



**HAL**  
open science

# Alliages à grains ultrafins et bimodaux : une approche couplée expérience-modélisation basée sur la microstructure

Baptiste Flipon

► **To cite this version:**

Baptiste Flipon. Alliages à grains ultrafins et bimodaux : une approche couplée expérience-modélisation basée sur la microstructure. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. INSA Rouen Normandie, 2018. Français. NNT : . tel-01939691

**HAL Id: tel-01939691**

**<https://hal.science/tel-01939691>**

Submitted on 29 Nov 2018

**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.



Normandie Université

## THÈSE

**Pour obtenir le diplôme de doctorat**

**Spécialité Mécanique**

**Préparée au sein de l'INSA Rouen Normandie**

### **Alliages à grains ultrafins et bimodaux : Approche couplée expérience-modélisation basée sur la microstructure**

**Présentée et soutenue par**

**Baptiste FLIPON**

**Thèse soutenue publiquement le 22 octobre 2018  
devant le jury composé de**

M. Samuel FOREST	Directeur de recherche CNRS - Mines ParisTech	Rapporteur
M. Guy DIRRAS	Professeur des universités - Université Paris 13	Rapporteur
Mme Céline GÉRARD	Chargée de Recherche CNRS - ENSMA Poitiers	Examinatrice
Mme Marta SERRANO GARCIA	Professeur - CIEMAT Madrid	Examinatrice
M. Eric HUG	Professeur des universités - Université de Caen	Examineur
M. Romain QUEY	Chargé de recherche CNRS - Mines Saint-Etienne	Examineur
M. Fabrice BARBE	Maitre de conférence HDR - INSA Rouen Normandie	Directeur de thèse
M. Clément KELLER	Maitre de conférence - INSA Rouen Normandie	Co-encadrant de thèse

**Thèse dirigée par Fabrice BARBE et Clément KELLER, au Groupe de Physique des Matériaux, CNRS UMR 6634**



# Table des matières

Remerciements

Liste des acronymes

Notations

<b>Introduction</b>	<b>3</b>
<b>1 Bibliographie</b>	<b>5</b>
1.1 Mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques . . . . .	5
1.1.1 A l'échelle atomique . . . . .	5
1.1.2 Microstructure et propriétés macroscopiques . . . . .	9
1.2 Alliages ductiles monophasés à haute limite d'élasticité . . . . .	15
1.2.1 Vers une diminution de la taille de grains . . . . .	15
1.2.2 Recherche d'un compromis entre résistance mécanique et ductilité . . . . .	17
1.3 Matériau à distribution bimodale de taille de grains . . . . .	18
1.3.1 Métallurgie des poudres et synthèse . . . . .	19
1.3.2 Traitements thermomécaniques : déformations plastiques intenses et traitement(s) thermique(s) . . . . .	26
1.4 Description numérique et modélisation des systèmes bimodaux . . . . .	34
1.4.1 Lois de comportement en plasticité cristalline avec prise en compte des effets de taille . . . . .	34
1.4.2 Transition d'échelle entre le comportement mono- et polycristallin . . . . .	38
1.5 Conclusions de la revue bibliographique et perspectives . . . . .	42
1.5.1 Partie expérimentale . . . . .	42
1.5.2 Partie numérique . . . . .	43
<b>2 Élaboration et caractérisation microstructurale d'alliages bimodaux</b>	<b>47</b>
2.1 Métallurgie des poudres et frittage flash . . . . .	47
2.1.1 Élaboration . . . . .	47
2.1.2 Caractérisation microstructurale . . . . .	50
2.2 Laminage à froid et traitements thermiques . . . . .	56
2.2.1 Élaboration . . . . .	56
2.2.2 Caractérisation microstructurale . . . . .	59
2.3 Synthèse . . . . .	65
<b>3 Comportement mécanique des aciers inoxydables 316L et 304L bimodaux</b>	<b>67</b>
3.1 Conditions d'essai et méthodes d'analyse . . . . .	67
3.1.1 Conditions d'essai . . . . .	67
3.1.2 Méthodes d'analyses . . . . .	68

---

3.2	Propriétés mécaniques du 316L UFG obtenu par métallurgie de poudres et frittage flash . . . . .	70
3.2.1	Distributions unimodales . . . . .	70
3.2.2	Distributions bimodales . . . . .	73
3.2.3	Partition des contraintes . . . . .	77
3.3	Propriétés mécaniques d'un acier 304L traité par laminage à froid et traitements thermiques . . . . .	80
3.3.1	Traction simple . . . . .	80
3.3.2	Étude de l'écroutissage . . . . .	82
3.4	Synthèse . . . . .	83
<b>4</b>	<b>Modélisation numérique</b>	<b>87</b>
4.1	Description numérique et lois de comportement en plasticité cristalline . . . . .	87
4.1.1	Génération de microstructures numériques . . . . .	87
4.1.2	Lois de comportement . . . . .	93
4.2	Identification des paramètres matériau . . . . .	100
4.2.1	Processus d'identification . . . . .	100
4.2.2	Paramètres matériau identifiés . . . . .	104
4.3	Synthèse . . . . .	107
<b>5</b>	<b>Analyses numériques</b>	<b>109</b>
5.1	Analyses préliminaires . . . . .	111
5.1.1	De la nécessité de la plasticité cristalline . . . . .	111
5.1.2	Problème d'un unique CG dans une matrice UFG . . . . .	113
5.1.3	Bilan . . . . .	117
5.2	Approche phénoménologique . . . . .	118
5.2.1	Études du maillage et des conditions limites . . . . .	119
5.2.2	Volume Élémentaire Représentatif (VER) . . . . .	120
5.2.3	Influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations . . . . .	124
5.3	Modèle quasi-physique . . . . .	134
5.3.1	Influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations . . . . .	134
5.3.2	Mise en perspective de la prise en compte de la taille de grains . . . . .	142
5.4	Conclusions et perspectives . . . . .	146
	<b>Discussion</b>	<b>153</b>
	<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>163</b>
	<b>Annexe A : procédé du frittage flash</b>	<b>171</b>
	<b>Annexe B : analyses MEB et EBSD</b>	<b>173</b>

---

# Remerciements

Après tous les travaux de rédaction qu'une thèse peut impliquer, je n'aurais jamais cru que le plus dur d'entre eux serait celui de la page de remerciements de mon manuscrit...!

Je tiens tout d'abord à remercier Guy Dirras et Samuel Forest d'avoir accepté de rapporter mon manuscrit de thèse ainsi que l'ensemble des membres du jury, Marta Serrano Garcia, Céline Gérard, Eric Hug et Romain Quey pour leur participation à ma soutenance de thèse. Merci à Guy, Samuel et Romain pour les différentes discussions que l'on a pu avoir sur mon sujet de thèse au cours de ces trois années et de m'avoir accordé votre temps précieux. Merci à Eric pour son accueil au sein du CRISMAT et à Marta et Céline pour leurs avis et questions pertinentes sur mon travail.

Je remercie également Fabrice Barbe et Clément Keller pour avoir encadré ma thèse. Merci à vous deux de m'avoir proposé ce sujet de thèse qui correspondait à beaucoup de mes attentes et de mes centres d'intérêt scientifiques. Ces trois années ont été très riches tant sur le plan de la recherche que sur le plan personnel. Merci à toi Fabrice pour nos discussions toujours très enrichissantes sur la culture scientifique numérique au sens large, pour ta confiance vis-à-vis des enseignements que tu as pu me confier et pour ton aide sur les mises en données et calculs numériques. Merci à toi Clément pour tout le temps que tu as pris pour me former aux diverses techniques expérimentales mises en œuvre dans ces travaux et pour ta réactivité et ton implication de chaque instant et sur tous les aspects de ce sujet de thèse.

Merci aux équipes du Groupe de Physique des Matériaux, de l'école doctorale PSIME, de l'INSA de Rouen et du CRISMAT à Caen pour leur aide tant sur le plan technique qu'administratif. Je remercie particulièrement Béatrice, Romain, Fabien B., Fabien C., Emmanuel et Xavier du GPM d'avoir répondu à mes questions et pour m'avoir aidé pour la préparation, l'élaboration ou les observations microscopiques de mes échantillons. Je tiens également à remercier chaleureusement Elisabeth et Agnès, secrétaires respectivement du GPM et du département Mécanique au sein de l'INSA de Rouen, pour leur aide et tout leur travail administratif. J'adresse aussi un grand merci aux techniciens du CCU, David, Stéphane et Philippe ainsi qu'à Benjamin et Thomas pour leur accessibilité et toutes les éprouvettes de traction usinées. Promis David, je ne mettrai plus mes mains dans mes poches! Enfin un grand merci à Lucía et à tous les doctorants et personnels du CRISMAT à Caen : merci Lucía pour ton accueil et ton aide précieuse pour le broyage et le SPS.

Merci beaucoup à tous les copains de l'équipe ERMECA : Yann, David, Luc, Gaël, Oscar, Daniel, Hossein, Mouldi, sans oublier Benoît et Mathieu qui prend la suite de ces travaux de thèse. Merci à tous, vraiment, pour tous ces bons moments à l'INSA comme en dehors! Les blagues et discussions vélo du café du midi vont vraiment vraiment me manquer! J'en profite aussi pour remercier tous les stagiaires qui ont travaillé sur des thématiques proches de mon sujet de thèse. Merci à Nga, Maxime, Yujian et Clément!

---

## Remerciements

---

Merci à tous les copains de la promo MECA 2015 de l'INSA de Rouen, ces fous rires et toutes ces super soirées : petite pensée pour les côtes de bœuf au barbecue du nouvel an au Cap Frehel!

Merci à tous les amis du lycée de Noyon, à tous les copains du sud et aux coloc, Cécile, Pierricko et Jimmy, de l'arrière pays niçois qui m'ont fait découvrir cette magnifique région! La rédaction de mon manuscrit n'aurait pas été aussi drôle sans une bonne dose de Giroublagues! Merci aussi à mes coloc rouennais Carolo, Amandine, Dabou, Florence et Zoé pour tous nos repas et soirées partagés!

Merci à toi mon Totor, copain de chaque instant et co-pilote du "meilleur" prototype de Solex! Merci d'avoir été et d'être là pour moi, tu sais que c'est tout réciproque et que ce n'est pas prêt de s'arrêter! Ah, et puis... Merci pour le trajet en voiture du 14 avril 2017 qui a changé ma vie!

Un grand grand merci à mes parents pour leur soutien sans faille depuis plus de 27 ans! Merci aussi à ma petite sœur qui m'a suivi sans se poser trop de questions pour un petit périple vélocipédique l'été dernier! Merci pour tout à tous les trois!!

Enfin merci à ma fouinette, co-voyageuse, meilleure amie, partenaire à vie de rando et de bivouac, ... Merci d'avoir été là pour moi, dans les moments de doute et de moins bien, de m'avoir aidé à me changer les idées, de m'avoir fait découvrir l'escalade, le sud et surtout... Le pistou! Je suis ton PTO pour toute une vie!

