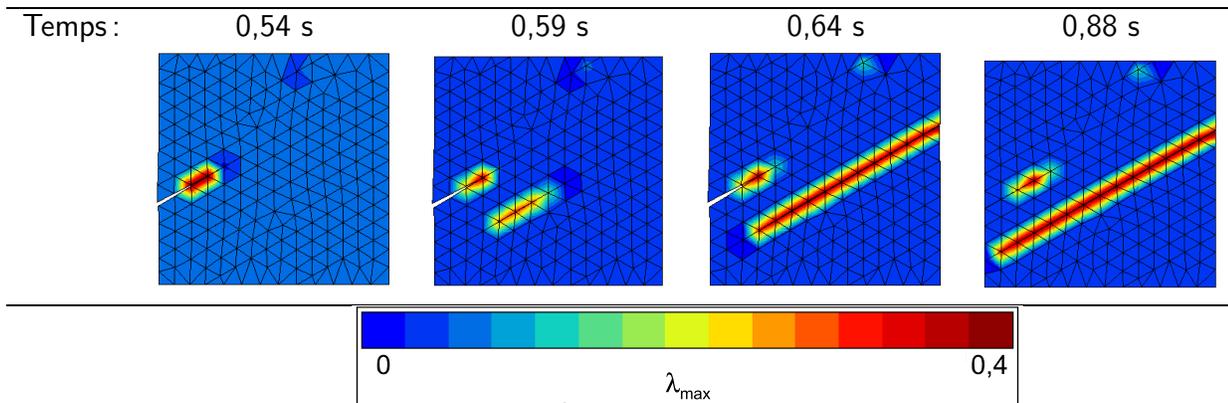


FIG. 6.26 – Cas de ténacités différentes entre plans adjacents.

De la même manière que Xuan et al. [31], ces résultats montrent qu'après un endommagement des premiers éléments en avant de la fissure, il y a endommagement des interfaces connexes, possédant une loi de comportement à ténacité plus faible. Cette étude montre un cas pour lequel une fissure rencontrerait une interface à ténacité plus élevée. Cette interface pourrait correspondre à un certain type de joint de lamelles (possédant une désorientation

particulière par exemple). Dans ce cas, il y a propagation suivant une interface connexe, possédant une ténacité plus faible.

D'autres calculs ont été réalisés afin de modéliser la propagation d'une fissure perpendiculaire aux lamelles. Le mode de propagation observé par Yamaguchi et al. [32] est représenté sur la figure 6.27(b) et consiste en un délaminage à l'interface entre les lamelles en avant du front de fissure puis rupture intralamellaire. Ce mode de propagation peut être simulé par l'insertion d'éléments cohésifs avec une ténacité différente pour la rupture intralamellaire et la rupture interlamellaire. C'est ce qui est représenté sur la figure 6.27(c) où le paramètre  $\sigma_0$  de la loi de Crisfield pour la propagation interlamellaire a été choisi égal à 100 MPa divisant ainsi par 3 la ténacité de cette interface par rapport aux *interfaces* intralamellaires.

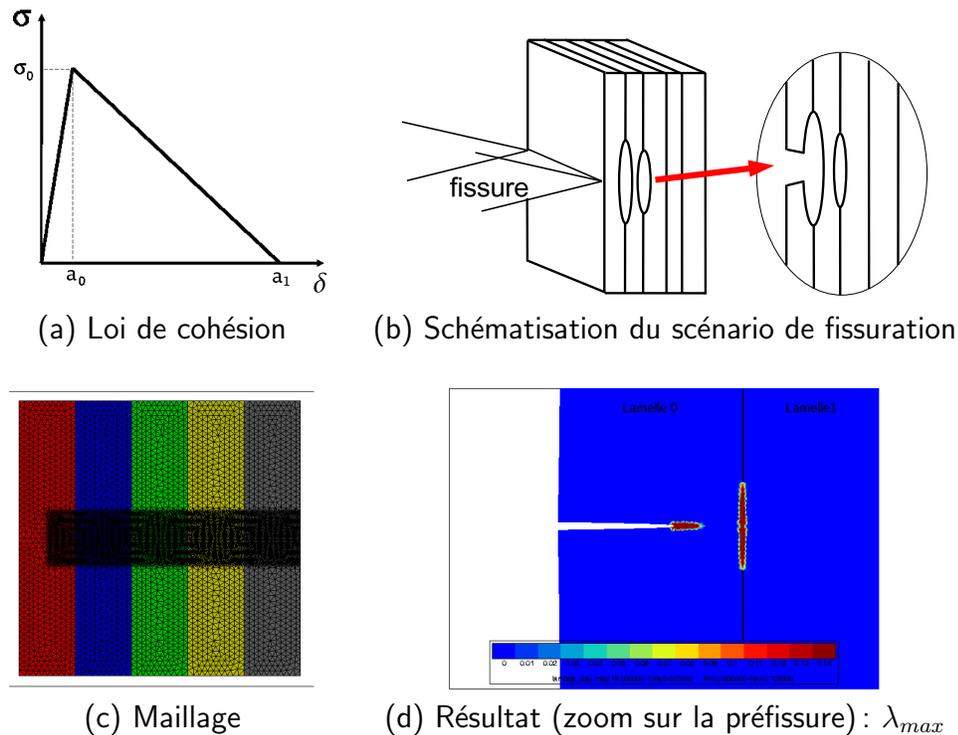


FIG. 6.27 – Calculs par éléments finis de la propagation des fissures au sein d'une colonie de lamelles orientées parallèlement à l'axe de sollicitation.

### Propagation d'un grain A à un grain B

Des calculs de propagation de fissure d'un grain vers un autre ont également été réalisés. Dans l'exemple présenté ici sur un calcul 2D en élasticité isotrope, le même choix des paramètres de la loi de Crisfield pour les éléments cohésifs que dans les calculs précédents ( $\sigma_0 = 300$  MPa,  $a_0 = 0,01 \mu\text{m}$ ,  $a_1 = 2 \mu\text{m}$ ) a été réalisé. Des éléments cohésifs ont été introduits en avant du front de fissure dans le premier grain et à toutes les interfaces entre lamelles du deuxième grain désorienté de  $30^\circ$  par rapport au premier.

Les résultats (fig. 6.28) mettent en évidence une propagation de la fissure suivant les interfaces les plus proches de la fissure principale. L'endommagement de ces plans est

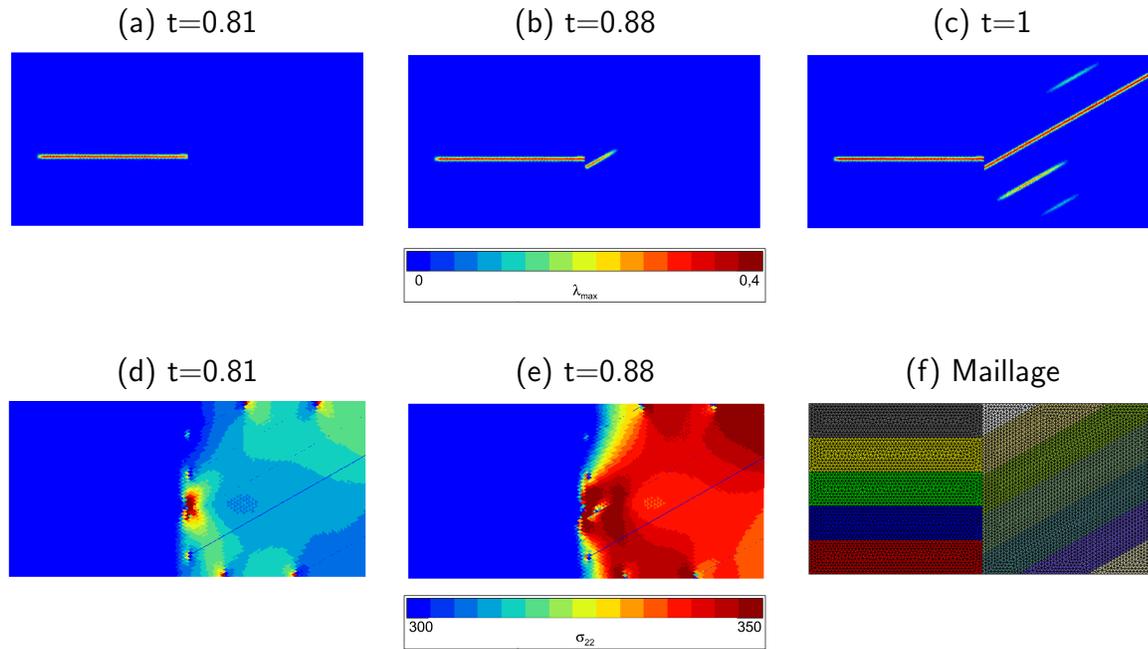


FIG. 6.28 – Propagation d'une fissure d'un grain lamellaire à un autre.

