



HAL
open science

Comportement mécanique du cobalt polycristallin : transformation de phase et effets de taille.

Pierre-Antoine Dubos, Eric Hug, Michel Coret, Jamal Fajoui, David Gloaguen, Baptiste Girault, Clément Keller, Mayerling Martinez Celis

► To cite this version:

Pierre-Antoine Dubos, Eric Hug, Michel Coret, Jamal Fajoui, David Gloaguen, et al.. Comportement mécanique du cobalt polycristallin : transformation de phase et effets de taille.. 25e Congrès Français de Mécanique, Nantes, 29 août-2 septembre 2022, Association française de mécanique, Aug 2022, Nantes, France. hal-04280093

HAL Id: hal-04280093

<https://hal.science/hal-04280093>

Submitted on 10 Nov 2023

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.

Comportement mécanique du cobalt polycristallin : transformation de phase et effets de taille.

P.A. DUBOS^a, E. HUG^b, M. CORET^a, J. FAJOU^a, D. GLOAGUEN^a, B. GIRAULT^a, C. KELLER^c, M. MARTINEZ CELIS^b

- a. Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (UMR CNRS 6183), Nantes Université, Centrale Nantes, F-44600 Saint-Nazaire, France. pierre-antoine.dubos@univ-nantes.fr, michel.coret@ec-nantes.fr, jamal.fajoui@univ-nantes.fr, david.gloaguen@univ-nantes.fr, baptiste.girault@univ-nantes.fr
- b. Laboratoire de Cristallographie et Sciences des Matériaux (UMR CNRS 6508), ENSICAEN, Université de Caen, 6 Bd Maréchal Juin, 14050 Caen, France. eric.hug@ensicaen.fr, mayerling.martinez@ensicaen.fr
- c. Laboratoire de Génie de Production, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, 65000, Tarbes, France. clement.keller@enit.fr

Résumé :

Le cobalt polycristallin est un métal de structure hexagonale compacte (HC) qui présente un rapport c/a proche de celui d'une structure compacte idéale et une énergie de faute d'empilement faible, lui conférant des mécanismes de déformations particuliers. Dans cette étude, le comportement mécanique d'une tôle de 500 μm d'épaisseur brute de laminage est étudié. La microstructure initiale présente un état biphasé avec la présence de la phase haute température cubique à faces centrées (CFC) qui persiste à température ambiante. Un suivi in situ de ces phases par diffractions des rayons X et des neutrons lors d'une sollicitation en traction a permis de mettre en évidence que la phase CFC résiduelle était transformable dès lors que la plasticité débute.

Dans un deuxième temps, des traitements thermiques ont été réalisés afin de stabiliser la phase CFC et de permettre une croissance granulaire dans le but d'étudier l'effet du nombre de grains dans l'épaisseur de la tôle sur le comportement mécanique. Un abattement important des propriétés mécaniques est observé dès la fin de l'élasticité lorsque le nombre de grains dans l'épaisseur devient inférieur à 14, valeur en bon accord avec l'énergie de faute d'empilement du matériau et les études précédentes sur les matériaux CFC de nos équipes. Du fait de la stabilisation de la phase CFC, la transformation de phase induite par la déformation n'intervient pas et laisse uniquement le glissement basal et le maclage dans la phase HC comme mécanismes prépondérants. Le comportement mécanique macroscopique prenant en compte ces effets de taille est modélisé par un modèle composite qui fait intervenir un adoucissement surfacique, responsable de la dégradation des propriétés, et qui est en bonne adéquation avec des mesures de nanodureté réalisés dans l'épaisseur de différents échantillons.

Mots clés : cobalt, transformation de phase, plasticité, diffraction, comportement mécanique

1 Introduction

Parmi tous les matériaux de structures cristallines hexagonales, le cobalt a été beaucoup moins étudié mais présente un intérêt particulier en raison de ses propriétés mécaniques et magnétiques spécifiques qui en font un bon candidat pour les systèmes et composants miniaturisés. Le cobalt est également intéressant à étudier d'un point de vue académique car il présente un point de fusion beaucoup plus élevé et une énergie de défaut d'empilement très faible par rapport aux autres métaux hexagonaux [1].

Les courbes d'érouissage du cobalt polycristallin présentent deux étapes distinctes dans le régime de plasticité. Le glissement basal est le seul mode activé dans le cobalt [2]. Le glissement des dislocations basales sur le système cristallographique $\{0001\} \langle 12\bar{1}0 \rangle$ est le mécanisme dominant dans la première étape de l'érouissage. Après une certaine quantité de déformation plastique, en raison du nombre limité de systèmes de glissement disponibles, le processus de maclage se produit dans la deuxième étape d'érouissage comme alternative au glissement. Plusieurs modes de maclage se produisent dans le cobalt, mais le maclage dans les plans $\{10\bar{1}2\}$ s'avère être le mode majoritaire [3] en raison de son faible cisaillement [4]. Les effets de taille dans ce type de métal, par exemple l'impact du rapport t/d (épaisseur sur taille de grains) sur les régimes de glissement et de maclage, méritent une attention particulière.