---

# Liste des acronymes

*Liste des acronymes utilisés dans ce manuscrit présentés par ordre d'apparition.*

**DRX** : Diffraction des rayons X  
**MEB** : Microscopie/Microscope électronique à balayage  
**MET** : Microscopie/Microscope électronique à transmission  
**EBSD** : Electron backscatter diffraction - Diffraction des électrons rétrodiffusés : technique d'analyse en microscopie à balayage des orientations cristallographiques et/ou phases en présence  
**QBSD** : Quaternary backscatter diffraction - Electrons rétrodiffusés avec contraste d'orientation/phase  
**CFC** : Cubique face centrée  
**GND** : Geometrically necessary dislocation - Dislocation géométriquement nécessaire  
**SSD** : Statistically stored dislocation - Dislocation statistiquement stockée  
**UFG** : Ultrafine grain - Grain ultrafin *i.e.*  $<1 \mu m$   
**NC** : Nanocrystalline - Nanocristallin  $<0,1 \mu m$   
**FG** : Fine grain - Grain fin *i.e.*  $\approx 1-3 \mu m$   
**CG** : Coarse grain - Gros grain / Grain de taille conventionnelle *i.e.*  $>3 \mu m$   
**NT** : Nano-twin - Nano-macle  
**PCA** : Process control agent - Agent de contrôle pour le broyage mécanique avec billes  
**PM** : Powder metallurgy - Métallurgie des poudres  
**SPS** : Spark plasma sintering - Frittage flash  
**HG** : Heterogeneous (micro)structure - (Micro)structure hétérogène  
**HS** : Harmonic (micro)structure - (Micro)structure harmonique  
**SPD** : Severe plastic deformation - Déformation plastique intense  
**HPT** : High pressure torsion  
**ECAP** : Equal channel angular pressing  
**SIM** : Strain induced martensite - Martensite induite par déformation plastique  
**HT** : Heat treatment - Traitement thermique  
**TTh** : Traitement thermique  
**BM** : Ball-milling - Broyage mécanique (à billes)  
**JM** : Jet-milling - Broyage mécanique (sans billes) : les particules de poudres sont projetées les unes sur les autres; évite tout problème de contamination  
**MGC** : Metal gas condensation - Condensation d'un gaz métallique  
**EE** : Electro-explosion  
**HIP** : Hot isostatic pressing - Compactage isostatique à chaud  
**CIP** : Cold isostatic pressing - Compactage isostatique à froid  
**HRS** : Hot roll sintering - Synthèse par laminage à chaud : la poudre est placée dans une chemise en métal avant d'être laminée à chaud  
**U** : Unimodal  
**B** : Bimodal

---



## Liste des acronymes

---

**N.C.** : Non communiqué

**VER** : Volume élémentaire représentatif

**FFT** : Fast Fourier transform - Transformée de Fourier rapide

**KAM** : Kernel average misorientation - Désorientation cristallographique locale moyenne : mesure utilisée afin de quantifier la désorientation moyenne locale autour d'un point d'analyse EBSD; peut être utilisée pour quantifier la présence d'hétérogénéités de déformation locales

**MPD** : Maximum pole density - Densité maximale de pôle : mesure utilisée afin de quantifier la présence ou non de texture après une analyse en orientations issue d'un scan EBSD

**CR** : Cold-rolling - Laminage à froid

**UTS** : Ultimate tensile strength - Contrainte ultime

**YS** : Yield stress / strength - Limite d'élasticité

**UE** : Uniform elongation - Allongement uniforme

**UT** : Uniaxial Tension - Traction (simple) uniaxiale

**LRU** : Loading relaxation unloading - Charge relaxation décharge

**MH** : Macro-homogeneous - Macro-homogène

**CP** : Crystal plasticity - Plasticité cristalline

**PDF** : Probability density function - Fonction de densité de probabilité

**CL** : Condition limite

**MPC** : Multipoints constraint - Condition limite de contrainte multipoints : tous les points concernés se déplacent d'une même valeur moyenne

---

# Notations

*Notations utilisées dans ce manuscrit présentées par ordre d'apparition.*

$\tau$  : Contrainte de cisaillement - cission résolue  
 $\tau_c$  : Cission résolue critique  
 $\gamma$  : Glissement / Cisaillement  
 $\mu$  : Module de cisaillement  
 $\rho$  : Densité de dislocations  
 $T$  : Température  
 $T_f$  : Température de fusion  
 $\vec{b}$  : Vecteur de Burgers  
 $\vec{L}$  : Vecteur ligne de dislocation  
 $\Phi$  : Angle entre la normale au plan de glissement et la direction de traction  
 $\lambda$  : Angle entre la direction de glissement et la direction de traction  
 $\sigma$  : Contrainte  
 $f_S$  : Facteur de Schmid  
 $F$  : Force  
 $S$  : Surface  
 $\theta$  : Taux d'érouissage  
 $\lambda_G$  : Longueur interne entre défauts (joints de grains, précipités, ...) au sens d'Ashby [1]  
 $\sigma_{II/III}$  : Niveau de contrainte au passage stade I / stade II sur la courbe d'érouissage  
 $\sigma_{III/III}$  : Niveau de contrainte au passage stade II / stade III sur la courbe d'érouissage  
 $\varepsilon$  : Déformation  
 $\sigma_0$  : Niveau de contrainte locale représentant le début de la plasticité dans le modèle de Hall-Petch  
 $k_{HP}$  : Terme de Hall-Petch décrivant la dépendance à la taille de grain d'un matériau donné  
 $d$  : Taille de grains (sous-entendue moyenne)  
 $d_{(U)FG}$  : Taille de grains (moyenne) de la famille à grains (ultra) fins  
 $d_{CG}$  : Taille de grains (moyenne) de la famille à grains de taille conventionnelle  
 $f_V$  : Fraction volumique  
 $\sigma_{0,2\%}$  : Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique  
 $\sigma_{UTS}$  : Contrainte ultime  
 $A_U$  : Allongement uniforme - aussi noté UE pour Uniform Elongation  
 $A_R$  : Allongement à rupture - aussi noté  $A\%$   
 $d_g$  : Taille du grain  $g$  considéré  
 $d_{gb}$  : Distance au joint de grain  $gb$  (Grain Boundary - GB) considéré  
 $\dot{\varepsilon}$  : Vitesse de déformation imposée  
 $\Sigma$  : Contrainte maximale à la charge dans la description de la partition des contraintes  
 $\Sigma_{\text{Eff}}$  : Contrainte effective dans la description de la partition des contraintes  
 $\Sigma_r$  : Contrainte "retour", associée à la perte de linéarité lors de la décharge  
 $\Sigma^*$  : Partie thermique de la contrainte d'écoulement (obtenue par relaxation lors des essais

---

de charges-décharges)

$X$  : Contrainte interne dans la description de la partition des contraintes

$X_{intra}$  : Contrainte interne intragranulaire

$X_{inter}$  : Contrainte interne intergranulaire

$\mathfrak{R}^n$  : Domaine réel de dimension  $n$

$G_i$  : Germe du grain  $i$  (génération de microstructures)

$C_i$  : Cristal/Grain  $i$  (génération de microstructures)

$d(A, B)$  : Distance euclidienne (ou norme 2) entre A et B

$w_i$  : Poids du germe  $i$  (génération de microstructures)

$E$  : Module de Young

$\nu$  : Coefficient de Poisson

$\dot{\gamma}^s$  : Vitesse d'écoulement plastique du système de glissement  $s$

$\tau^s$  : Cission résolue du système de glissement  $s$

$\tau_c^s$  : Cission résolue critique du système de glissement  $s$

$r^s$  : Ecrouissage isotrope (associé au système de glissement  $s$ ) dans la loi Méric-Cailletaud

$x^s$  : Ecrouissage cinématique (associé au système de glissement  $s$ ) dans la loi Méric-Cailletaud

$K$  : Terme décrivant la viscosité dans une loi puissance de type Norton dans la loi Méric-Cailletaud

$n$  : Terme décrivant la viscosité dans une loi puissance de type Norton dans la loi Méric-Cailletaud

$m^s$  : Tenseur de Schmid

$n^s$  : Normale au plan de glissement

$l^s$  : Direction de glissement

$p$  : Déformation plastique cumulée dans la loi Méric-Cailletaud

$r_0$  : Contrainte du début de la plasticité dans la loi Méric-Cailletaud

$Q$  : Terme décrivant l'écrouissage isotrope dans la loi de Méric-Cailletaud

$b$  : Terme décrivant l'écrouissage isotrope dans la loi de Méric-Cailletaud

$h^{su}$  : Matrice d'interactions entre systèmes de glissement  $s$  et  $u$  dans la loi de Méric-Cailletaud

$C$  : Terme décrivant l'écrouissage cinématique dans la loi de Méric-Cailletaud

$D$  : Terme décrivant l'écrouissage cinématique dans la loi de Méric-Cailletaud

$\alpha^s$  : Terme décrivant l'écrouissage cinématique dans la loi de Méric-Cailletaud

$R_0^*$  : Contrainte du début de la plasticité dans les lois Méric-Cailletaud modifiées

$r_0^*$  : Cission résolue critique dans les lois Méric-Cailletaud modifiées

$k^*$  : Coefficient d'écrouissage constant (au sens de Hall-Petch) dans les lois Méric-Cailletaud et Tabourot modifiées

$V_g$  : Volume du grain  $g$  considéré

$M_{Taylor}$  : Coefficient de Taylor

$r_{0\ macro}$  : Valeur macroscopique de la contrainte en début de la plasticité

$k_{macro}$  : Valeur macroscopique du coefficient de Hall-Petch

$\dot{\gamma}_0$  : Vitesse de glissement initiale (à l'échelle d'un système de glissement) dans la loi de Tabourot

$m$  : Exposant de sensibilité à la vitesse de glissement dans la loi de Tabourot

$d^{su}$  : Matrice d'écrouissage entre systèmes de glissement  $s$  et  $u$  dans la loi de Tabourot

---

$a^{su}$  : Matrice d'interactions entre systèmes de glissement  $s$  et  $u$  dans la loi de Tabourot  
 $\alpha$  : Coefficient d'écrouissage moyen dans la loi de Tabourot  
 $\rho^s$  : Densité de dislocations sur le système de glissement  $s$  dans la loi de Tabourot  
 $K$  : Facteur de proportionnalité entre le libre parcours moyen d'une dislocation et les dislocations de la forêt dans la loi de Tabourot  
 $y_c$  : Terme d'annihilation des dislocations dans la loi de Tabourot - homogène à une distance d'annihilation  
 $R$  : Rayon d'annihilation des dislocations dans le terme  $y_c$  de la loi de Tabourot  
 $\beta$  : Facteur correctif dans le terme  $y_c$  de la loi de Tabourot - l'annihilation de deux dislocations n'étant jamais parfaite  
 $L^s$  : Libre parcours moyen des dislocations dans la loi de Tabourot  
 $\rho^{sat}$  : Densité de dislocations saturante dans les lois de Tabourot modifiées  
 $\varepsilon^{sat}$  : Niveau de déformation de saturation dans les lois de Tabourot modifiées  
 $\sigma_{33}$  : Contrainte axiale  
 $\varepsilon_{33}$  : Déformation axiale

---



# **Introduction et bibliographie**



# Introduction

Les problématiques de réduction de masse dans les moyens de transport devenant toujours plus exigeantes face aux enjeux économiques et environnementaux grandissants, des efforts importants doivent être portés sur différents plans de développements technologiques. Concernant les parties structurales, ces développements reposent sur deux socles principaux : la conception par optimisation de structure (qui elle-même repose sur une connaissance fine des matériaux utilisés) et l'utilisation de nouveaux matériaux aux propriétés mécaniques améliorées; avec une masse plus faible, ils peuvent remplir le même cahier des charges qu'un matériau traditionnel. Si le cahier des charges impose un alliage métallique d'une nature chimique donnée alors il est possible d'intervenir sur la microstructure de cet alliage pour améliorer sa résistance mécanique : on sait depuis le début des années 1950 et les travaux de Hall et Petch [2, 3] que la réduction de la taille de grains dans les matériaux métalliques conduit à une amélioration de leur résistance mécanique (à température ambiante). En diminuant la taille de grains on tend ainsi à augmenter la limite d'élasticité et la contrainte ultime de ces matériaux.