privilegié par l'apparition d'une concentration de contraintes en avant de la pointe de fissure, générant ainsi l'endommagement des éléments les plus proches. On voit également apparaître un endommagement local d'une interface proche de l'interface endommagée. Cet endommagement provient de la contrainte locale générée par la fissure, comme montré par la figure 6.28(e). Ce niveau de contrainte pourrait être considérablement diminué par l'utilisation d'une loi de comportement élasto-plastique, ce qui pourrait éviter cet endommagement en accommodant de façon plus aisée les anisotropies et hétérogénéités du milieu.

Le paragraphe suivant étudie la possibilité d'intégration de la plasticité cristalline.

### Influence de la plasticité cristalline sur l'endommagement des interfaces

Les calculs effectués sur l'étude de l'endommagement des alliages TiAl par intégration d'éléments de zone cohésives ont été réalisés en utilisant un comportement élastique linéaire isotrope [4], une loi élasto-visco-plastique isotrope [3] ou encore en utilisant des cellules élémentaires contenant les 6 variants de la phase  $\gamma$  et la phase  $\alpha_2$  [30]. Comme cela a déjà été mentionné précédemment, l'utilisation d'une loi élastique pourrait sembler appropriée lors de la modélisation des microstructures monophasées  $\gamma$ , car ces derniers n'ont développé que très peu de plasticité dans les essais effectués. Cependant, les anisotropies et hétérogénéités induisent des contraintes très fortes en avant de la fissure, l'utilisation de la plasticité, même faible et localisée peut être suffisante pour accommoder ces singularités et retarder fortement la décohésion.

On se propose ici de comparer l'influence de ces différentes lois de comportement sur les résultats des calculs de fissuration de manière à évaluer la nécessité de l'utilisation de la plasticité cristalline (ou non) dans les calculs de fissuration.

Le maillage utilisé pour cette étude est illustré sur la figure 6.29 et représente un cristal PST avec une géométrie décrite par les angles de déviation  $\alpha$  et de twist  $\beta$  (cf. fig. 6.25)

où  $\alpha = -17^\circ$  et  $\beta = 8^\circ$ . Une pré-fissure est intégrée entre les lamelles 2 et 3.

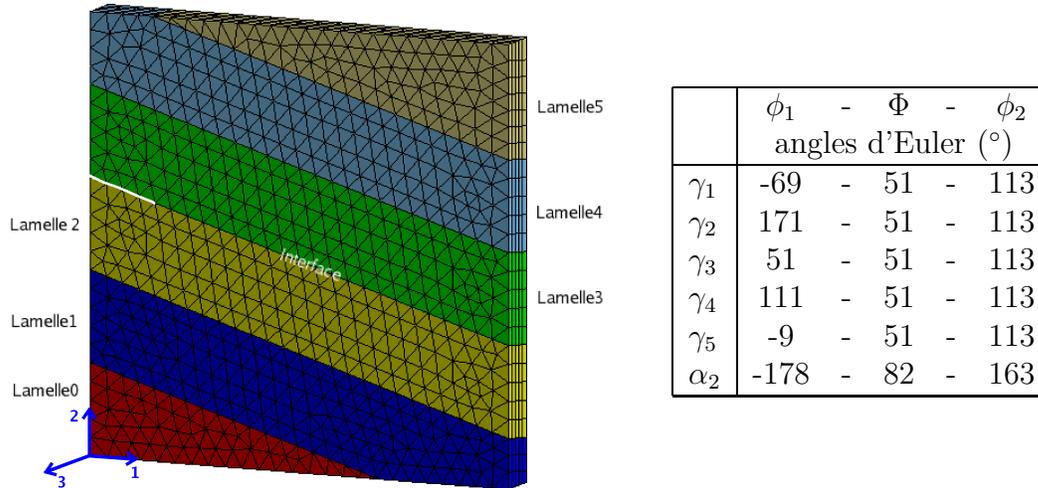


FIG. 6.29 – Maillage 3D d'un cristal PST avec entaille.

Trois comportements ont été étudiés :

1. Elasticité isotrope ( $E = 185$  GPa et  $\nu = 0,23$ ),
2. Elasticité anisotrope avec les paramètres présentés dans la section 5.1.2,
3. Elasticité anisotrope et plasticité cristalline avec les paramètres présentés dans la section §5.1.2.

ainsi que deux distributions différentes des orientations des lamelles par rapport au positionnement de l'interface endommageable :

1. Lamelle 0  $\equiv \gamma_1$ , Lamelle 1  $\equiv \gamma_2$ , Lamelle 2  $\equiv \gamma_3$ , Lamelle 3  $\equiv \alpha_2$ , Lamelle 4  $\equiv \gamma_4$  et Lamelle 5  $\equiv \gamma_5$ .
2. Lamelle 0  $\equiv \gamma_1$ , Lamelle 1  $\equiv \alpha_2$ , Lamelle 2  $\equiv \gamma_3$ , Lamelle 3  $\equiv \gamma_2$ , Lamelle 4  $\equiv \gamma_4$  et Lamelle 5  $\equiv \gamma_5$ .

Le chargement appliqué est identique dans les deux cas et consiste en une traction monotone à vitesse de déplacement constante suivant la direction 2 appliquée sur les bords horizontaux du maillage. Des éléments cohésifs ont été intégrés entre les lamelles 2 et 3 avec les propriétés suivantes :  $\sigma_0 = 600$  MPa,  $a_0 = 0,01 \mu\text{m}$ ,  $a_1 = 2 \mu\text{m}$ . Les résultats macroscopiques sont représentés sur la figure 6.30.

Les résultats macroscopiques ne montrent que très peu de différences sur la résistance à la rupture suivant le comportement utilisé pour la matrice. Cela peut s'expliquer par la faible taille de la zone de plastification dans l'éprouvette (cf. fig 6.33(c)) puisque seule la zone en avant de la pointe de fissure présente une activité des systèmes de glissement (de type ordinaire) alors que le reste du maillage reste élastique. Un autre choix des paramètres avec des cisssions critiques plus faibles ou des ténacités des interfaces plus élevées, permettrait vraisemblablement d'observer une plus grande différence avec l'utilisation de la plasticité cristalline. Les images de l'endommagement, des champs de déformation dans la direction de sollicitation ainsi que des activités des systèmes de glissement sont représentés sur les figures 6.31, 6.32 et 6.33 pour les trois comportement de la matrice étudiés.

Lorsque l'on compare les résultats des calculs élastiques (isotrope et anisotrope), on s'aperçoit que l'ajout de l'anisotropie est plus favorable à la propagation de fissure, car pour un même taux de déplacement imposé, la fissure est plus grande dans le cas anisotrope.