Le cobalt polycristallin de haute pureté présente une transformation allotropique (réversible et sans diffusion) de la phase HC à la phase CFC vers 713 K (transformation austénitique). La transformation inverse, de la phase CFC à la phase HC (appelée transformation martensitique), se produit approximativement à 603 K. Les transformations du cobalt entraînent une hystérésis de température qui dépend du nombre de cycles thermiques appliqués [5,6].

La plupart du temps, la transformation martensitique du cobalt reste incomplète. Par conséquent, une phase CFC résiduelle persiste à température ambiante en association avec la phase HC prédominante.

Sanderson [7] a étudié les propriétés de traction du cobalt polycristallin à température ambiante afin de stabiliser la phase HC, en utilisant différentes proportions volumiques initiales de phase CFC résiduelle, tailles de grain et puretés d'échantillons. Il a trouvé que la fraction volumique de la phase CFC résiduelle du cobalt polycristallin, à température ambiante, dépend de l'histoire thermique, de la pureté et de la taille de grain. Marx *et al.* [8] ont étudié par diffraction des rayons X (DRX) la transformation de phase induite par la déformation, à température ambiante, dans un film de 2 μm d'épaisseur déposé sur un substrat de polyimide, en utilisant des tests de traction *in situ*. Ils ont montré que la phase métastable CFC non transformée était réduite de 51 % à 8 % lorsque la déformation macroscopique totale augmentait de 2 % à 8 %.

L'effet de la déformation sur la transformation de phase à température ambiante est présenté. Des essais de traction *in situ* sous DRX ont été utilisés pour étudier l'influence des mécanismes d'érouissage sur les transformations de phase.

2 Transformation de phase induite par la plasticité : état de réception

Des feuilles commerciales de cobalt polycristallin (Goodfellow Company) de haute pureté (99,9 % en poids), laminées à froid de 500 μm d'épaisseur et à l'état recristallisé, ont été utilisées pour la présente étude.

Les examens métallographiques du matériau à l'état de réception ont révélé que la taille moyenne des grains est d'environ 24 μm , avec un écart-type de 12 μm . Il apparaît que la microstructure initiale présente deux ensembles de formes de grains correspondant aux deux phases (HC et CFC).

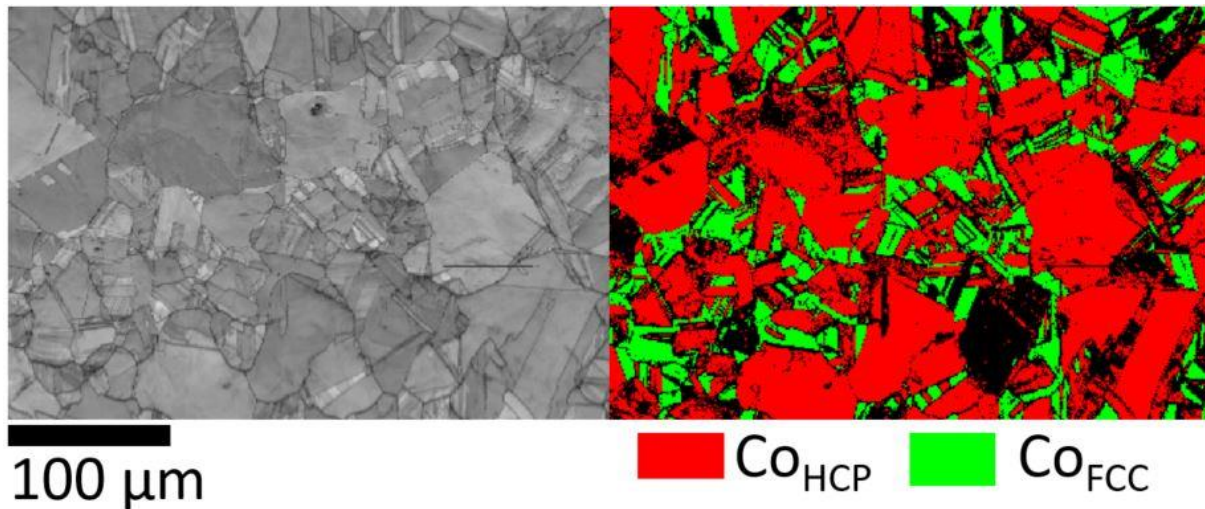


Figure 1 : Carte de qualité d'image (IQ) EBSD et cartographie de phase de la microstructure du cobalt tel que reçu. [9]