La fin des années 1980 a marqué le début de la démocratisation des matériaux à grains ultrafins qui possèdent des limites d'élasticité bien supérieures à celles des matériaux à taille de grains conventionnelle [4]. En contrepartie de cette résistance mécanique accrue, ces matériaux voient également leur ductilité diminuer drastiquement. Ceci peut être problématique vis-à-vis des procédés de mise en forme classiquement utilisés pour l'obtention du produit fini ou encore par rapport à la capacité du matériau à pouvoir encaisser une sur-contrainte, par exemple lors d'un accident.

De ce fait, la recherche d'un compromis résistance mécanique / ductilité reste un enjeu pour les matériaux à grains ultrafins. Elle implique de bien connaître et comprendre les mécanismes qui régissent leur comportement pour pouvoir optimiser leur élaboration et leurs propriétés mécaniques.

Parmi les solutions étudiées ces dernières années, l'une d'entre elle consiste à élaborer un matériau avec une distribution bimodale de taille de grains. Ce type de microstructure combine deux populations de grains qui se distinguent par leurs tailles de grains et offrent ainsi un contraste de propriétés tel qu'on le rencontre dans certains composites biphasés : une population de grains ultrafins caractérisée par une haute résistance mécanique et une population à grains de taille conventionnelle qui apporte la ductilité au matériau. Tout l'objet du développement de ces matériaux est de déterminer en quelles proportions et avec quelles distributions de taille de grains on doit combiner ces populations pour n'en retenir que le meilleur de leurs propriétés : la résistance et la ductilité. Bien que l'intérêt pour ces alliages soit grandissant dans la communauté, une meilleure compréhension de leur comportement et des mécanismes de déformation associés est nécessaire pour atteindre ces objectifs.



C'est dans cette optique que ces travaux de thèse proposent une étude détaillée de l'influence de différentes distributions bimodales de taille de grains sur les réponses mécaniques macroscopiques et locales d'échantillons d'aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L. L'idée étant de mieux comprendre le comportement mécanique de ce type d'alliages à grains ultra-fins tout en explorant également de nouvelles pistes afin d'améliorer aussi bien l'élaboration que les propriétés mécaniques des alliages considérés.

Afin de répondre à cette problématique, ce travail est séparé en deux parties principales. Après une étude de la bibliographie sur le sujet, une première partie s'intéresse à l'élaboration d'alliages bimodaux notamment par deux voies d'élaboration : une basée sur la métallurgie des poudres et le frittage flash et une seconde associée aux transformations de phases successives obtenues par laminage à froid puis traitements thermiques. Les microstructures obtenues sont caractérisées par différents moyens d'analyse (DRX, MEB/EBSD/QBSD). Enfin, des essais mécaniques de traction simple et de charges-décharges alternées en traction sont réalisés et analysés afin de déterminer les principales propriétés mécaniques des matériaux obtenus et de mieux comprendre leurs mécanismes de déformation. Des fractographies sont également obtenues par MEB afin d'apporter des informations relatives à la rupture des échantillons.

La seconde partie de ce travail est basée sur la simulation numérique d'agrégats bimodaux. Après y avoir décrit le processus de génération des microstructures et les lois de comportement utilisées, les résultats de calculs sur des microstructures bimodales modèles sont analysés. La simulation numérique en plasticité cristalline à champs complets nous donne accès à la réponse mécanique locale des microstructures bimodales considérées. On s'intéresse ainsi aux effets de taille et à l'influence de la morphologie des populations de taille de grains sur le comportement des agrégats polycristallins ainsi qu'au degré de description de la microstructure à travers différentes lois de comportement.

Une dernière partie est consacrée à la discussion puis aux conclusions et perspectives de ces travaux.

Au final, cette approche couplée expérience-modélisation doit permettre un dialogue entre résultats expérimentaux, simulation numérique et élaboration de nouveaux échantillons bimodaux. Une meilleure connaissance des réponses mécaniques locales et macroscopiques ainsi que des mécanismes de plasticité de ces nouveaux alliages doit, à terme, permettre l'amélioration des conditions d'élaboration et l'optimisation des microstructures bimodales. Le but étant de pouvoir obtenir, pour une application donnée, le compromis résistance mécanique / ductilité visé.

# 1

## Bibliographie

Ce premier chapitre bibliographique se veut être le lien entre les différentes échelles d'études et les différents aspects développés au cours de cette thèse. Il constitue le point de départ de la réflexion et de l'analyse des résultats obtenus. Une première section traite des mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques et s'articule autour des différentes échelles mises en jeu. De l'échelle atomique à l'échelle macroscopique des propriétés mécaniques, le lien est fait autour du glissement lié aux mouvements des dislocations, principal mécanisme de déformation plastique à température ambiante au sein des alliages métalliques. La connaissance de ces mécanismes associée à une analyse fine de l'écrouissage permet de caractériser le comportement mécanique des matériaux polycristallins. On s'intéresse ensuite à la famille des alliages monophasés ductiles à haute limite d'élasticité et aux différentes techniques mises en œuvre afin d'élaborer ce type de matériau. Les deux dernières sections s'intéressent aux matériaux à distributions bimodales de taille de grains, aux différents procédés d'élaboration et aux résultats associés dans la littérature ainsi qu'à la description numérique des agrégats polycristallins et à la modélisation de leur comportement.

### 1.1 Mécanismes de déformation dans les matériaux métalliques

#### 1.1.1 A l'échelle atomique

##### Glissement dans une structure cristalline parfaite

La déformation des métaux et alliages métalliques peut être décomposée en deux domaines : aux premiers instants de la déformation macroscopique, celle-ci est élastique et réversible puis les mécanismes de déformation évoluent (notamment dû à la présence de défauts et en particulier des dislocations) et celle-ci devient irréversible, le matériau est alors entré dans le domaine de déformation plastique.

La figure 1.1 présente de manière schématique, à l'échelle macroscopique, la déformation et les deux domaines qui lui sont associés. Le mouvement des dislocations est ici représenté par l'apparition d'une marche en surface de l'éprouvette après la déformation plastique irréversible du matériau.

De manière simplifiée, l'évolution de l'énergie et de la contrainte de cisaillement associée au déplacement d'un atome est illustrée figure 1.2a. On observe ainsi que pour atteindre le

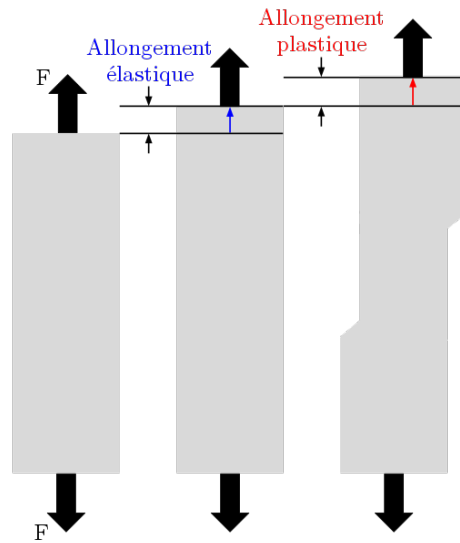


FIGURE 1.1 – Illustration schématique des allongements élastique et plastique pour un monocristal orienté en glissement simple.

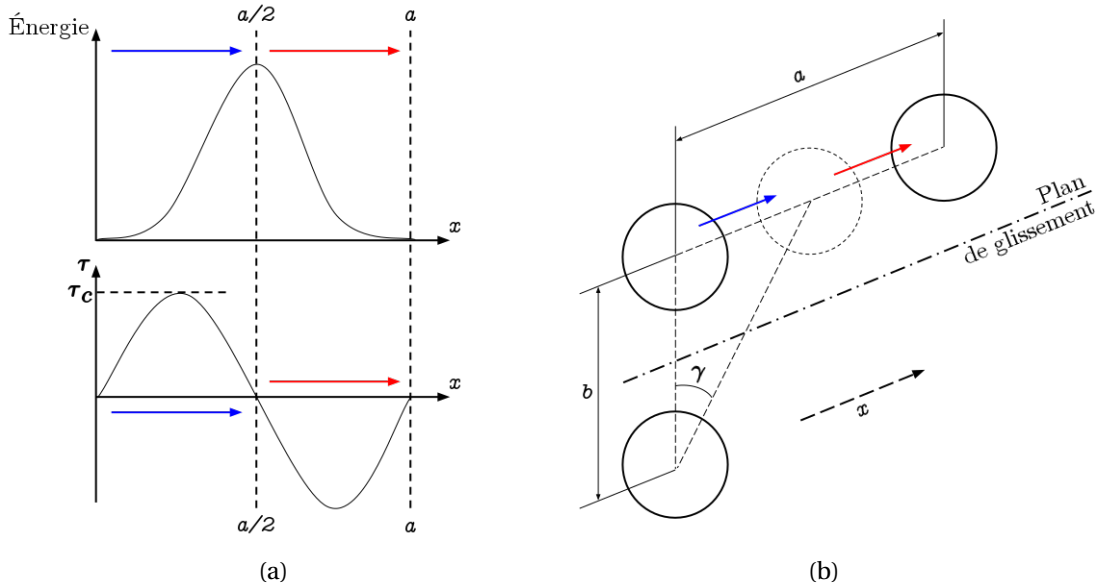


FIGURE 1.2 – Description fine du glissement atomique : (a) énergie et cisssion résolue critique en fonction du déplacement d'un atome lors du glissement des plans atomiques et (b) schéma de principe du cisaillement.

domaine plastique, l'énergie apportée par le déplacement imposé au matériau doit être suffisante afin de dépasser la position  $x = a/2$  ( $a$  étant la distance interatomique suivant la direction de glissement). L'évolution de la contrainte de cisaillement associée à ce déplacement

peut quant à elle être décrite par une fonction sinusoïdale [5] :

$$\tau = \tau_c \sin \frac{2\pi x}{a} \simeq \tau_c \frac{2\pi x}{a} \quad (1.1)$$

De même, le domaine élastique peut être décrit par la loi de Hooke :

$$\tau = \mu\gamma \simeq \mu \frac{x}{b} \quad (1.2)$$

Cette équation relie la cission résolue  $\tau$  au glissement  $\gamma$  d'un atome entre sa position initiale et sa position actuelle (*cf.* figure 1.2b) au travers du module de cisaillement  $\mu$  du matériau ( $b$  étant la distance interatomique entre deux rangées d'atomes appartenant au plan de glissement).