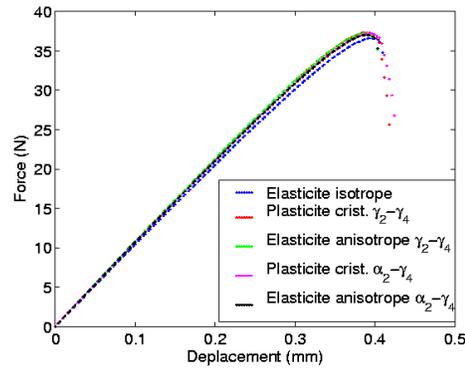


FIG. 6.30 – Résultats macroscopiques des essais de fissuration avec différentes lois de comportement de la *matrice*.

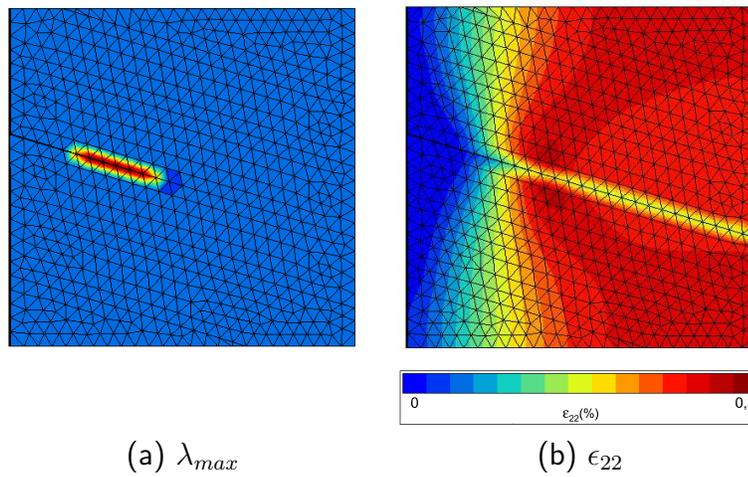


FIG. 6.31 – Champs (a) d'endommagement et (b) de déformations dans la direction de traction obtenus par le calcul en élasticité isotrope.

L'ajout de la plasticité cristalline, dans ce cas particulier, ne modifie pas énormément l'état d'endommagement, bien qu'il semble être un peu plus faible que pour le cas de l'élasticité anisotrope. Cependant, on voit apparaître une zone plastique en pointe de fissure (fig. 6.33(c)) dans la lamelle la plus favorablement orientée pour l'activation des systèmes de glissement (ici des dislocations ordinaires). Les paramètres utilisés pour la loi de comportement mettent en évidence uniquement l'activation de dislocations ordinaires.

Ces calculs, effectués sur un maillage simple, montrent que l'utilisation de la plasticité cristalline est nécessaire si l'on veut représenter les phénomènes observés expérimentalement notamment l'endommagement en avant du front de fissure généré par l'activation de macles. Il est à noter que dans le cas étudié, les orientations cristallographiques sont erronées car ne prennent pas en compte le lien entre l'orientation morphologique des lamelles avec leur orientation cristallographique (plan d'interface parallèle au plan (0001) de la maille  $\alpha_2$  et parallèle aux plans de type  $\{111\}$  de la maille  $\gamma$ ). Cela pourrait expliquer le faible taux de plastification. Une autre hypothèse concerne les paramètres utilisés. Ceux du modèle de zone cohésive ont été choisis en se basant sur les résultats de la littérature (cf. §6.1.2), alors que ceux utilisés pour la modélisation de la plasticité cristalline corres-

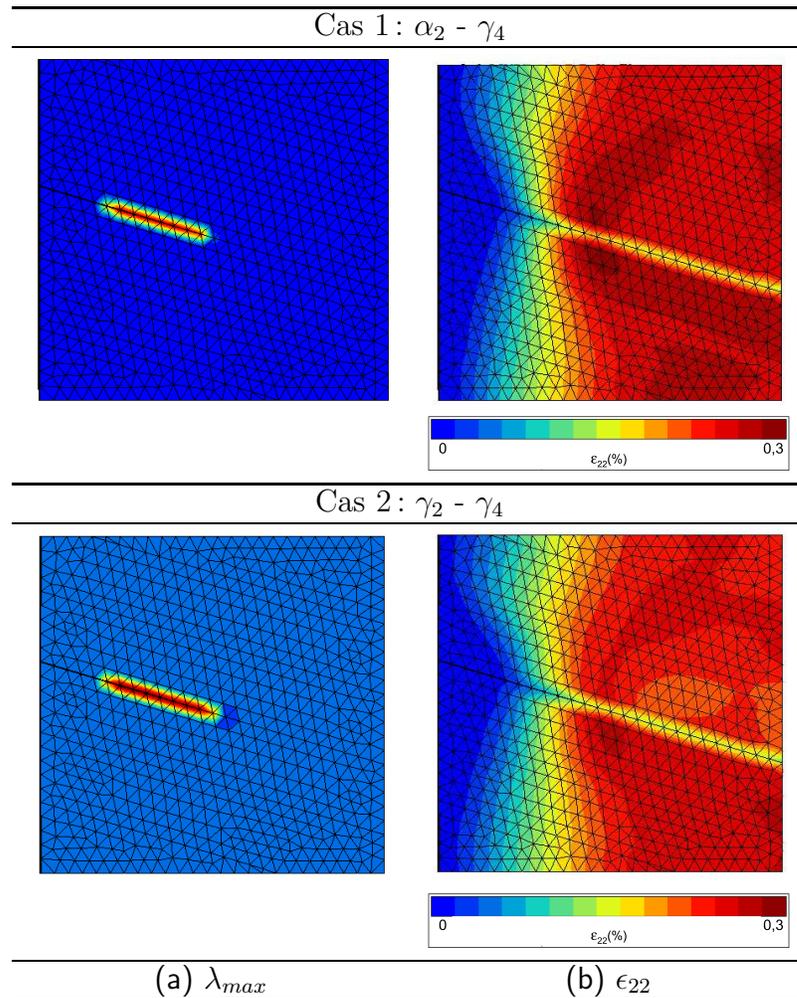


FIG. 6.32 – Champs (a) d'endommagement et (b) de déformation dans la direction de traction obtenus par les calculs en élasticité anisotrope.

pondent aux paramètres identifiés par Gélébart [14]. Ces choix ne sont donc peut être pas judicieux et il serait nécessaire de comparer les résultats numériques sur PST à ceux obtenus expérimentalement dans la littérature (à condition de connaître l'orientation des lamelles en 3D).

A titre de comparaison, un deuxième calcul en plasticité cristalline a été réalisé sur la même géométrie et une ténacité deux fois plus élevée ( $\sigma_0 = 1200$  MPa,  $a_0 = 0,01 \mu\text{m}$ ,  $a_1 = 2 \mu\text{m}$ ). Dans ce cas, la courbe macroscopique (fig. 6.35) présente beaucoup plus de plasticité et la propagation de la fissure semble ralentie par cette plasticité. Cependant, les deux calculs sont difficilement comparables étant donné que la ténacité est différente dans les deux cas, il aurait été préférable de diviser le paramètre  $a_1$  par 2 afin de garder la même ténacité.

L'utilisation de ces paramètres permet d'activer différents systèmes de glissement au sein des lamelles du cristal PST comme montré par la figure 6.35. Ces résultats montrent que l'activité des super-dislocations peut être rendue possible en avant du front de fissure par les concentrations de contraintes locales.