Des essais de traction monotone uniaxiale *in situ* ont été réalisés, à température ambiante, pour étudier l'influence de la déformation élastoplastique sur la transformation allotropique. Ces essais mécaniques ont été réalisés sur un dispositif DEBEN, équipé d'une cellule de charge de capacité 5 kN, et contrôlé par le déplacement entre les mâchoires de serrage. Les éprouvettes de traction ont été usinées par électroérosion avec une section calibrée de 26 mm de longueur, 7 mm de largeur et 0,5 mm d'épaisseur. Un mouchetis de peinture a été appliqué sur les échantillons et des images ont été enregistrées pendant l'essai. Les champs de déformations ont été mesurés par corrélation d'images numériques et la déformation totale macroscopique correspond à la moyenne des champs.

Les échantillons ont été déformés par étapes successives jusqu'à 7,8 % avec une vitesse de d'allongement de 0,2 mm/min. À chaque étape de déformation, et après une relaxation des contraintes d'environ 20 minutes afin d'obtenir des champs mécaniques stables sur l'ensemble du volume de diffraction, les images de la caméra ont été prises et les diffractogrammes ont été réalisés avec un angle 2θ allant de 60° à 106° avec un pas de $0,05^\circ$ et un temps de comptage de 126 s/pas.

Les profils des pics expérimentaux de DRX ont été ajustés par une fonction Pseudo-Voigt qui prend en compte le doublet $K_{\alpha 1(Cu)}-K_{\alpha 2(Cu)}$ [10]. Pour chaque pic de diffraction, le bruit de fond a été ajusté par une fonction polynomiale d'ordre 2. Avant l'analyse du profil des pics, des corrections angulaires (facteurs de Lorentz, de polarisation et d'absorption) ont également été appliquées [11].

La fraction volumique de la phase CFC a été déterminée pour chaque point de mesure en utilisant l'équation telle que formulée par Bonarski *et al.* [12] :

$$f^{CFC} = \left(1 + \frac{I_{hkl}^{HC} R_{hkl}^{CFC}}{I_{hkl}^{CFC} R_{hkl}^{HC}} \right)^{-1}$$

où I_{hkl} est l'intensité intégrée du pic $\{hkl\}$ correspondant. R_{hkl} est la réflectivité du plan $\{hkl\}$, donnée par l'équation suivante :

$$R_{hkl} = \frac{1}{v^2} |F_{hkl}|^2 \left(\frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(2\theta)\cos(\theta)} \right) m \frac{e^{-2M}}{\mu}$$

où v est le volume de la maille unitaire (en \AA^3), F_{hkl} est le facteur de structure, 2θ est l'angle de Bragg considéré (en rad), m est le facteur de multiplicité des plans $\{hkl\}$, μ est le coefficient d'absorption linéaire (en cm^{-1}) et e^{-2M} est le facteur de Debye-Waller [1,13].

La fraction volumique des phases a été calculée à partir de plusieurs groupes de famille de plans, afin d'obtenir la distribution moyenne des phases et d'évaluer l'influence de la texture sur l'analyse quantitative des phases.