Le glissement  $\gamma$  se produit sur les plans et suivant les directions atomiques denses. Dans le cas des matériaux Cubique Face Centrée (CFC), ces systèmes de glissement sont au nombre de 12 et correspondent aux plans de la famille  $\{111\}$  et aux directions  $\langle 110 \rangle$ . Tant que la cission résolue  $\tau$  reste inférieure à une valeur critique notée  $\tau_c$ , le matériau reste dans le domaine élastique et sa déformation est réversible. En revanche, une fois que  $\tau > \tau_c$  le glissement est effectif et devient irréversible : le matériau est entré dans le domaine plastique.

Les simplifications proposées aux équations 1.1 et 1.2 sont valables dans l'hypothèse des petites perturbations. De même, en première approche,  $a$  peut être pris égal à  $b$ . En utilisant les eq. 1.1 et 1.2, on peut exprimer  $\tau_c$  sous la forme suivante :

$$\tau_c \simeq \frac{\mu}{2\pi} \quad (1.3)$$

Cette valeur de  $\tau_c$  est théoriquement très élevée dans le cas d'un cristal parfait. Ainsi si l'on calcule la cission résolue critique théorique d'un acier inoxydable 316L monocristallin on obtient  $\tau_c^{th} \simeq 12000\text{MPa}$ . Expérimentalement cette valeur de la cission critique est bien plus faible, aux alentours de 90MPa [6]. L'ordre de grandeur calculé théoriquement pour la cission résolue critique est de 10 à 100 fois supérieur aux valeurs obtenues expérimentalement. Dans la réalité  $\tau_c$  est plus faible, notamment en raison de la présence de défauts au sein du réseau atomique.

Ces défauts peuvent être ponctuels, linéaires, planaires ou tridimensionnels. Dans les matériaux métalliques, et à température ambiante, la déformation plastique est majoritairement pilotée par le mouvement des dislocations. Ces dislocations sont des défauts linéaires et leur mouvement est plus ou moins aisé au regard des obstacles qu'elles peuvent rencontrer. Ces obstacles peuvent être multiples, tels que des précipités (atomes ou groupes d'atomes en solution solide - défaut tridimensionnel), d'autres dislocations, des défauts ponctuels comme des atomes interstitiels ou de substitution, etc... La présence de ces défauts à l'échelle atomique va modifier le comportement du matériau à l'échelle macroscopique [7].

### Glissement associé au mouvement des dislocations

La présence de dislocations au sein des matériaux métalliques facilite la déformation plastique de ceux-ci. Ces défauts sont aussi à l'origine de la faible valeur de la cission critique

résolue observée expérimentalement comparée à la valeur théorique attendue pour un cristal parfait.

La densité de dislocations  $\rho$ , dans un cristal usuel, est initialement comprise entre  $10^4$  et  $10^6 \text{ cm}^{-2}$ . Cette valeur augmente dans le cas d'un matériau écroui ( $10^8 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ ).

Au cours de la déformation et en particulier en plasticité, les dislocations sont mobiles. Il existe deux types de mouvement de dislocations : un mouvement conservatif et non conservatif, respectivement sans et avec apport de matière. Le mouvement conservatif est relatif au glissement des dislocations et est piloté par le mécanisme d'Orowan (à température modérée ( $T < \frac{T_f}{2}$ )). Les dislocations mixtes et coins glissent dans le plan formé par les vecteurs de Burgers  $\vec{b}$  et le vecteur ligne de dislocation  $\vec{L}$ . Les dislocations vis, du fait de la colinéarité des vecteurs  $\vec{b}$  et  $\vec{L}$ , peuvent changer de plan de glissement au cours de la déformation : c'est ce que l'on appelle le glissement dévié.

Le mouvement non conservatif fait quant à lui appel à la présence de défauts ponctuels au sein du matériau. En raison de la distortion du réseau associée à la présence d'une dislocation, on trouve deux zones autour d'une dislocation, une en tension et une en compression. Du fait de ces zones en tension et compression et couplées aux mécanismes diffusionnels, un phénomène de montée des dislocations peut avoir lieu. Il nécessite cependant une quantité de lacunes et/ou une activation thermique qui n'apparaît qu'à haute température ou pour des cas où la quantité de défauts est très importante (irradiation ou déformation intense par exemple).

La figure 1.3 schématise une boucle de dislocation ainsi que les différents types de dislocations.

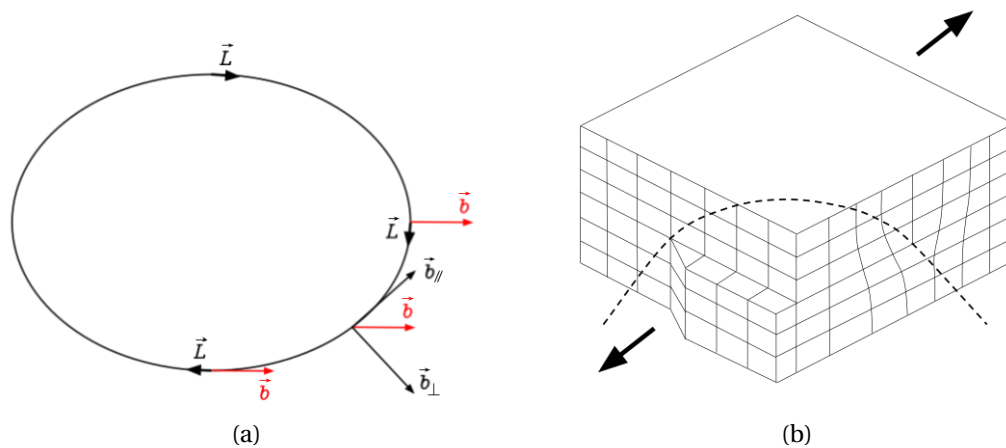


FIGURE 1.3 – Boucles de dislocation : (a) boucle de dislocation schématique présentant une dislocation vis, une dislocation coin et une dislocation mixte; (b) représentation 3D de cette boucle dans un réseau cristallin.

### 1.1.2 Microstructure et propriétés macroscopiques

Les mécanismes détaillés précédemment sont en majeure partie à l'origine des propriétés mécaniques des matériaux. Il faut néanmoins prendre également en compte l'influence de l'orientation cristallographique du cristal (dans le cas monocristallin) ou des grains (cas polycristallin) et les notions de texture cristallographique qui en découlent. Dans le cas polycristallin, il faut aussi prendre en compte la présence des joints de grains qui constituent des obstacles au mouvement des dislocations et influent donc sur l'écroutissage du matériau.

#### Monocristal

Suivant l'orientation cristallographique du monocristal, le glissement sur certains plans va être plus ou moins aisé. Comme on l'a vu précédemment, un matériau CFC possède 12 systèmes de glissement distincts. Lors de la déformation, certains systèmes sont activés en priorité par rapport à d'autres du fait de l'orientation du cristal. La loi de Schmid et Boas permet de déterminer la cisssion résolue critique nécessaire pour déclencher le glissement sur un système donné [8]. La figure 1.4 présente de manière schématique les grandeurs utilisées dans cette loi (équation 1.4).

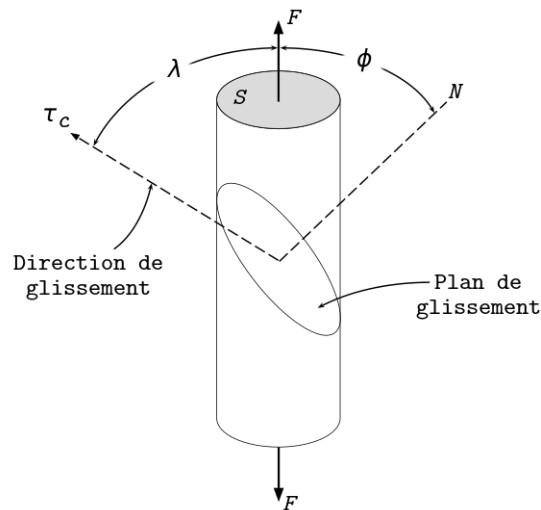


FIGURE 1.4 – Cisaillement dans un monocristal : loi de Schmid et Boas [8]

$$\tau_c = \sigma \cos \phi \cos \lambda$$

avec  $\sigma = \frac{F}{S}$  (1.4)

$$f_S = \cos \phi \cos \lambda$$
 (1.5)

Dans ces deux équation,  $\phi$  est l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction de traction tandis que  $\lambda$  est celui entre la direction de glissement et la direction de traction.

$\sigma$  est la contrainte appliquée sur la section supérieure du matériau. Le produit  $\cos \phi \cos \lambda$  est le facteur de Schmid  $f_s$  (éq. 1.5), sa valeur est comprise entre 0 et 0,5 et il permet de classer les différents systèmes de glissement : plus le facteur de Schmid d'un système est élevé, plus le glissement sera aisé sur ce système.

Dans le cas d'un monocristal CFC, trois stades d'écroutissage sont observables si celui-ci est orienté en glissement simple (courbe A – fig. 1.5a et fig. 1.5b).

Le stade I est caractérisé par un faible taux d'écroutissage ( $\theta = \frac{d\tau}{d\gamma}$ ) : un seul système de glissement est actif et les dislocations en mouvement se déplacent librement et interagissent peu entre elles et avec les obstacles au sein du matériau. La légère augmentation de la contrainte au cours du stade I est liée à l'auto-écrouissage associé aux dislocations du système primaire de glissement ainsi qu'à la rotation du cristal.

Lorsque la contrainte augmente, les dislocations se multiplient (activation de nouveaux systèmes de glissement) et la probabilité que celles-ci rencontrent des obstacles augmente. Les dislocations peuvent notamment interagir entre elles et former des structures denses ce qui explique le taux d'écroutissage plus élevé en stade II. À partir du stade II, on distingue différentes interactions : les verrous de Lomer-Cottrell et de Hirth, les jonctions glissiles ainsi que les interactions coplanaires et colinéaires. Une fois atteint un certain niveau de contrainte, le glissement dévié devient effectif et le phénomène de restauration dynamique a lieu : des dislocations de signes opposés se rencontrent et s'annihilent partiellement.

Le troisième stade d'écroutissage est caractérisé par un taux d'écroutissage plus faible que celui du stade II. Le phénomène de restauration dynamique du stade III est fortement influencé par la température, l'énergie de faute d'empilement et la vitesse de déformation du matériau. Le glissement dévié n'intervient donc pas à une contrainte critique donnée et dépend du matériau ainsi que des conditions d'essai.

Dans le cas d'un monocristal initialement orienté en glissements multiples (courbes B et C – fig. 1.5a), le stade I relatif à l'activation d'un système de glissement unique disparaît.

### **Polycristal**

Le polycristal représente un agrégat de monocristaux d'orientations cristallographiques différentes. Les grains sont séparés les uns des autres par des joints de grains qui constituent une région dans laquelle le réseau cristallographique est fortement perturbé sur une distance de quelques atomes. Les mécanismes de déformation plastique au sein des grains restent les mêmes mais à l'approche des joints de grain l'influence des grains voisins induit l'apparition de nouveaux mécanismes.