D'autres calculs sont nécessaires pour l'étude de la dépendance au maillage qui n'est

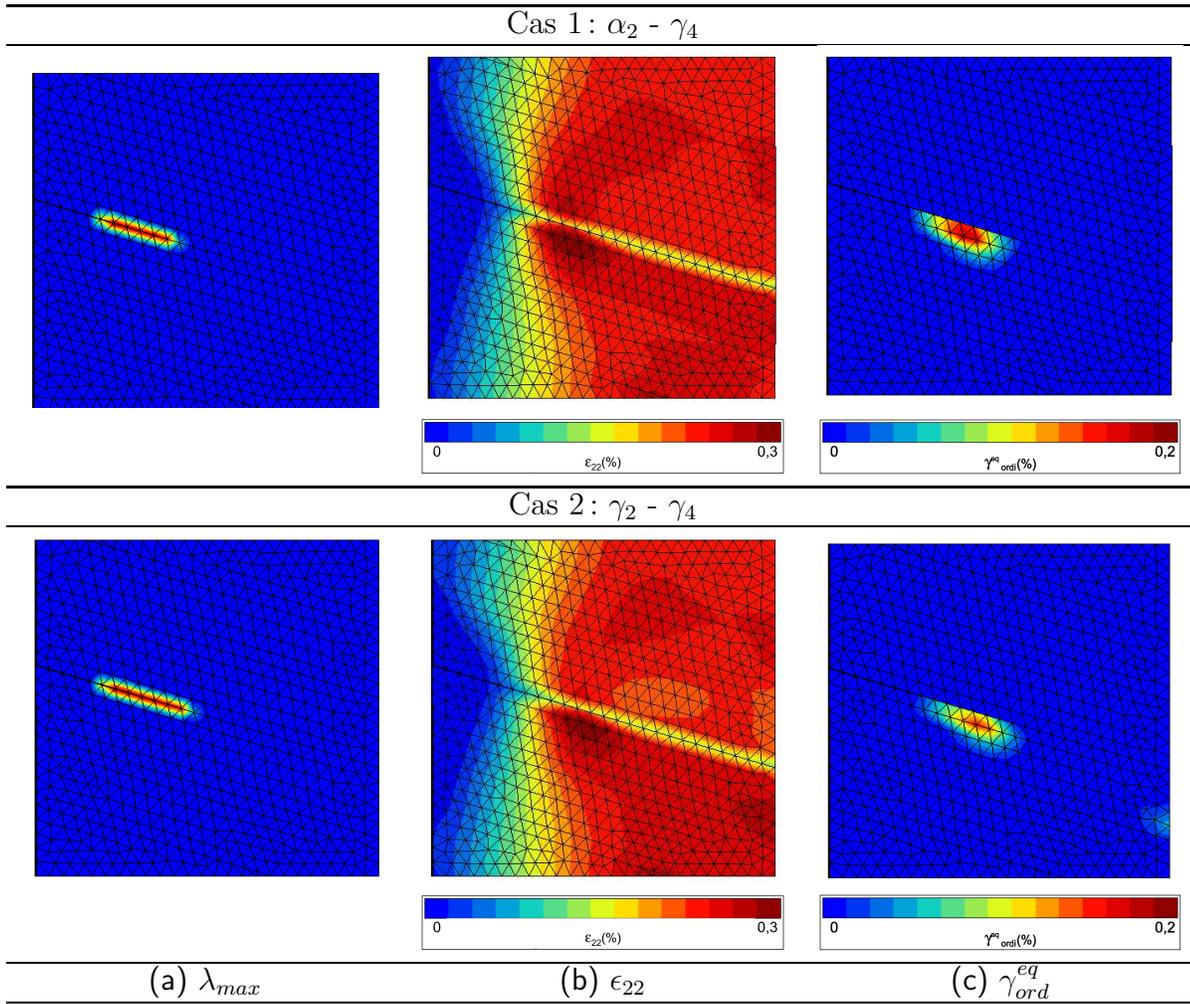


FIG. 6.33 – Champs (a) d’endommagement, (b) de déformations dans la direction de traction et (c) de plasticité obtenus par le calcul plastique cristallin.

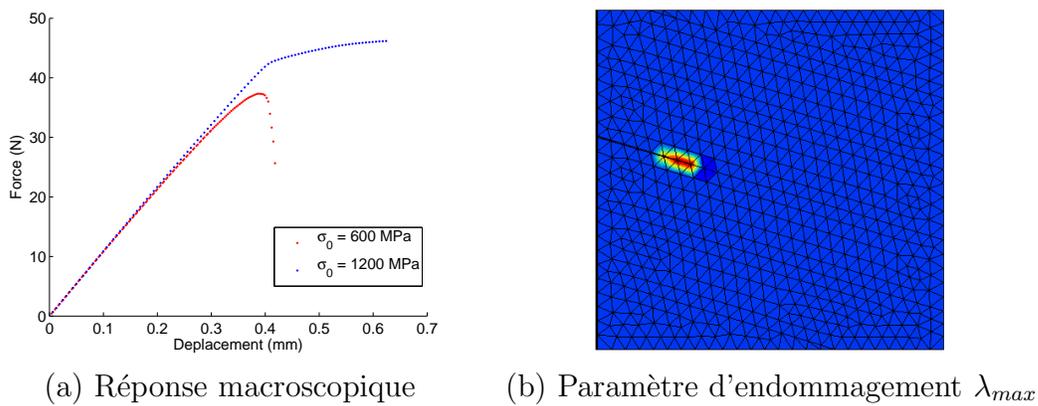


FIG. 6.34 – Influence de la plasticité cristalline en fonction des paramètres de la loi de zone cohésive.

pas négligeable dans le cas de calculs élasto-plastiques [5].

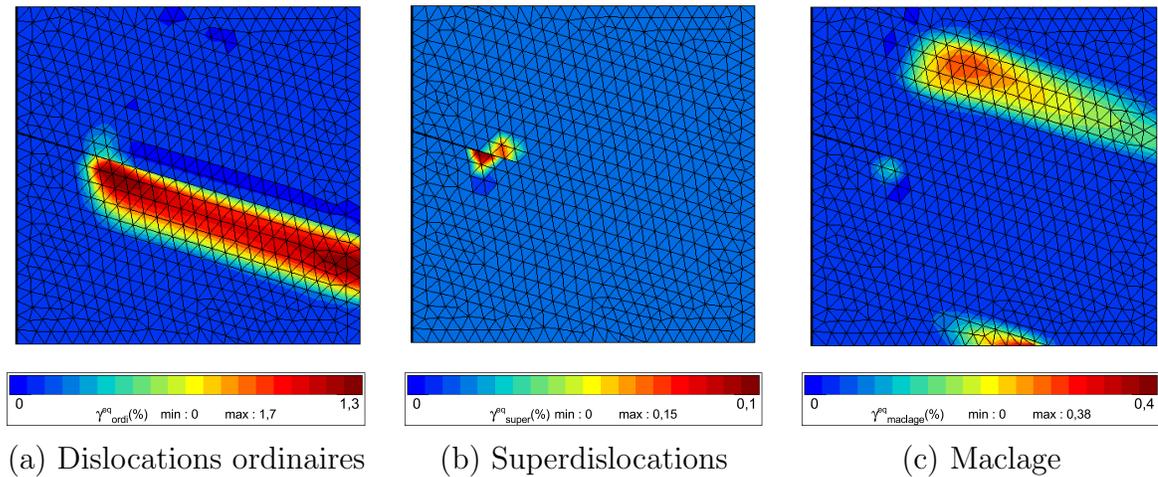


FIG. 6.35 – Activité des différents systèmes de glissement au sein des lamelles d'un PST.

## 6.4 Analyse des résultats

Cette étude de la fissuration, bien que peu avancée, montre les possibilités offertes par le couplage entre mesures de champs cristallographiques, de déformations intragranulaires et calculs polycristallins pour l'identification de critères locaux de propagation de la fissure. Les résultats expérimentaux apportent d'ores et déjà un grand nombre d'informations sur le choix à faire sur le positionnement des éléments cohésifs au sein des microstructures ainsi que le rôle important des désorientations cristallographiques et morphologiques (notamment dans le cas des grains lamellaires) sur la propagation des fissures.