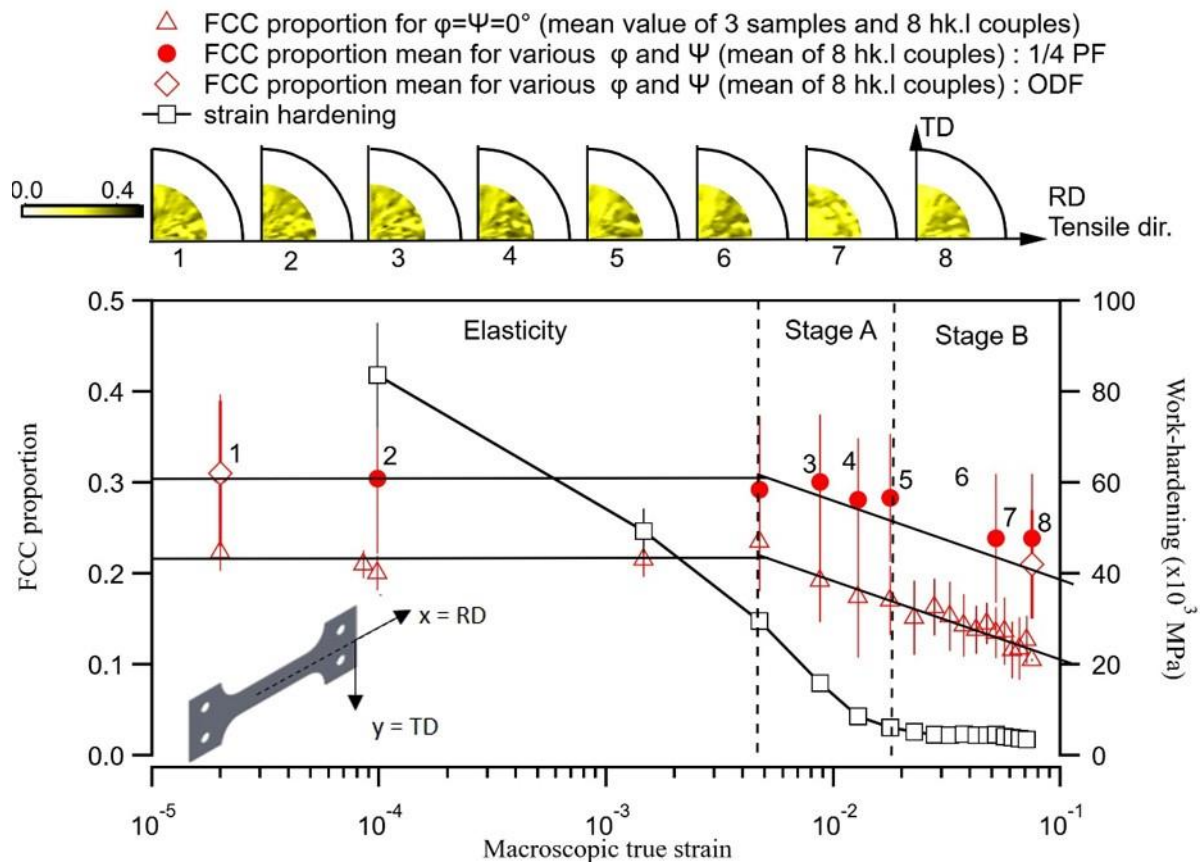


Figure 2 : Évolution de la transformation CFC → HC lorsque la déformation macroscopique augmente. Relation entre la proportion de phase CFC (triangle ouvert rouge) et les étapes de déformation illustrées par l'érouissage (carré ouvert noir). Suivi de l'anisotropie de la transformation de phase pour diverses (φ , ψ) orientations (cartes) pendant la déformation en traction avec les valeurs moyennes correspondantes (cercle plein rouge).[9]

La figure 2 met en évidence l'effet des mécanismes de déformation sur la transformation allotropique, pour un échantillon de traction déformé dans le sens du laminage [9,14]. La proportion de phase CFC résiduelle, déterminée à partir des spectres $\theta - 2\theta$ obtenus à ($\psi = 0^\circ$, $\varphi = 0^\circ$), est tracée (triangles ouverts) en fonction de la déformation macroscopique réelle. Cette figure montre une transformation de la phase CFC résiduelle initiale en phase HC, initiée par la plasticité. Du début du stade A à la fin du stade B, cette transformation se fait progressivement et linéairement avec le logarithme de la déformation macroscopique. Afin d'assurer la fiabilité et la reproductibilité des données expérimentales, les essais ont été répétés trois fois par trois chercheurs différents. L'évolution de la proportion de la phase CFC pendant le chargement de traction peut être modélisée par l'équation simple proposée ci-dessous :

$$f_{\text{FCC}} = a * \log(\epsilon) + b$$

où les coefficients sont $a = -0,089 \pm 0,006$, et $b = 0,017 \pm 0,01$, avec un coefficient de régression linéaire $R^2 = 0,93$. En comparaison, Sanderson a trouvé $a = -0,1$ et $b = 0,019$ pour des échantillons polycristallins avec une taille de grain de $10 \mu\text{m}$ [7]. La pente expérimentale est similaire dans l'étape A et dans l'étape B, ce qui permet de conclure que la transformation de phase ne semble pas être affectée par l'activation du maillage pendant l'étape B.

Afin de prendre en compte une évolution probable de la texture au cours du chargement mécanique et d'étudier l'anisotropie de la transformation de phase, la proportion de phase CFC est déterminée pour chacun des couples (ψ , φ) couvrant un quart de Figure de Pôle (FP) ($0^\circ < \psi < 55^\circ$, $0^\circ < \varphi < 90^\circ$) en utilisant les 8 couples de familles de plans. Les valeurs sont ensuite moyennées et les résultats sont tracés (cercles pleins rouges nommés 1/4 PF) sur la Fig 2. L'évolution de la proportion de phase montre la même

tendance que celle déterminée à ($\psi = 0^\circ$, $\varphi = 0^\circ$) pour les deux stades de plasticité, avec la même pente mais un coefficient b égal à $0,117 \pm 0,007$. Cependant, ces valeurs moyennes sont plus élevées en raison de l'influence de la texture sur la détermination quantitative de la proportion de phase. Des calculs de la proportion de phase prenant en compte la Fonction de Distribution des Orientations (FDO) (losanges rouges ouverts sur la Fig. 2) à partir de la FP complète recalculée ont été réalisés sur le matériau de réception et sur une éprouvette déformée à 0,078 afin de confirmer la pertinence des résultats obtenus sur un quart de FP expérimentale sous chargement. Au regard de la complexité expérimentale pour réaliser la FDO et puisque la texture ne change pas fondamentalement les résultats, le choix est fait de simplifier la quantification des proportions de phase à une seule position (i.e. $\psi = 0^\circ$, $\varphi = 0^\circ$).