Au sein de l'agrégat, et en fonction des orientations des grains, certains grains vont se déformer préférentiellement aux premiers instants de la plasticité. Ceci va induire des champs de contrainte et de déformation hétérogènes au sein de l'agrégat qui en retour vont conduire à l'activation de plusieurs systèmes de glissement dans les régions proches des joints de grains. Les dislocations qui en résultent sont appelées géométriquement nécessaires car elles sont

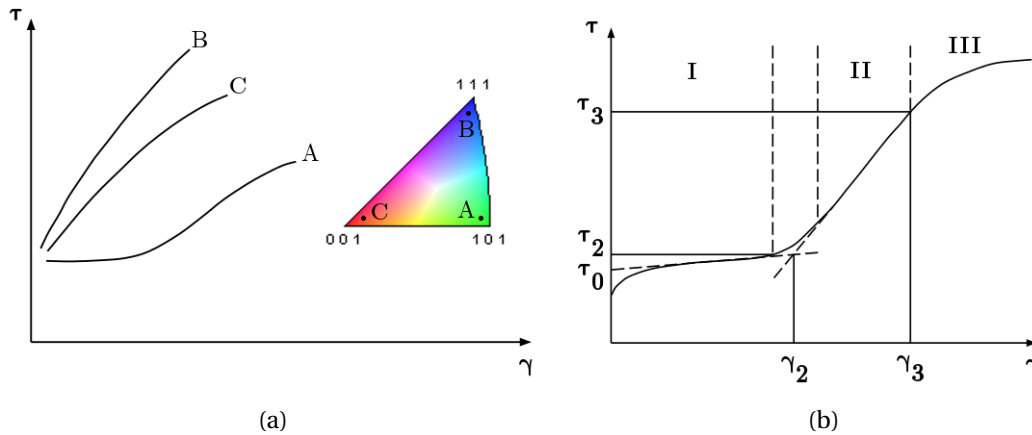


FIGURE 1.5 – Courbes de traction monocristallines : (a) influence de l'orientation du monocristal et (b) stades d'écroutissage d'un monocristal orienté en glissement simple. Figures tirées de *Mechanical metallurgy*, G. Dieter, 1961 [5].

liées à la forme et aux orientations des grains et permettent de conserver la continuité des contraintes et déformations d'un grain à l'autre au sein du polycristal. La formation de ces structures de dislocations géométriquement nécessaires proches des joints de grains est décrite schématiquement à la figure 1.6 tirée du travail de Ashby [1].

La plasticité à l'intérieur des grains reste quant à elle majoritairement gouvernée par la formation de structures denses de dislocations liées aux interactions entre dislocations ou la présence éventuelle de précipités / inclusions.

Sur la base de ces travaux, Ashby [1] propose également la figure 1.7 qui présente l'évolution de la densité de dislocations en fonction du cisaillement  $\gamma$ . La densité de dislocations est séparée en deux composantes :  $\rho_G$  (ou  $\rho_{GND}$ ) qui correspond aux dislocations géométriquement nécessaires et  $\rho_S$  (ou  $\rho_{SSD}$ ) pour la contribution des dislocations statistiquement stockées. On observe qu'aux premiers instants de la plasticité  $\rho_G$  est supérieur à  $\rho_S$  et qu'au fur et à mesure de la déformation,  $\rho_S$  tend à prendre de l'importance. On peut également noter que la densité de GND est dépendante d'une longueur interne entre défauts (joints de grains [1], précipités [9], ...) notée ici  $\lambda_G$ .

Si l'on s'intéresse à l'écroutissage du polycristal, on observe, comme dans le cas du monocristal, trois stades distincts. Ceux-ci n'ont cependant pas la même signification que dans le cas monocristallin. La figure 1.7 associe ces trois stades d'écroutissage à l'évolution des densités de dislocations GND et SSD dans les polycristaux. Les ordres de grandeur du taux d'écroutissage dans ces stades successifs sont très différents de ceux observés dans le cas monocristallin. La figure 1.8 présente deux courbes typiques ( $\theta = f(\sigma)$  et  $\sigma\theta = f(\sigma)$ ) utilisées afin d'analyser les stades d'écroutissage d'un polycristal [10].



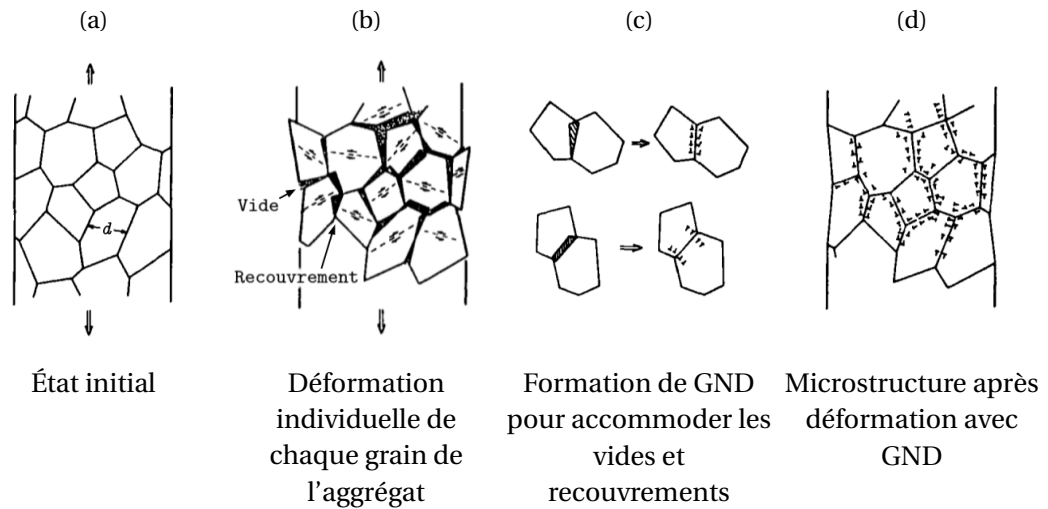


FIGURE 1.6 – Schéma descriptif de la formation des dislocations géométriquement nécessaires au premiers instants de la déformation plastique. Figures tirées de *The Deformation of plastically non-homogeneous materials*, M.F. Ashby, 1970 [1].

Le stade I est caractérisé par un fort taux d'écroissage lié aux incompatibilités de déformation entre les différents grains et à la formation de dislocations géométriquement nécessaires. C'est aussi un stade où la plasticité n'est pas généralisée à tous les grains : une transition progressive élastique-plastique s'effectue dans les grains, ceux ayant le facteur de Schmid le plus élevé se déformant en premiers.

Après la formation de ces structures aux joints de grains, le taux d'écroissage diminue et après un niveau de contrainte noté  $\sigma_{III}$  on observe un palier. Le stade II est caractérisé par un taux d'écroissage pseudo constant et athermique. Les mécanismes de plasticité sont quant à eux pilotés par le glissement multiple et les interactions entre dislocations mobiles. A partir de  $\sigma_{III}$ , le stade III est marqué par la multiplication et la généralisation du glissement dévié dans tous les cristaux de l'agrégat. A l'image du monocristal, on observe une diminution du taux d'écroissage liée aux mécanismes de restauration dynamique.

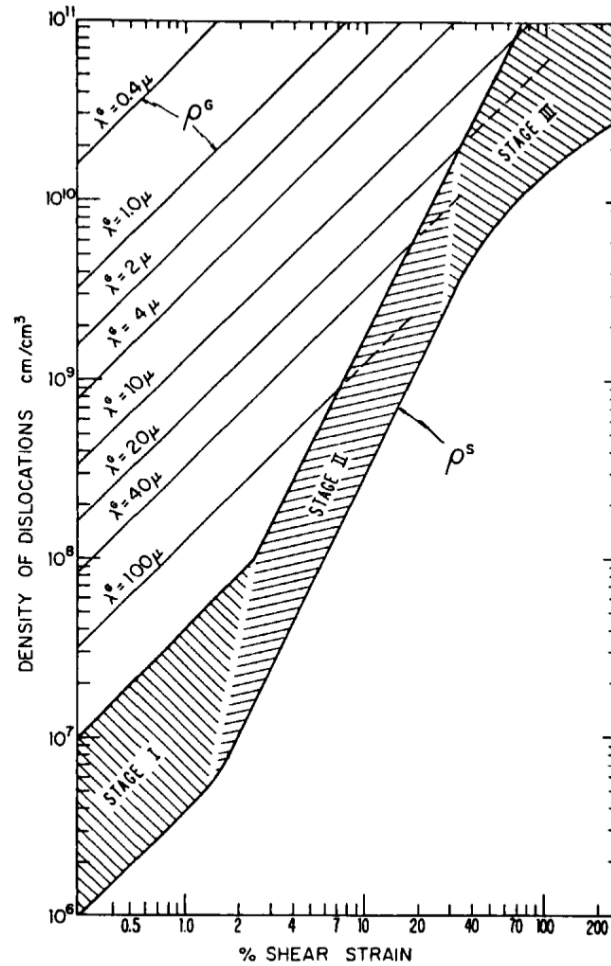


FIGURE 1.7 – Évolution des densités de dislocations statistiquement stockées (SSD –  $\rho_S$ ) et géométriquement nécessaires (GND –  $\rho_G$ ). Illustration de la dépendance de  $\rho_G$  à la distance entre défauts de la microstructure  $\lambda_G$ . Figure tirée de *The Deformation of plastically non-homogeneous materials*, M.F. Ashby, 1970 [1].

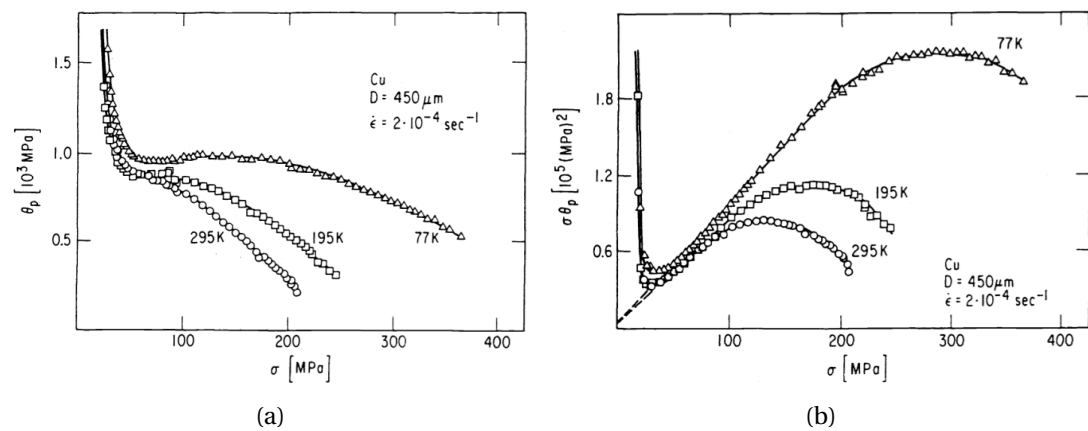


FIGURE 1.8 – Courbes d'écroissage de polycristaux de cuivre et dépendance à la température. (a) Taux d'écroissage  $\theta = \frac{d\sigma}{d\epsilon}$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  et (b)  $\sigma\theta$  en fonction de  $\sigma$ . Figures tirées du travail de thèse de M. Biermann (1975) et publiées dans *Description of hardening curves of FCC single- and polycrystals*, H. Mecking, 1977 [10].