A partir de l'ensemble de la méthodologie mise en place pour la détermination des paramètres de la plasticité cristalline, la même démarche pourrait être utilisée pour l'étude de la fissuration. Les paramètres de la loi de comportement identifiés sur les essais de compression peuvent être utilisés dans les calculs de fissuration et seuls les paramètres des éléments de zones cohésives restent à être déterminés.

Un grand nombre de perspectives s'ouvrent à la suite de cette étude, à commencer par l'application à une microstructure réelle. L'utilisation de l'éprouvette à gros grains lamellaires avait été envisagée, mais il reste pour cela à développer une méthode de maillage qui prenne en compte les plans d'accolement des lamelles en 3D de manière à pouvoir y intégrer les éléments cohésifs. Pourrait également être envisagée une étude statistique de l'effet de la distribution des différents variants de  $\gamma$  et de la proportion de lamelles  $\alpha_2$  sur la ténacité des grains lamellaires. L'attribution de l'orientation cristallographique à chacune des lamelles est possible dans le cas de calculs sur des portions de grains mais nécessitera des maillages très lourds lorsque des agrégats de plusieurs grains seront envisagés (la taille des lamelles étant de l'ordre du dixième de micromètre). Une étude de l'utilisation du modèle TFA [24] pourra donc être testé pour ces applications et dans ce cas, des ténacités différentes pourraient être insérées à l'intérieur du maillage pour représenter les ténacités suivant les interfaces entre variants  $\gamma$  que l'on aura au préalable identifiées.

Une autre idée pour l'identification de ces paramètres pourrait être d'étudier, sur un même essai de compression, le comportement élasto-plastique dans un premier temps puis de poursuivre cet essai jusqu'à l'apparition de microfissures. Grâce à ce type de chargement, la propagation des fissures serait beaucoup mieux maîtrisée et l'identification des

paramètres de la loi de comportement des éléments cohésifs pourrait être réalisée dans un deuxième temps.



# Bibliographie

- [1] G. Alfano. On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive-zone models. Comp. Sc. Technol., 66 : 723–730, 2006.
- [2] O. Allix and A. Corigliano. Modeling and simulation of crack propagation in mixed-modes interlaminar fracture specimens. Int. J. Fract., 77 : 111–140, 1996.
- [3] J.J.M. Arata, K.S. Kumar, W.A. Curtin, and A. Needleman. Crack growth across colony boundaries in binary lamellar TiAl. Mater. Sc. and Eng., A329-331 : 532–537, 2002.
- [4] J.J.M. Arata, A. Needleman, K.S. Kumar, and W.A. Curtin. Microcrack nucleation and growth in elastic lamellar solids. Int. J. Fract., 105 : 321–342, 2000.
- [5] C. Berdin, J. Besson, S. Bugat, R. Desmorat, F. Feyel, S. Forest, E. Lorentz, E. Maire, T. Pardoen, A. Pineau, and B. Tanguy. Local approach to fracture. Les Presses de l'Ecole des Mines, 2004.
- [6] T.R. Bieler, A. Fallahi, B.C. Ng, D. Kumar, M.A. Crimp, B.A. Simkin, A. Zamiri, F. Pourboghrat, and D.E. Mason. Fracture initiation/propagation parameters for duplex TiAl grain boundaries based on twinning, slip, crystal orientation, and boundary misorientation. Intermetallics, 13 (9): 979–984, 2005.
- [7] R. Cao, H.J. Yao, J.H. Chen, and J. Zhang. On the mechanism of crack propagation resistance of fully lamellar TiAl alloy. Mat. Sc. Eng. A, 420 : 122–134, 2006.
- [8] K.S. Chan. Micromechanics of shear ligament toughening. Metal. Trans. A, 22A : 2021–2029, 1991.
- [9] K.S. Chan and Y.-W. Kim. Influence of microstructure on crack-tip micromechanics and fracture behaviors of a two-phase TiAl alloy. Metal. Trans. A, 23A : 1663–1677, 1992.
- [10] K.S. Chan and Y.-W. Kim. Effects of lamellae spacing and colony size on the fracture resistance of a fully-lamellar TiAl alloy. Acta metall. mater., 43 (2): 439–451, 1995.
- [11] N. Chandra, H. Li, C. Shet, and H. Ghonem. Some issues in the application of cohesive zone models for metalceramic interfaces. Int. J. Solids Struct., 39 (10): 2827–2855, 2002.
- [12] J.H. Chen, R. Cao, G.Z. Wang, and J. Zhang. Study on notch fracture of TiAl alloys at room temperature. Metal. and Mater. Trans. A, 35A : 439–456, 2004.
- [13] A. Cornec, M. Werwer, and V. Heitmann. Micromechanical modeling of deformation and fracture in lamellar gamma-TiAl alloys. Gamma Titanium Aluminides 2003, TMS, 2003.
- [14] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l'alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [15] V.Y. Gertsman and K. Tangri. Modelling of intergranular damage propagation. Acta Mater., 45 (10): 4107–4116, 1997.

- [16] M. Grah, K. Alzebdeh, P.Y. Sheng, M.D. Vaudin, K.J. Bowman, and M. Ostoj-Starzewski. Brittle intergranular failure in 2D microstructures: experiments and computer simulations. Acta Mater., 44 (10): 4003–4018, 1996.
- [17] A. Hilleborg, M. Moder, and P.E. Petersson. Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. Cem. Concr. Res., 6: 773782, 1976.
- [18] B.N. Kim and S. Wakayama. Simulation of microfracture process of brittle polycrystals: microcracking and crack propagation. Comp. Mater. Sc., 8: 327–334, 1997.
- [19] X. H. Lin, Y. L. Kang, Q. H. Qin, and D. H. Fu. Identification of interfacial parameters in a particle reinforced metal matrix composite Al606110%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by hybrid method and genetic algorithm. Comp. Mat. Sc., 32: 47–56, 2005.
- [20] Y.H. Lu, Y.G. Zhang, L.J. Qiao, Y.-B. Wang, C.Q. Chen, and W.Y. Chu. In-situ TEM study of fracture mechanisms of polysynthetically twinned (PST) crystals of TiAl alloys. Mat. Sc. Eng. A, 289: 91–98, 2000.
- [21] Y. Mi, M.A. Crisfield, G.A.O. Davies, and H.B. Hellweg. Progressive delamination using interface elements. J. Compos. Mater., 32: 12461272, 1998.
- [22] A. Needleman. An analysis of tensile decohesion along an interface. J. Mech. Phys. Solids, 38: 289324, 1990.
- [23] B.C. Ng, B.A. Simkin, M.A. Crimp, and T.R. Bieler. The role of mechanical twinning on microcrack nucleation and crack propagation in a near-small  $\gamma$  TiAl alloy. Intermetallics, 12 (12): 1317–1323, 2004.
- [24] A. Roos, J.-L. Chaboche, L. Gélébart, and J. Crépin. Multiscale modelling of titanium aluminides. Int. J. Plast., 20: 811–830, 2004.
- [25] B.A. Simkin, M.A. Crimp, and T.R. Bieler. A factor to predict microcrack nucleation at  $\gamma$ - $\gamma$  grain boundaries in TiAl. Scripta Mater., 49 (2): 149–154, 2003.
- [26] W. Spychalski, K.J. Kurzydowski, and B. Ralph. Computer study of inter- and intragranular surface cracks in brittle polycrystals. Mater. Charac., 49: 45–53, 2002.
- [27] V. Tvergaard and J.W. Hutchinson. The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elasticplastic solids. J. Mech. Phys. Solids, 40: 13771397, 1992.
- [28] V. Tvergaard and J.W. Hutchinson. The influence of plasticity on mixed mode interface toughness. J. Mech. Phys. Solids, 41: 11191135, 1993.
- [29] P. Wang, N. Bhate, K.S. Chan, and K.S. Kumar. Colony boundary resistance to crack propagation in lamellar Ti-46Al. Acta Mater., 51: 1573–1591, 2003.
- [30] M. Werwer and A. Cornec. Numerical simulation of plastic deformation and fracture in polysynthetically twinned (PST) crystals of TiAl. Comput. Mater. Sc., 19: 97–107, 2000.
- [31] W. Xuan, W.A. Curtin, and A. Needleman. Stochastic microcrack nucleation in lamellar solids. Eng. Fract. Mech., 70: 1869–1884, 2003.
- [32] M. Yamaguchi, H. Inui, S. Yokoshima, K. Kishida, and D.R. Johnson. Recent progress in our understanding of deformation and fracture of two-phase and single-phase TiAl alloys. Mater. Sc. and Eng., A213: 25–31, 1996.
- [33] M.H. Yoo and K. Yoshimi. An empirical model for ideal work of adhesion: transition-metal aluminides and silicides. Intermetallics, 8: 1215–1224, 2000.