3 Effets de taille : influence de la microstructure sur le comportement mécanique

Les feuilles de cobalt d'épaisseur $t = 500 \mu\text{m}$ ont d'abord été recuites à 1173 K pendant 1 heure. Le matériau ainsi obtenu est considéré comme l'état polycristallin initial. Les échantillons ont ensuite été soumis à des traitements thermiques à 1373 K avec des temps de maintien croissants afin de modifier la taille des grains d et donc le rapport t/d correspondant. Pour tous les traitements thermiques, la pression partielle d'oxygène a été maintenue inférieure à 10^{-6} mbar pour limiter l'oxydation des surfaces libres pendant le processus de recuit. Un refroidissement lent des échantillons à l'intérieur du four pendant 24 heures est obligatoire afin de contrôler la quantité de phase secondaire CFC restante. Cette phase en quantité autour de 9 %, ne se transforme pas sous l'action des chargements mécaniques imposés par la suite.

Des expériences de traction monotone uniaxiale ont été réalisées jusqu'à la rupture sur des éprouvettes d'une longueur calibrée de 20 mm. Les mesures de déformation ont été réalisées à l'aide d'un extensomètre. Tous les essais ont été réalisés avec l'axe de traction aligné avec la direction de laminage. Entre trois et six essais mécaniques ont été réalisés pour chaque état métallurgique et les valeurs moyennes des contraintes ont été reportées sur les tracés Hall-Petch (HP) et les courbes d'écrouissage. Une barre d'erreur de 5 % a été associée à chaque mesure de contrainte pour tenir compte de la dispersion expérimentale.

Des mesures de nanoindentation à travers l'épaisseur de certains échantillons, en utilisant une matrice en quinconce, ont été réalisées avec un dispositif de nanoindentation MTS XP pour caractériser l'effet d'adoucissement des surfaces libres dans les échantillons multicristallins. Une pointe Berkovitch et une profondeur d'indentation constante de 500 nm ont été utilisées.

Sur la base des courbes de traction monotones, des tracés HP sont illustrés sur la Fig. 3, pour différentes déformations plastiques [15–17]. Deux régimes linéaires distincts sont mis en évidence pour les échantillons de 500 μm d'épaisseur, présents au tout début de la plasticité. Les deux régimes correspondent aux comportements polycristallin et multicristallin. Une régression linéaire sur les deux régimes nous permet de calculer les coefficients k et σ_0 de la relation HP qui relie la contrainte d'écoulement au niveau de déformation et à la taille de grain d :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k(\varepsilon)}{\sqrt{d}}$$

$\sigma_0(\varepsilon)$ et $k(\varepsilon)$ sont des paramètres du matériau et fonction de la déformation. Pour la limite d'élasticité ($\varepsilon = 0,002$), lorsque le rapport t/d est supérieur à une valeur critique $(t/d)_c = 14$, les constantes HP du cobalt en régime polycristallin prennent les valeurs $k_p = 245 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ et $\sigma_{0p} = 211 \text{ MPa}$, en accord avec les quelques résultats expérimentaux disponibles dans la littérature [7]. Lorsque $t/d < 14$, k prend des valeurs plus élevées ($k_m = 1590 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) que pour les échantillons polycristallins, ce qui indique une dépendance beaucoup plus prononcée de la contrainte à la taille des grains dans ce régime dit multicristallin.