## 1.2 Alliages ductiles monophasés à haute limite d'élasticité

La section précédente a introduit les mécanismes à l'origine de la plasticité dans les mono- et polycristaux métalliques. L'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques de ces alliages a, en particulier, été soulignée. Après avoir décrit la structure atomique et la théorie associée au glissement des dislocations dans les matériaux CFC, l'influence des orientations cristallographiques ainsi que la présence des joints de grains sur le comportement de ces métaux a été détaillée. Dans un agrégat polycristallin, les joints de grains sont des zones privilégiées pour la formation et l'accumulation des dislocations ce qui a un impact direct sur l'écroutissage et sur les propriétés mécaniques du matériau. Cette section a pour but d'introduire les alliages ductiles monophasés à haute limite d'élasticité. On s'intéressera, en particulier, à l'influence de la distribution de taille de grains sur le comportement mécanique et aux différentes stratégies développées afin de trouver un compromis entre résistance mécanique élevée et ductilité.

### 1.2.1 Vers une diminution de la taille de grains

Dans les matériaux métalliques, la diminution de la taille de grains est connue pour améliorer la résistance mécanique de ces matériaux. Les travaux de Hall [2] et Petch [3] ont montré une dépendance linéaire de la limite d'élasticité à l'inverse de la racine carrée de la taille de grains (moyenne) du matériau. Cette relation, basée sur de nombreux essais, suit l'équation 1.6 et reste valide dans le domaine des tailles de grains conventionnelles (i.e.  $>1\mu\text{m}$ ). D'autres travaux ultérieurs [11, 12] ont montré que ce modèle pouvait également être généralisé à des niveaux de déformation supérieurs à la limite d'élasticité.

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + \frac{k_{HP}(\varepsilon)}{\sqrt{d}} \quad (1.6)$$

Cette relation repose sur deux paramètres matériau :

- $\sigma_0$  est lié aux mécanismes de plasticité au sein des grains (mouvement et interactions des dislocations),
- $k_{HP}$  définit, quant à lui, la dépendance à la taille de grains du matériau (et donc à l'influence de la présence des joints de grains).

Ces paramètres sont également dépendants de l'énergie de faute d'empilement ainsi que du niveau de déformation du matériau. La figure 1.9, tirée des travaux de Feaugas et Hadou [12], illustre ces différences dans le cas du nickel et de l'acier inoxydable 316L.

Afin d'exploiter au maximum cet effet de taille de grains, les matériaux à grains ultra-fins (UltraFine Grain – UFG) et nanocristallins (NC) se développent depuis la fin des années 1980 [4]. Ces matériaux répondent à une problématique de réduction de la masse, notamment dans l'industrie du transport, pour des raisons économiques et écologiques. La réduction de la taille de grains dans le domaine UFG, bien qu'intéressante au regard de la limite

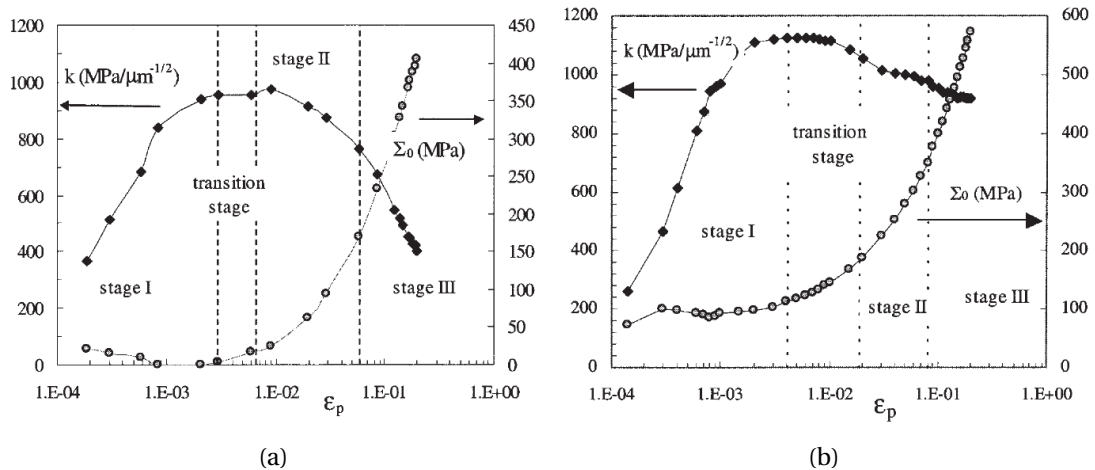


FIGURE 1.9 – Courbes de Hall-Petch pour différents niveaux de déformation et pour deux matériaux avec des énergies de faute d'empilement différentes : (a) Nickel et (b) acier inoxydable austénitique 316L. Dans ces figures,  $k = k_{HP}$  et  $\Sigma_0 = \sigma_0$ ;  $\varepsilon_p$  correspond à la déformation plastique. Figures tirées des travaux de X. Feaugas et H. Haddou : *Grain-size effects on tensile behavior of nickel and AISI 316L stainless steel*, 2003 [12].

d'élasticité du matériau, a un effet néfaste sur sa ductilité [4, 13, 14]. Celle-ci est fortement réduite par rapport à un matériau à taille de grains conventionnelle ce qui peut être problématique notamment vis-à-vis des procédés de mise en forme qui impliquent des déformations importantes. Pour ce type d'applications, il convient donc de trouver un compromis entre résistance mécanique et ductilité. La figure 1.10 illustre ce compromis pour différents matériaux tirés de la littérature : on y observe en particulier deux points (indiqués par une flèche) qui se distinguent de la tendance classique observée habituellement entre l'allongement à rupture et la limite d'élasticité.

La réduction de la taille de grain dans le domaine NC implique une modification profonde des mécanismes de déformation. L'augmentation de la densité de joints de grains au sein du matériau tend à limiter l'influence des mécanismes de plasticité liés au mouvement des dislocations [1]. Les hétérogénéités de contrainte/déformation aux joints de grains deviennent prédominantes et de nouveaux mécanismes sont alors susceptibles d'apparaître tels que du glissement ou de la rotation des joints de grains affectant directement les propriétés mécaniques du matériau [16]. Pour des tailles de grains  $< 100$  nm la relation de Hall-Petch ne semble plus valide et on observe alors une perte de la linéarité ou même une inversion de la pente dans le graphique de Hall-Petch [13, 17, 18]. Dans le cas des matériaux UFG ( $d > 100$  nm), les mécanismes de déformations sont semblables à ceux des matériaux à taille de grains micrométrique [19].

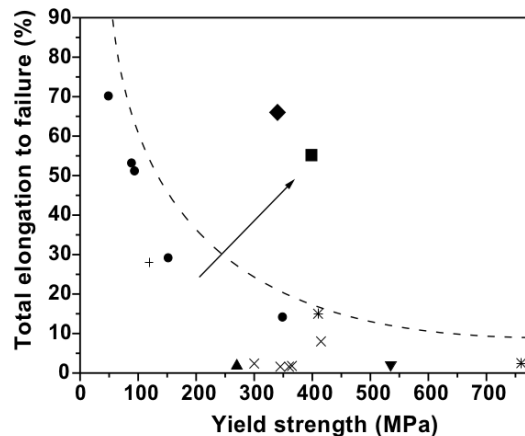


FIGURE 1.10 – Illustration du compromis possible entre résistance mécanique élevée et ductilité dans le cas du cuivre. La flèche indique deux cas de matériaux nanostructurés qui se démarquent de la tendance classique (tirets). Figure tirée des travaux de E. Ma, *Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals*, 2003 [15] et tracée à partir de données issues de la bibliographie.

### 1.2.2 Recherche d'un compromis entre résistance mécanique et ductilité

Différentes stratégies sont possibles afin de limiter la perte de ductilité associée à la réduction de taille de grains. Que ce soit en combinant la nanostructuration avec l'introduction de précipités, en utilisant l'ingénierie des joints de grains ou en modifiant la distribution de taille de grains, différentes solutions sont envisageables [14, 20–23]. La figure 1.11 présente certaines de ces solutions.

La précipitation de particules de seconde phase (cf. 1.11c) au sein d'un alliage d'aluminium nanostructuré affecte sa manière de s'écrouir. Les précipités agissent comme des points d'ancrage au mouvement des dislocations ce qui améliore la capacité des grains à stocker les dislocations et de ce fait leur capacité d'écrouissage [24].

L'ingénierie des joints de grains (cf. 1.11b) dans le cuivre nanocristallin repose sur la formation de joints de macles qui modifient l'écrouissage du matériau. La présence de ces joints de grains cohérents entrave le mouvement des dislocations tout en limitant la réduction de ductilité associée aux joints de grains incohérents [25].

Les matériaux multiphasés (cf. 1.11d) et, notamment, les aciers dual-phase à grains ultrafins [26] apportent, par un mécanisme d'accumulation des dislocations géométriquement nécessaires aux interfaces entre les phases, une capacité d'écrouissage améliorée au matériau.

Une autre possibilité afin de trouver un compromis entre résistance mécanique et ductilité est d'agir sur la distribution de taille de grains au sein du matériau. Les distributions

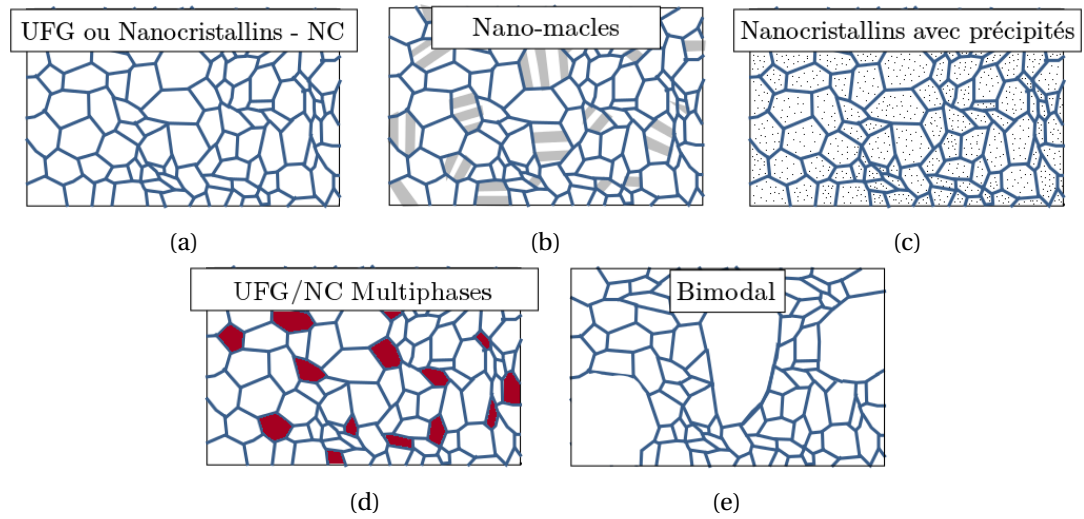


FIGURE 1.11 – Stratégies afin de limiter la perte de ductilité dans les matériaux (a) UFG ou NC, (b) Nano-macles (Nano-twins – NT), (c) Nanocristaux avec précipités, (d) matériaux dual- ou multiphases et (e) distribution bimodale de taille de grains. Figures tirées et adaptées de *Failure of metals III. Fracture and fatigue of nano-structured metallic materials*, A. Pineau *et al.*, 2016 [14].

bimodales de taille de grains (*cf.* 1.11e) résultent de l'introduction de grains de taille conventionnelle (coarse grain – CG) dans une matrice de grains fins ou ultrafins (UFG). Ces derniers confèrent une résistance mécanique (limite d'élasticité et contrainte à rupture) améliorée au matériau tandis que les CG lui apportent de la ductilité.