- [34] R.T. Zheng, Y.G. Zhang, and C.Q. Chen. Microcrack nucleation and its effect on plastic deformation of FL  $\gamma$ -TiAl alloy. J. Mater. Sc., 39: 1721–1725, 2004.



# Chapitre 7

## Conclusions et perspectives

### 7.1 Conclusions

Cette étude fut initiée par la constatation que les alliages de titane-aluminium possèdent des propriétés mécaniques très dépendantes de leur microstructure, qui reste difficile à maîtriser. La nature de cette dernière peut varier d'un endroit à l'autre d'une pièce (comme par exemple les aubes de turbine), notamment dans le cas d'une élaboration par fonderie, générant ainsi une forte hétérogénéité dans la distribution des déformations et contraintes locales tout comme de la résistance à l'endommagement. Une meilleure compréhension de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique et la tenue à la rupture pourrait donc permettre d'optimiser le dimensionnement de ces structures ou l'architecture microstructurale nécessaire à l'obtention des propriétés mécaniques désirées.

Afin de tenter de répondre à cette question, une méthodologie de couplage entre simulations numériques de polycristaux et mesures de champs à l'échelle de la microstructure, introduite au cours de la thèse de Gélébart [1], a été développée au cours de ce travail. Il s'agit d'optimiser les coefficients de la loi de comportement cristalline des matériaux étudiés par une comparaison, non seulement à l'échelle de la structure (ici l'éprouvette), mais également à celle de l'agrégat polycristallin. Cette dernière comparaison fait l'originalité de ce travail et permet de s'assurer de rendre compte au mieux de l'hétérogénéité des champs mécaniques intracristallins, nécessaire pour l'étude de l'endommagement. Ce couplage a donc dans un premier temps été mis en place puis validé sur des cas simples virtuels avant qu'il soit envisagé de l'appliquer aux aluminures de titane.

#### Mise en place du couplage expériences-simulations

Ce couplage, détaillé dans le chapitre 2, fait *dialoguer* les calculs par éléments finis avec les essais expérimentaux. Pour cela, les techniques de mesures de champs cristallographiques par EBSD, de champs de déformations par microextensométrie et de calculs par éléments finis sont coordonnées via la mise en place d'outils numériques tel qu'un mailleur automatique. Puis la microstructure réelle, telle qu'obtenue par EBSD, est introduite dans la simulation numérique. Une sollicitation, reproduisant la sollicitation expérimentale sur la microstructure maillée, est ensuite appliquée. Enfin les écarts entre les résultats numériques et expérimentaux, que ce soit à l'échelle du V.E.R ou à celle des champs de déformations intracristallins, sont minimisés via l'utilisation d'une fonction coût préalablement choisie.

Lors de la mise en place de cette méthodologie, plusieurs interrogations sont apparues et il nous a semblé nécessaire d'essayer d'y répondre avant toute tentative d'application de cette dernière au TiAl. La première, et peut-être la plus importante, concerne la question de l'influence de la microstructure sous la surface. La microstructure ne pouvant être observée qu'en surface par la technique expérimentale utilisée, une extrusion du maillage de surface dans la troisième dimension ne peut donc raisonnablement pas prétendre rendre compte de la distribution des grains situés sous cette dernière. Se pose donc la question de l'influence de cette microstructure *cachée* sur les champs de déformation mesurés en surface. La deuxième question provient de l'application des conditions aux limites sur les bords du maillage. Les déplacements, en tout point, étant connus de manière discrète, à différents taux de déformation moyenne dans le cas d'essais in-situ ou bien après décharge dans le cas d'essais sur machines conventionnelles, une évolution linéaire en fonction du temps de ces déplacements était utilisée. Cette hypothèse, fortement restrictive, a généré un comportement inapproprié, notamment l'apparition d'un champ de contraintes biaxiales dans la zone élastique, ce qui a nécessité la mise en place de procédures de correction adaptées.

De plus, une autre interrogation consistait en une évaluation du seuil minimal de la fonction coût (tenant compte des différentes incertitudes des résultats expérimentaux et numériques), au delà duquel il n'est plus nécessaire de minimiser les écarts. Les résultats de ces trois études sont présentés ci-après.

### **Validation de la méthode - Etape 1 : Etude de l'influence de la microstructure sous la surface**

Afin de réaliser cette première étape de la validation de la méthodologie, un logiciel de simulations de microstructures a été mis en place. En effet, la plupart des logiciels couramment utilisés dans la littérature semblait ne pas pouvoir modéliser des microstructures complexes telles que celles qui sont observées dans les alliages de TiAl. D'autre part, très peu d'auteurs s'intéressaient à prendre en compte la texture cristallographique du matériau. Ces deux paramètres, en plus de la volonté d'utiliser une surface expérimentale dans nos simulations numériques étaient les trois conditions qui ont mené à la réalisation du logiciel *Micro3D*, fruit d'une collaboration intense de divers acteurs au sein de l'équipe micromécanique du LMS. Les premières lignes ont ainsi été écrites par N. Bilger puis complétées par L. St-Pierre (co-encadré par M. Dexet et l'auteur) durant son stage de fin d'études d'ingénieur. Ce logiciel a permis de simuler plusieurs agrégats polycristallins possédant une même surface mais des microstructures sub-surfaciques différentes. Ces travaux, en compléments de ceux de Zeghadi [2], montrent une forte influence de la microstructure présente sous la surface sur les champs de déformations surfaciques. Cette information remettait donc en question toute la procédure mise en place.

Ainsi, afin de s'assurer de la non-représentativité d'un calcul sur une surface extrudée, un calcul sur agrégat 3D a été utilisé comme résultat de référence et assimilé à un résultat expérimental. Cela permettait d'avoir des champs *expérimentaux* connus dans leur ensemble, c'est-à-dire la connaissance de la microstructure en surface et sous la surface, des champs de déformations en surface, de l'évolution des déplacements des noeuds en fonction du temps et de la réponse mécanique moyenne de l'ensemble de l'agrégat. Une telle démarche permet, de plus, de s'affranchir des incertitudes sur les mesures expérimentales.

La méthodologie a ensuite été appliquée en ne prenant qu'une partie de la surface de cet agrégat 3D. Cette surface, qui est ensuite extrudée pour réaliser un maillage, sera alors

soumise aux conditions aux limites surfaciques issues du calcul précédent... Cette étude montre que l'utilisation de conditions aux limites expérimentales sur une partie de la surface extrudée permet de prendre en compte non seulement l'interaction des grains de la surface connexes à la microstructure maillée mais également l'interaction des grains situés sous la surface. Par cette méthode, l'utilisation d'une surface extrudée semble donc suffisante en vue de l'identification des coefficients de la loi de comportement (cission critique et écrouissage) par comparaison avec les mesures de champs de déformations.