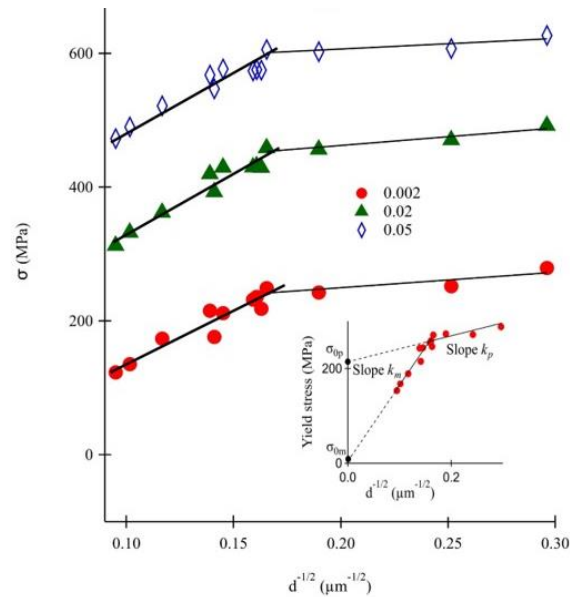


Figure 3 : Tracé HP pour plusieurs déformations du cobalt montrant la transition entre les comportements polycristallin et multicristallin ($t = 500 \mu\text{m}$). En médaillon, définition des deux stades distincts dans le tracé HP à la limite d'élasticité. [15,17]

Les mesures de nanoindentation effectuées sur l'épaisseur des échantillons multicristallins déformés plastiquement au stade A montrent une forte diminution de la dureté à proximité des surfaces libres (Fig. 4(a)).

L'échantillon correspondant à l'état polycristallin et déformé au stade A présente une dureté moyenne de 2.8 GPa sur toute l'épaisseur sans effets de surface prononcés (Fig. 4(b)). En ce qui concerne l'échantillon multicristallin, dans la région centrale, la même valeur moyenne de dureté que dans le polycristal est observée. Cependant, une diminution significative de la dureté sur les 100 μm plus proches de la surface libre est mise en évidence dans la Fig. 4(b). Dans ce cas, compte tenu des caractéristiques de l'échantillon ($t/d = 5$ et $t = 500 \mu\text{m}$), cette observation suggère que le gradient de contrainte correspondant n'est observé que dans le grain émergeant sur la surface libre.

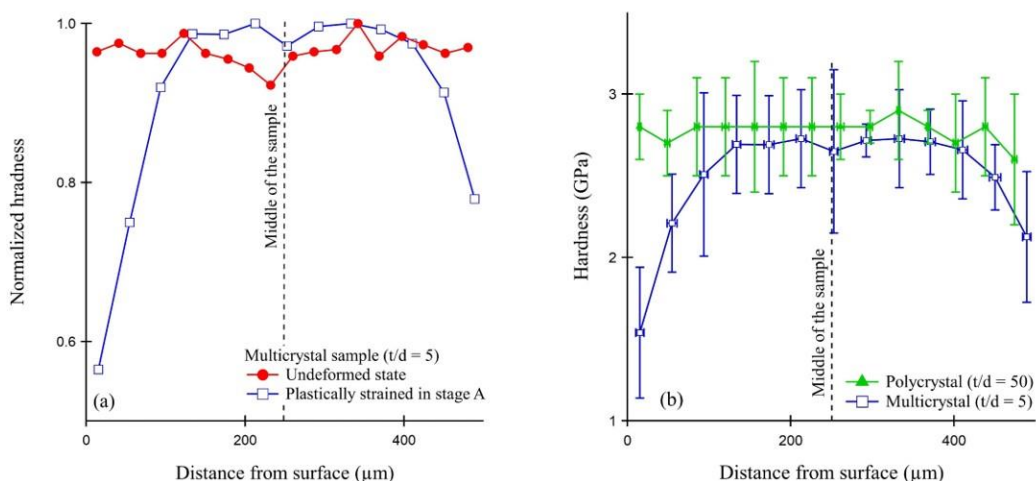


Figure 4 : (a) Valeurs de dureté normalisées à travers l'épaisseur d'un échantillon multicristallin non déformé et déformé dans le stade A. (b) Profils de dureté à travers l'épaisseur d'échantillons polycristallins et multicristallins déformés plastiquement dans le stade A ($t = 500 \mu\text{m}$). [17]

Les effets de surface peuvent être modélisés à l'aide d'un modèle composite analytique, suivant les travaux précédents de Yang *et al.* [18]. Ces auteurs ont considéré que les grains dans la région de la

surface se comportent différemment de ceux du coeur, ce qui conduit à un adoucissement mécanique du matériau près de la surface libre. En supposant que f_s est la fraction volumique du matériau affecté par adoucissement de la surface et f_c la fraction volumique de la région centrale (non affectée par les effets de surface), la contrainte globale appliquée à la section transversale peut être calculée, en première approximation, en utilisant la loi des mélanges entre les zones de surface et de coeur [19] :

$$\sigma = f_s \sigma_s + f_c \sigma_c$$

σ_s et σ_c sont les contraintes d'écoulement de la surface et du coeur, respectivement. Pour les échantillons à géométrie plate, le rapport σ/σ_c peut être écrit sous la forme suivante :

$$\frac{\sigma}{\sigma_c} = 1 - \frac{4\alpha d}{w} \left(\frac{1 + w/t}{2} - \frac{\alpha d}{t} \right) (1 - \beta)$$