En modifiant différents paramètres microstructuraux (taille de grains de chaque population, contraste de taille entre les deux populations, morphologie des populations, ...) il est possible d'élaborer une nouvelle classe d'alliages comprise entre les matériaux UFG résistants et ceux à taille de grains conventionnelle ductiles. C'est cette dernière stratégie qui a été développée dans ce travail et qui va faire l'objet d'une étude plus exhaustive de la littérature dans la section suivante.

### 1.3 Matériau à distribution bimodale de taille de grains

Plusieurs procédés d'élaboration peuvent être utilisés afin d'obtenir des matériaux à grains ultrafins présentant une distribution bimodale de taille de grains. Dans ce manuscrit, ces procédés seront répartis en deux familles :

- les procédés "bottom-up" repose pour la plupart sur la métallurgie des poudres associée à un procédé de synthèse afin d'obtenir un matériau présentant une distribution bimodale de taille de grains.

- les procédés "top-down" impliquent de partir d'un matériau massif à microstructure conventionnelle et, grâce à une succession de traitements thermomécaniques, d'obtenir une structuration du matériau à différentes échelles.

Les paragraphes suivants présentent une synthèse de ces deux approches et des résultats obtenus en terme de propriétés mécaniques.

### 1.3.1 Métallurgie des poudres et synthèse

Tel que cela sera détaillé dans les paragraphes suivants, cette première famille de procédés d'élaboration permet un très bon contrôle des distributions de taille de grains au sein du matériau obtenu. Sur la base d'une bonne connaissance des caractéristiques des poudres (mono- ou polycristallines, granulométrie des particules de poudres et taille des grains au sein de ces particules) et du procédé de synthèse et de ses paramètres, l'obtention de microstructures bimodales "modèles" est possible. On peut ainsi réaliser des alliages bimodaux à fort contraste de taille de grains entre UFG et CG, mais aussi jouer sur la morphologie de ces populations. Il est ainsi possible de piloter précisément les microstructures et leur architecture au sein du matériau.

#### Procédés d'élaboration

**Poudres commerciales** Les poudres métalliques utilisées par la métallurgie des poudres peuvent être obtenues par divers procédés. On retrouve en particulier la pulvérisation mécanique dans lequel le métal liquide est projeté sur un disque en rotation ou les techniques d'atomisation dans lesquelles le métal en fusion est refroidi rapidement par un jet d'eau ou de gaz afin d'obtenir les fines particules de poudre. L'atomisation est notamment une des seules techniques permettant l'obtention de particules de granulométrie comprise entre 10  $\mu\text{m}$  et 500  $\mu\text{m}$  de poudre alliée (comme l'acier par exemple) [27]. L'optimisation de ce procédé permet de nos jours d'obtenir des poudres monocristallines de granulométrie micrométrique ( $\sim 3 \mu\text{m}$ ). D'autres voies sont envisageables telles que l'électro-explosion de fils [28–30] qui permet d'obtenir des particules de poudre de l'ordre d'une centaine de nanomètres ou des procédés plus complexes basés sur la condensation de gaz métalliques [31] qui permettent de réduire encore la taille des particules obtenues ( $\sim 50 \text{ nm}$ ). La méthode la plus répandue de nos jours reste néanmoins l'atomisation qui permet d'obtenir d'importantes quantités de poudre (de métaux purs ou d'alliages) [27].

**Broyage** Afin d'obtenir des poudres nanostructurées, les poudres commerciales issues de l'atomisation sont broyées. Le broyage le plus conventionnel est celui réalisé à l'aide de billes et de bols de broyage. Ce type de broyage se rapproche de la mécano-synthèse. Il a ici pour but d'induire des déformations plastiques intenses au sein des particules de poudre. Cela conduit à une diminution de taille des particules ainsi qu'à la formation de sous-joints de grains afin d'accommoder les forts niveaux de déformation causés par le broyage.



Divers paramètres de broyage peuvent être modifiés afin d'obtenir des poudres de la structuration voulue :

- le temps de broyage,
- le nombre de billes de broyage,
- le diamètre de ces billes,
- la quantité de poudre,
- le rapport massique entre les billes et la quantité de poudre,
- l'agent de contrôle (process control agent – PCA) utilisé et sa quantité,
- l'atmosphère de broyage,
- la vitesse de rotation des bols de broyage.

Pour obtenir les microstructures bimodales voulues, différentes stratégies sont possibles. La première repose sur le mélange de poudre broyée et de poudre non-broyée. Dans ce cas, un broyage court (de l'ordre de quelques heures) et intense (vitesse de broyage élevée) est privilégié [32–34] afin d'obtenir une poudre à grains ultrafins. On cherche dans ce cas à uniquement diminuer la taille de grains des particules de poudre commerciale. Le pilotage de la distribution de taille de grain du matériau final sera obtenu en faisant varier les proportions volumiques des poudres UFG et CG avant synthèse.

Ce type de broyage a été utilisé avec succès sur de nombreux matériaux, tels que : du fer pur [35], du Fe-C [36, 37] (dans ce cas le broyage permet également de réaliser la mécano-synthèse des particules de Fe-C à partir de poudres de fer pur et de graphite), du nickel pur [34] ainsi que des aciers inoxydables 430L [38] et 316L [32, 33].

Une seconde stratégie, développée par K. Ameyama *et al.*, consiste à structurer les particules de poudre afin de créer le caractère bimodal du matériau. Dans ce cas, chaque particule de poudre possède une microstructure bimodale. Pour obtenir ce résultat, les conditions de broyage doivent être optimisées et un broyage lent (~50 h) et peu intense (vitesse de broyage faible) permet de déformer les particules de poudre en surface et sur une épaisseur variable. Dans chaque particule de poudre se forme alors un gradient de microstructure : la zone proche de la surface est constituée de grains ultrafins tandis que la zone de coeur contient les grains de taille conventionnelle.

Cette technique a également été utilisée sur de nombreux métaux : un alliage de Co-Cr-Mo [39], du cuivre [40], du titane [41, 42] et du Ti-6Al-4V [43], de l'acier inoxydable 316L [44] et 304L [45–47]. Cette équipe de recherche a également développé la technique du "jet-milling" dans laquelle les particules de poudre sont projetées les unes sur les autres ce qui permet d'éviter toute contamination extérieure (billes et bols de broyage notamment). Celle-ci a été utilisée sur du titane [42] avec un résultat similaire à ceux de leurs autres travaux.

**Synthèse** A partir des poudres broyées et/ou commerciales, la synthèse peut être réalisée grâce à des techniques de frittage généralement non conventionnelle telle que le SPS (Spark Plasma Sintering) [28, 32–39, 43, 45–50], de compactage isostatique à froid [51] ou à chaud [52], ou de laminage à chaud [40, 41, 44]. Les échantillons obtenus après ces différents

procédés de synthèse présentent tous une densité presque parfaite et affectent peu la microstructure des poudres utilisées. Ainsi, dans le cas de poudres à grains ultrafins, la croissance des grains reste faible : pour une particule de poudre d'acier 316L on passe d'une taille après broyage d'environ 100 à 200 nm à des grains équiaxes de 500 nm après synthèse [33].

Les principales différences microstructurales des échantillons synthétisés vont ainsi être liées aux poudres utilisées. On distinguera les microstructures bimodales hétérogènes (HG) obtenus par mélange de poudre avec des tailles de grains différentes des microstructures bimodales homogènes ou harmoniques (HS) résultant de la synthèse de poudre bimodale (obtenue par broyage lent et peu intense). La figure 1.12 présente les deux types de microstructures bimodales [46], hétérogène et harmonique, et le tableau 1.1 (à la fin de ce chapitre) résume les différentes propriétés microstructurales des références bibliographiques présentées dans les paragraphes précédents.

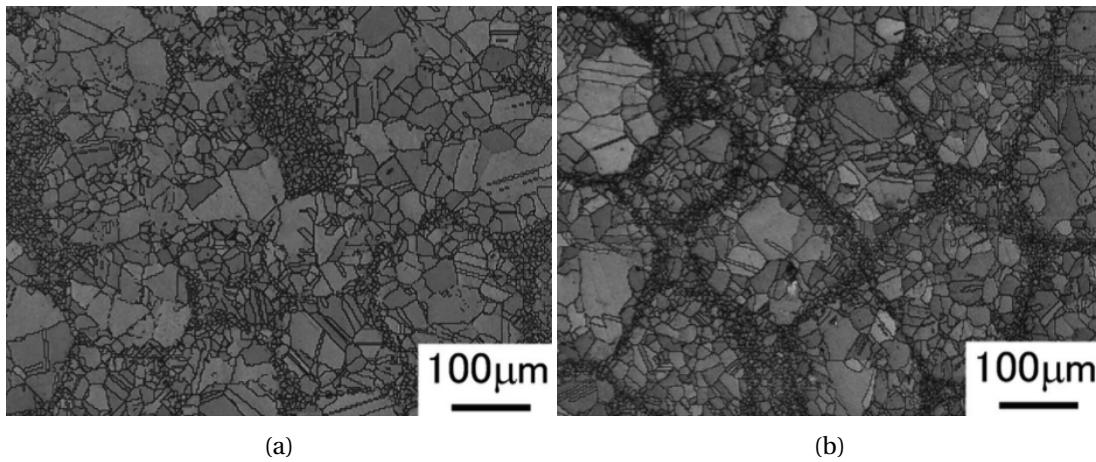


FIGURE 1.12 – Illustration des microstructures bimodales (a) hétérogènes (Heterogeneous – HG) et (b) harmoniques (Harmonic Structures – HS). Micrographies tirées des travaux de Z. Zhang *et al.* [46].

## Propriétés mécaniques

Au regard des propriétés mécaniques, les matériaux à distribution bimodale de taille de grains possèdent, dans la majorité des cas présentés ci-dessus, une résistance mécanique (limite d'élasticité et contrainte à rupture) améliorée tout en conservant une certaine ductilité. Les procédés d'élaboration peuvent avoir une influence non-négligeable sur les propriétés des matériaux obtenus. La métallurgie des poudres a tendance à induire la présence de porosités résiduelles (*cf.* densité relative dans le tableau 1.1) ainsi que des oxydes au sein des échantillons synthétisés ce qui peut avoir un effet néfaste sur le comportement mécanique [15]. Les procédés et leurs paramètres doivent ainsi être optimisés afin de limiter au maximum l'influence de ces défauts sur les propriétés.

**Microstructures bimodales hétérogènes de nickel** L'équipe de G. Dirras a étudié l'influence de la fraction volumique de la matrice à grains ultrafins sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation locaux en compression [52] et pour différentes vitesses de sollicitations [49].

Les échantillons de nickel utilisés dans les travaux de Dirras *et al.* sont constitués d'une population UFG de taille moyenne  $d_{UFG} = 0,4 \mu\text{m}$  et de clusters de CG avec  $d_{CG} = 7 - 13 \mu\text{m}$  [52]. Les résultats pour deux fractions volumiques, 39% et 61%, de grains ultrafins sont comparés. Les courbes de compression des deux échantillons bimodaux se trouvent entre les courbes limites des échantillons 100% UFG et 100% CG avec une limite d'élasticité d'autant plus grande que la fraction d'UFG est importante [52] (*cf.* fig. 1.13a).