### **Validation de la méthode - Etape 2 : Etude de l'influence de l'évolution des conditions aux limites**

La deuxième étape de cette validation du couplage consiste en la détermination d'une évolution plausible des conditions aux limites entre le temps  $t_0$  et le temps  $t_1$  situé à un niveau de déformation moyen supérieur à la limite élastique. En effet, à cause de la base de mesure choisie (quelques micromètres), les incertitudes de mesures sur les valeurs des déformations dans le domaine élastique s'avèrent être trop élevées, empêchant ainsi toute tentative de mesure de champs réalistes. Nous devons donc inventer une évolution du chargement afin de rendre compte du passage de l'état  $t_0$  à l'état  $t_1$ . En effet, la seule linéarisation des composantes du champ de déplacements entre ces deux étapes, se traduit par une mauvaise description de l'évolution du rapport des déformations transverse sur longitudinale entraînant ainsi l'apparition d'un chargement biaxial global.

Si l'on souhaite identifier les coefficients correspondant aux cissions critiques des différents systèmes de glissement, il est donc important de représenter l'entrée en plasticité. Ainsi, différents types d'évolutions ont été comparées. Cette étude ne permet toutefois pas de donner une réponse définitive quant à l'évolution à adopter car elle a été testée sur un seul cas particulier d'agrégat. Cependant, elle montre l'importance de tenir compte de cette évolution des conditions aux limites en fonction du temps et donne des exemples de traitement de cette dernière.

### **Validation de la méthode - Etape 3 : Etude des incertitudes numériques et expérimentales pour la détermination du minimum de la fonction coût**

Afin de pouvoir comparer des quantités comparables, deux études parallèles ont été réalisées : (1) une étude systématique des incertitudes sur les mesures réalisées ainsi qu'une étude (2) de l'incertitude sur les résultats numériques. La première étude montre que, même dans le cas d'un protocole expérimental rigoureux, la corrélation d'images faite à partir d'images numériques prises avec un microscope électronique à balayage génère des incertitudes maximales qui sont de l'ordre de 0,1 pixel. Ainsi, l'incertitude expérimentale dépend de la résolution des images et de leur grandissement. Pour avoir une précision maximale sur les déplacements, un fort grandissement doit être choisi ou une base de mesure plus grande pour le calcul des déformations. Dans ce dernier cas cependant, l'augmentation de la précision de la mesure est réalisée au détriment de la localisation de la mesure.

En ce qui concerne l'étude numérique, un calcul des écarts sur les résultats en surface dans le cas de l'utilisation de différents maillages a été réalisé. Ces résultats montrent que l'utilisation d'un maillage plus raffiné que la taille de la base de mesure expérimentale n'est peut-être pas utile car cela modifie les résultats numériques d'une valeur inférieure ou égale à celle obtenue sur les résultats expérimentaux. D'autre part, l'utilisation de mauvaises conditions aux limites génère des erreurs nettement supérieures à celles qui sont obtenues

pour le raffinement du maillage.

L'erreur la plus importante provient de la superposition entre les images EBSD et les images de microgrilles. En effet, la cartographie EBSD étant obtenue dans des conditions de tilt à  $70^\circ$  et un balayage de la surface très lent, celles-ci entraînent des distorsions d'image. L'application d'une fonction de transformation est donc nécessaire pour la superposition des deux champs. L'image des microgrilles étant prise dans des conditions d'acquisition meilleures, il est conseillé de transposer les coordonnées des points de l'EBSD dans le repère des images MEB.

### **Etude de la plasticité des TiAl :**

Pour l'étude de l'influence de la microstructure sur le comportement élasto-plastique des alliages TiAl, quatre microstructures étaient à disposition. Ces quatre microstructures proviennent d'alliages de composition Ti-48Al-2Cr-2Nb et Ti-47Al-2Cr-2Nb et de deux voies d'élaboration différentes : fonderie et métallurgie des poudres (par DMMPONERA). L'étude mécanique de ces quatre microstructures avait pour but d'identifier l'effet de la composition chimique vis-à-vis de l'effet de la méthode d'élaboration sur les propriétés mécaniques des échantillons. Le montage expérimental utilisé a permis de réaliser des mesures de déformation sur des essais de compression à trois échelles différentes : macroscopique (échelle de la structure), mésoscopique (échelle de la macro-structure) et microscopique (échelle de la microstructure).

Ces résultats mettent en évidence différentes influences du matériau sur la réponse mécanique. En effet, alors que les résultats macroscopiques montrent un effet beaucoup plus important de la composition chimique sur la limite élastique des échantillons, les mesures de champs de déformation à l'échelle mésoscopique mettent en évidence une plus forte hétérogénéité dans le cas des matériaux élaborés par voie fonderie que dans le cas d'une élaboration par métallurgie des poudres pour une même composition chimique. Cet effet est dû à la forte texture, aussi bien cristallographique que morphologique, provenant de l'élaboration par fonderie qui débouche sur une microstructure majoritairement lamellaire, avec des lamelles alignées perpendiculairement à la direction de solidification, présentant ainsi une macrohétérogénéité.

En ce qui concerne les résultats à l'échelle microscopique, aucune différence notable n'est apparue entre le mode de localisation des déformations pour les quatre microstructures étudiées à cette échelle. Dans tous les cas, la déformation se localise en bandes dans la direction des lamelles pour les grains lamellaires avec une intensité d'autant plus importante que les lamelles sont bien orientées par rapport à la direction de sollicitation, c'est-à-dire proches de  $45^\circ$ . En ce qui concerne les grains monophasés  $\gamma$ , les joints de macle ou de pseudo-macle (restes de la transformation d'un grain lamellaire en grain monophasé  $\gamma$ ) jouent un rôle de barrière à la transmission de la déformation, générant ainsi une concentration de cette dernière à ces joints. L'origine exacte de cette localisation n'a pas été étudiée en détails mais deux des hypothèses que l'on pourrait émettre sont d'une part la présence d'une hétérogénéité chimique, liée aux phénomènes de diffusion mis en jeu au voisinage de cette interface, ou encore, d'autre part, la présence d'une concentration de contraintes due à l'anisotropie de comportement entre variants de  $\gamma$ , engendrant ainsi l'activation des systèmes de dislocations. D'autres bandes de localisation sont observées dans les gros grains  $\gamma$  et là aussi peuvent avoir deux origines : la présence d'anciens variants de  $\gamma$  qui auraient une taille trop fine (inférieure au micromètre) pour être visibles à l'EBSD ou plus

probablement l'apparition de mâcles.

L'utilisation d'un détecteur d'émission acoustique a permis de mettre en évidence un même schéma d'évolution dans le processus de déformation : il y a pour chaque microstructure (toutefois à vérifier pour la microstructure de 48F pour laquelle la mesure acoustique n'a pas été concluante), une forte activité du maclage à l'entrée en plasticité macroscopique du matériau.

### **Etude de la fissuration des alliages TiAl :**

Afin de permettre l'étude de la fissuration et notamment du mode de propagation des fissures au sein des différentes microstructures de TiAl, un montage spécifique a été mis en place. Celui-ci permet, par le biais du collage d'une plaque d'aluminium de ductilité plus importante que le TiAl, de ne pas avoir à pré-fissurer les éprouvettes de flexion, ce qui a permis de contrôler l'avancée de la fissure et donc d'étudier aussi bien l'amorçage que la propagation des fissures. Pour chaque microstructure, le mode de propagation semble identique : les fissures ont tendance à suivre la direction du grand axe (surfaccique) des lamelles pour les grains lamellaires. En ce qui concerne les grains monophasés  $\gamma$ , la propagation est, dans la plupart des cas, intragranulaire et suit les plans de type  $\{111\}$ . Différents critères provenant de la littérature ont été énoncés et, dans le cas des microstructures monophasées  $\gamma$ , vérifiés. Il a été montré que les mâcles (apparaissant juste à l'entrée en plasticité selon les essais de compression) jouaient un rôle important dans l'initiation des fissures. Ces dernières créent localement une concentration de contraintes lors de leur intersection avec les joints de grains, créant ainsi une initiation de microfissures pouvant se propager le long de ces mêmes joints.