α est le nombre de grains affectés par les effets de surface, $\beta = \sigma_s/\sigma_c$ et w est la largeur de l'échantillon. Cette dernière relation a été utilisée pour ajuster l'évolution du niveau de contrainte avec la déformation et le rapport t/d . Les résultats sont donnés dans la Fig. 5(a) où chaque valeur de contrainte a été normalisée par la valeur maximale la plus élevée représentative de l'état polycristallin. Il est montré que les effets de surface apparaissent pour un rapport t/d autour de 15, en accord avec les résultats précédents. De plus, ce rapport critique n'est pas très sensible à la déformation, comme observé dans les tracés HP [15].

Pour chaque rapport t/d et un niveau de déformation, les meilleurs ajustements des valeurs expérimentales sont obtenus pour des valeurs spécifiques de α et β . La Fig. 5(b) montre que pour un polycristal, α et β sont proches de 0 et 1, respectivement, et ce, indépendamment de la déformation, indiquant qu'aucun effet de surface ne se produit. Pour les multicristaux, α est maximal à la limite d'élasticité, avec une valeur proche de 1,2 pour $t/d = 5$ par exemple. Plus d'un grain est affecté par les effets de taille lorsque le cobalt commence à se déformer plastiquement. Les effets de surface deviennent moins prononcés lorsque la déformation augmente (α diminue jusqu'à 0,5), en accord avec les résultats expérimentaux concernant l'écrouissage [17]. En corrélation, β prend alors sa valeur minimale, montrant le fort effet adoucissant des surfaces pour les multicristaux.

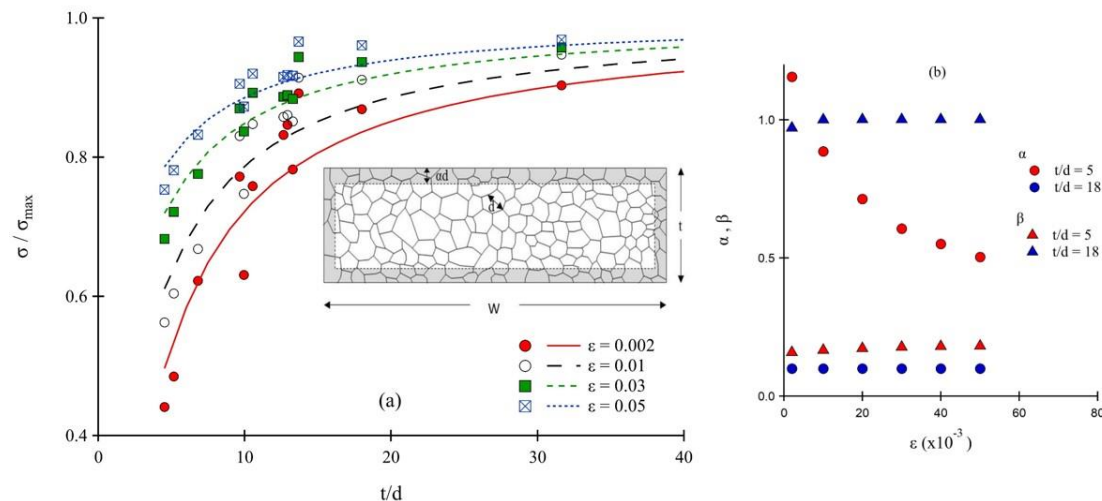


Figure 5 : (a) Évolution de la contrainte avec le rapport t/d pour diverses déformations plastiques et modèle analytique composite correspondant ($t = 500 \mu\text{m}$). En insert : section d'un échantillon plat rectangulaire de traction avec les paramètres géométriques correspondants, d'après Shin et ses collaborateurs [19]. (b) Paramètres α et β en fonction de la déformation plastique pour un multicristal ($t/d = 5$) et un polycristal ($t/d = 18$). [17]

4 Conclusion

Les principaux résultats de cette étude peuvent être synthétisés en deux points majeurs :

- L'état de réception présente une microstructure biphasée, avec une phase CFC métastable, qui se transforme en phase HC lors d'une déformation plastique sous un chargement de traction uniaxiale.
- Ce matériau lorsqu'il est recuit, présente une forte sensibilité aux effets des tailles, avec la mise en place d'un caractère multicristallin pour des échantillons avec moins de 14 grains dans l'épaisseur, et ce dès le début de la plasticité. La genèse de ce comportement est la mise en place d'un fort gradient de contrainte dans l'épaisseur.