L'utilisation d'éléments cohésifs, testée ici sur des cas simples de microstructures lamellaires avec l'utilisation de lois de comportement élastique (isotrope et anisotrope) et plastique cristalline, montre son intérêt pour la simulation de la propagation de fissures dans les microstructures. Les cas étudiés permettent de mieux comprendre les différents types de propagation en simulant des microstructures tests, et notamment la création de ligaments dans les grains lamellaires. L'utilisation de la plasticité cristalline, bien que peu étudiée ici, permettrait d'accommoder les concentrations de contraintes locales et de retarder ainsi la décohésion des interfaces.

## **7.2 Perspectives**

### **Pour l'étude de la plasticité des TiAl**

La procédure ayant été mise en place et sa pertinence validée, il serait maintenant nécessaire de l'appliquer aux différentes microstructures d'alliages TiAl étudiées et vérifier ainsi l'effet de la composition chimique sur les paramètres de cission critique et d'écrouissage. Les résultats expérimentaux obtenus semblent indiquer une cission critique différente suivant la composition chimique mais des paramètres d'écrouissage équivalents. Ces constatations expérimentales devraient ainsi être confirmées par l'identification des coefficients des lois de comportement. Suite à cette identification des paramètres mécaniques et à l'aide du programme de simulation de microstructures mis en place, une étude du comportement mécanique en plasticité de différentes microstructures aux caractéristiques morphologiques

ou cristallographiques différentes permettrait de mettre en évidence les caractéristiques microstructurales à privilégier pour une meilleure tenue mécanique de ces alliages.

### **Amélioration de la modélisation**

Avant ceci, une étude en vue de l'amélioration de la loi de comportement cristalline pourrait être envisagée. En effet, la loi utilisée dans les calculs présentés est relativement simple, elle comporte un écrouissage linéaire et les effets d'écrouissage latent ne sont pas considérés (matrice d'interaction diagonale). Ces hypothèses peuvent être très restrictives et une amélioration de cette loi semble nécessaire, en particulier pour prendre en compte l'influence forte du développement des mâcles dans les grains  $\gamma$  sur les dislocations et superdislocations. La rotation du réseau cristallin n'a pas été prise en compte dans les modélisations et une étude de son influence pourrait s'avérer nécessaire notamment pour mieux rendre compte des concentrations de contraintes aux joints des grains (paramètre important pour la modélisation de la propagation des fissures), concentrations de contraintes qui pourraient diminuer considérablement avec l'utilisation des rotations cristallines.

### **Amélioration du couplage**

La plus grande source d'incertitudes mise en évidence est le passage entre les informations microstructurales de l'analyse EBSD (nécessaires à la réalisation du maillage et à l'alimentation de la loi de comportement) avec celles obtenues par corrélation d'images numériques acquises avec le MEB (et donc les champs de déformations et de déplacements pour les conditions aux limites). Des améliorations pourraient être testées en analysant une grille de plus petite surface limitant ainsi les distorsions ; une augmentation de la vitesse de traitement pourrait également être envisagée, en optimisant les paramètres (pas de balayage par exemple) en fonction de la microstructure (taille de grains, diffraction, ...). L'amélioration de la fonction de transformation, permettant le calcul des coordonnées d'un repère dans le second, permettrait également de minimiser cette source d'erreurs.

### **Amélioration de la méthode d'optimisation**

Une étude de la sensibilité à la définition de la fonction coût devra également être réalisée. Celle-ci a été initiée par l'étude numérique de la comparaison d'une surface extrudée avec l'agrégat 3D associé, et devrait être maintenant poursuivie en intégrant les incertitudes sur les mesures expérimentales ainsi qu'en tentant de minimiser l'influence des erreurs expérimentales en ne prenant pas en compte les points proches de joints de grains par exemple, ou encore en moyennant les informations dans chaque grain.

### **Etude de la fissuration des TiAl**

L'étude de l'émission acoustique lors des essais de compression a permis de mettre en évidence l'activité du maillage à l'entrée en plasticité. La revue bibliographique ainsi que l'application des critères de propagation de la littérature aux matériaux étudiés nous incite à penser que le maillage aurait un rôle important sur l'amorçage des fissures dans les microstructures de TiAl. Une autre étude, initialement envisagée, pour confirmer cette hypothèse consisterait en la détection de l'émission acoustique de ces mêmes matériaux dans le cas des essais de traction ou de flexion. La comparaison entre les caractéristiques des signaux acoustiques obtenus en compression à l'entrée en plasticité avec ceux qui seraient éventuellement émis lors d'essais allant jusqu'à rupture de l'éprouvette permettrait de

savoir s'il y a émission de mâcles avant rupture et dans l'affirmative, à quel moment elles apparaissent vis-à-vis de la rupture.

De la même manière que pour l'étude de la plasticité, les résultats de calculs sur microstructures réelles avec intégration d'éléments cohésifs et utilisation de la loi de comportement cristalline identifiée sur les essais de compression peuvent être comparés aux résultats d'essais de propagation de fissure. La minimisation de la différence essais / calculs permettrait d'identifier les coefficients de la loi de comportement de la zone cohésive et d'en déduire des critères de ténacité locale, cohérents à la fois avec une ténacité globale (au sens de la propagation de fissure macroscopique) et une ductilité / fragilité globale (observée classiquement dans les essais de traction sur éprouvettes lisses).

*En résumé, afin d'apporter une réponse à l'objectif original de cette étude, à savoir la meilleure compréhension de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages TiAl, une méthodologie de couplage entre mesures de champs et calculs polycristallins a été développée. Cette dernière, à l'état embryonnaire il y a trois ans, a été analysée en détails et a pu être en partie validée grâce, entre autres, à la mise en place d'outils de simulation de microstructures réalistes. Après quelques études statistiques encore nécessaires afin d'évaluer le taux de réussite de cette méthodologie, cette dernière pourra être utilisée pour l'étude du comportement élasto-plastique des matériaux polycristallins grâce à l'identification des paramètres de la loi de comportement cristalline. Cette identification pourra être réalisée par minimisation de la différence entre les résultats numériques avec les résultats des essais mécaniques réalisés ici.*

*La connaissance des lois de comportement permettant de reproduire aussi bien le comportement macroscopique que les hétérogénéités des champs mécaniques microstructuraux, permettra de mettre en évidence les caractéristiques microstructurales à préconiser pour avoir une résistance mécanique optimale pour des conditions données. Cette conclusion pourra être établie grâce à la simulation numérique de microstructures réalistes possédant différentes caractéristiques (par ex. différents pourcentages de phase lamellaire, textures cristallographiques et morphologiques, ...).*

*De la même manière que pour l'étude précédente, la détermination des paramètres des éléments de zone cohésive, permettant de simuler l'initiation et la propagation des fissures pourra être réalisée par la comparaison avec les résultats expérimentaux présentés ici. Ainsi, la tenue à l'endommagement de différents types de microstructures pourra également être établie. Le diagramme de la dépendance des propriétés mécaniques à la microstructure établi par Kim (cf. §2.1.4, page 31) sera ainsi éclairci.*



# Bibliographie

- [1] L. Gélébart. Approche multi-échelles du comportement mécanique de l'alliage Ti-Al48-Cr2-Nb2. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France, 2002.
- [2] A. Zeghadi. Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, France, 2005.