Références

- [1] W. Betteridge, The properties of metallic cobalt, *Prog. Mater. Sci.* 24 (1980) 51–142. [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(79\)90004-5](https://doi.org/10.1016/0079-6425(79)90004-5).
- [2] A. Seeger, H. Kronmüller, S. Mader, H. Träuble, Work-hardening of hexagonal Close-packed crystals and in the easy glide region of face-centred cubic crystals, *Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys.* 6 (1961) 639–655. <https://doi.org/10.1080/14786436108244415>.
- [3] M. Martinez, G. Fleurier, F. Chmelík, M. Knapik, B. Viguier, E. Hug, TEM analysis of the deformation microstructure of polycrystalline cobalt plastically strained in tension, *Mater. Charact.* 134 (2017) 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.09.038>.
- [4] M.H. Yoo, Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals, *Metall. Trans. A.* 12 (1981) 409–418. <https://doi.org/10.1007/BF02648537>.
- [5] A.E. Ray, S.R. Smith, J.D. Scofield, Study of the phase transformation of cobalt, *J. Phase Equilibria.* 12 (1991) 644–648. <https://doi.org/10.1007/BF02645161>.
- [6] H. Matsumoto, Effects of transformation-induced defects in cobalt and Ni₄₈Ti₅₂, *Phys. B Condens. Matter.* 334 (2003) 112–117. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(03\)00023-1](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(03)00023-1).
- [7] C.C. Sanderson, Deformation of polycrystalline cobalt, PhD Thesis, University of British Columbia, 1972.
- [8] V.M. Marx, C. Kirchlechner, B. Breitbach, M.J. Cordill, D.M. Töbrens, T. Waitz, G. Dehm, Strain-induced phase transformation of a thin Co film on flexible substrates, *Acta Mater.* 121 (2016) 227–233. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.015>.
- [9] N. Iskounen, P.A. Dubos, J. Fajoui, M. Coret, M.-J. Moya, B. Girault, N. Barrier, N. Bruzy, E. Hug, D. Gloaguen, Experimental investigation of allotropic transformation of cobalt: influence of temperature cycle, mechanical loading and starting microstructure, *Metall. Mater. Trans. A.* (2021).
- [10] W.A. Rachinger, A Correction for the 1 2 Doublet in the Measurement of Widths of X-ray Diffraction Lines, *J. Sci. Instrum.* 25 (1948) 254–255. <https://doi.org/10.1088/0950-7671/25/7/125>.
- [11] M.J. Buerger, The Correction of X-Ray Diffraction Intensities for Lorentz and Polarization Factors, *Proc. Natl. Acad. Sci.* 26 (1940) 637–642. <https://doi.org/10.1073/pnas.26.11.637>.
- [12] J.T. Bonarski, M. Wróbel, K. Pawlik, Quantitative phase analysis of duplex stainless steel using incomplete pole figures, *Mater. Sci. Technol.* 16 (2000) 657–662. <https://doi.org/10.1179/026708300101508234>.
- [13] C. H. MacGillavry, G D. Rieck, *International Tables for X-Ray Crystallography vol 3*, n.d. <http://archive.org/details/InternationalTablesForX-rayCrystallographyVol3>.
- [14] P.-A. Dubos, J. Fajoui, N. Iskounen, M. Coret, S. Kabra, J. Kelleher, B. Girault, D. Gloaguen, Temperature effect on strain-induced phase transformation of cobalt, *Mater. Lett.* 281 (2020) 128812. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128812>.
- [15] G. Fleurier, E. Hug, M. Martinez, P.-A. Dubos, C. Keller, Size effects and Hall–Petch relation in polycrystalline cobalt, *Philos. Mag. Lett.* 95 (2015) 122–130. <https://doi.org/10.1080/09500839.2015.1020351>.
- [16] P.A. Dubos, G. Fleurier, E. Hug, An Experimental Investigation of the Size Effects in Forming Processes of High-Purity Thin Metallic Sheets, *Mater. Sci. Forum.* 879 (2017) 459–464. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.459>.
- [17] E. Hug, C. Keller, P.-A. Dubos, M.M. Celis, Size effects in cobalt plastically strained in tension: impact on gliding and twinning work hardening mechanisms, *J. Mater. Res. Technol.* (2021) S2238785421001058. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.01.105>.
- [18] B. Yang, C. Motz, M. Rester, G. Dehm, Yield stress influenced by the ratio of wire diameter to grain size – a competition between the effects of specimen microstructure and dimension in micro-sized polycrystalline copper wires, *Philos. Mag.* 92 (2012) 3243–3256. <https://doi.org/10.1080/14786435.2012.693215>.
- [19] C. Shin, S. Lim, H. Jin, P. Hosemann, J. Kwon, Specimen size effects on the weakening of a bulk metastable austenitic alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 622 (2015) 67–75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.004>.