Les tailles de grains et la morphologie diffèrent dans le cas des travaux de Tingaud *et al.* :  $d_{UFG} = 0,55 / d_{CG} \geq 2 \mu\text{m}$  avec cette fois-ci une majorité de CG isolés ( $d_{CG} \geq 2 \mu\text{m}$ ) et quelques clusters ( $d_{CG} \approx 10 \mu\text{m}$ ).

La microscopie électronique à balayage (avec EBSD) couplée à la déformation *in situ* d'échantillons MET ont permis de révéler une forte activité des dislocations notamment au sein des clusters de CG, ce qui conduit à l'amélioration de la capacité d'écrouissage du matériau mais aussi à une plus forte sensibilité de celui-ci à la vitesse de sollicitation [49] (*cf.* fig. 1.13b). Ces observations ont également mis en évidence l'activité des dislocations au sein des grains UFG mais aussi des phénomènes de glissement et/ou rotation de ces grains UFG. Concernant la propagation de fissures et la rupture, celle-ci tend à s'initier au sein de la matrice UFG, plus sensible à la présence de défauts (porosités et oxydes) au sein du matériau [49, 52]. La rupture est principalement intergranulaire et les interfaces entre UFG et clusters de CG sont des zones privilégiées de propagation de fissures à cause des fortes incompatibilités de déformation et des fortes concentrations de contrainte qui en résultent [52].

La figure 1.13b sur laquelle a été reportée la courbe verte de la figure 1.13a souligne également l'influence du ratio de taille de grain entre les deux populations sur le comportement mécanique du matériau. Pour des vitesses de déformation proches ( $\sim 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ) et dans le cas

d'échantillons similaires, la limite d'élasticité est plus haute dans le cas du ratio de taille le plus faible. On peut noter que le taux d'écroutissage est lui aussi différent.

Ainsi, la modification d'un ou plusieurs paramètres microstructuraux semble affecter de manière significative la réponse mécanique des matériaux bimodaux.

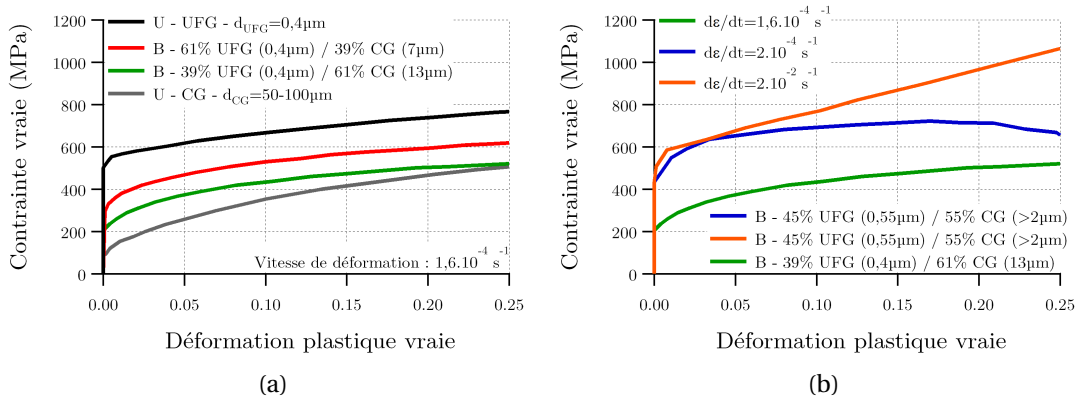


FIGURE 1.13 – Courbes obtenues en compression pour des échantillons de nickel pur élaborés par métallurgie des poudres et frittage flash : (a) Influence de la fraction volumique de grains ultrafins [52] et (b) influence de la vitesse de sollicitation [49] sur le comportement mécanique.

**Microstructures bimodales hétérogènes de Fe-C et Fe** H.W. Zhang *et al.*, K. Oh-ishi *et al.* et B. Srinivasarao *et al.* ont travaillé sur des alliages de Fe-C [36, 37, 54] et du fer pur [35] obtenus par broyage lent et peu intense (vitesse de broyage = 250 tr/min et durée totale du broyage = 100h) et ont observé, après synthèse par SPS, une microstructure bimodale. Les microstructures ainsi élaborées présentent des tailles de grains respectivement de  $d_{UFG} = 0,25/d_{CG} = 0,9 \mu\text{m}$  pour les alliages bimodaux de Fe-C et  $d_{UFG} = 0,085/d_{CG} = 2,5 \mu\text{m}$  pour le fer pur. Ces travaux se sont intéressés à l'influence de la température de maintien du SPS sur les microstructures et sur le comportement en compression des échantillons obtenus.

Ainsi si la température de maintien est trop faible, la densité relative s'en trouve affectée et le matériau perd en allongement à rupture [54]. A l'inverse, plus la température est élevée plus la ductilité du matériau augmente mais plus la limite d'élasticité diminue. Cette diminution est due à la croissance des grains qui est d'autant plus prononcée que la température de maintien est élevée [35].

Dans les deux cas, Fe-C ou Fe, l'écroutissage du matériau reste faible avec une valeur de la limite d'élasticité proche de la contrainte ultime du matériau [35, 54]. En comparant ces résultats à des alliages ferreux nanocristallins ou UFG de la littérature [58–63] (figure 1.14),

l'influence sur la limite d'élasticité et la déformation plastique à rupture de la distribution bimodale est clairement visible.

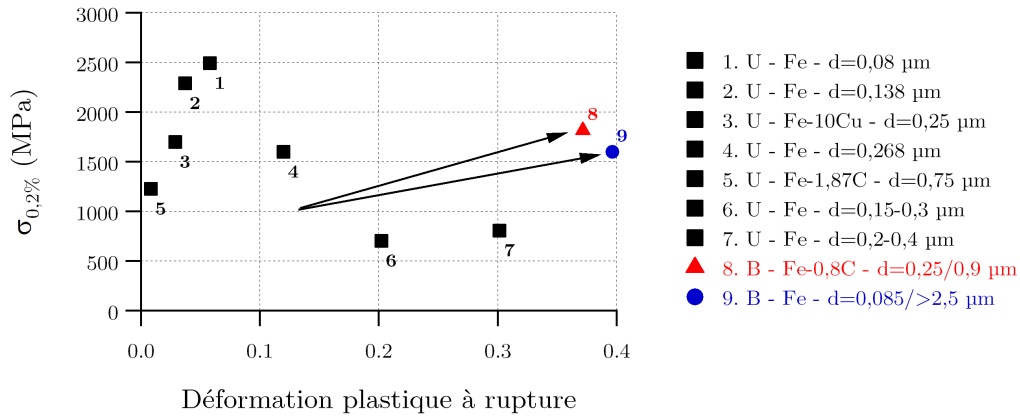


FIGURE 1.14 – Limites d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture obtenues en compression pour des échantillons de fer pur ou d'alliages de fer UFG ou NC unimodaux [58–63] et comparaison avec les échantillons bimodaux des travaux de Zhang *et al.* [54] et Srinivasarao *et al.* [35].

**Microstructures bimodales harmoniques** Une technique de broyage lent et peu intense a également été utilisée et optimisée sur différents matériaux par l'équipe de K. Ameyama. Après synthèse, les échantillons possèdent ainsi une structure harmonique : les clusters de CG sont séparés les uns des autres par une matrice continue d'UFG.

Les conditions de broyage utilisées sont une vitesse de broyage de 200 tr/min et des durées de broyage, variables suivant les matériaux, de 5h (Cu [40]) à 50 voire 100h (acier inoxydable austénitique 304L [45–47]). En faisant varier les durées de broyage, différentes propriétés mécaniques peuvent être obtenues. En effet, plus le broyage est long, plus la zone à grains ultra-fins occupe une part importante dans les particules de poudre broyées.

C. Sawangrat *et al.* [56] s'intéressent ainsi à un cuivre bimodal présentant les tailles de grains suivantes :  $d_{UFG} = 2 - 2,3 / d_{CG} = 28,2 - 31,6 \mu\text{m}$ . Ils comparent en traction deux structures harmoniques avec des fractions volumiques de matrice UFG différentes (19% et 36%) ainsi qu'une structure harmonique ( $f_V(UFG) = 19\%$ ) avec son équivalent hétérogène obtenu par un mélange de poudre broyée et non broyée.

Les comportements mécaniques sont similaires, notamment au niveau du taux d'écroutissage des échantillons. Plus la proportion de matrice UFG est importante plus la limite d'élasticité du matériau est grande. Ce même échantillon présente également le meilleur allongement à rupture. C'est la structure harmonique qui permet au matériau de conserver cette très bonne ductilité [56].

Au sein de la même équipe, un travail similaire a été réalisé par Z. Zhang *et al.* sur de l'acier

304L [45, 46]. Les tailles de grains moyennes des deux populations sont  $d_{UFG} = 1,5 - 2 / d_{CG} = 16,8 - 18,4 \mu\text{m}$ .

La conclusion de ces travaux est similaire à ceux de C. Sawangrat *et al.* : la structure harmonique permet de conserver une bonne ductilité associée à une haute limite d'élasticité même lorsque la fraction de grains ultrafins atteint  $\sim 40\%$  [45] ainsi que des propriétés mécaniques améliorées comparé à son équivalent hétérogène (issu d'un mélange de poudre broyée/non-broyée) [46]. On peut également noter que, dans le cas harmonique, la dispersion de la limite d'élasticité, de la contrainte ultime et de l'allongement est grandement réduite par rapport au cas hétérogène [46].

Cette stratégie de design harmonique de la microstructure a également été appliquée avec succès sur du titane [41, 42], du Ti-6Al-4V [57], du Co-Cr-Mo [39, 55], un acier dual-phase SUS329J1 [64] et un acier inoxydable SUS316L [44]. On peut également citer les travaux de D. Orlov [40] sur du cuivre bimodal avec une structure harmonique qui ont précédé ceux de C. Sawangrat.

Récemment, les travaux de H.K. Park *et al.* [47] proposent une comparaison du comportement mécanique d'un acier 304L bimodal harmonique par rapport à un échantillon unimodal CG du même matériau en traction. Les tailles de grains sont ici de  $d_{UFG} \approx 1 / d_{CG} \approx 10 \mu\text{m}$ . Encore une fois, la structure bimodale harmonique permet d'améliorer la résistance mécanique du matériau tout en conservant un ductilité similaire à celle de l'échantillon 100% CG. Pour mieux comprendre les mécanismes de déformation locaux, des observations MEB/EBSD sont effectuées à l'état initial ainsi qu'après 10% de déformation totale. La corrélation d'images numériques permet ainsi, sur une même zone avant et après déformation, d'obtenir, après traitement, les champs de contrainte de Von Mises.

Les incompatibilités de déformation aux interfaces UFG/CG conduisent à des concentrations de contrainte qui génèrent, aux premiers instants de la déformation, des dislocations géométriquement nécessaires près des joints de grains dans les CG.

Pour appuyer ces observations, Park *et al.* utilisent des essais de charges-décharges et la partition des contraintes pour accéder aux contraintes interne (backstress) et effective du matériau. La structure bimodale harmonique présente des niveaux de contrainte interne supérieurs à l'échantillon à taille de grain conventionnelle. Ces niveaux de contrainte interne plus élevés sont liés à la formation de GND aux interfaces UFG/CG et conduisent également à un taux d'écrouissage supérieur dans le cas harmonique [47].

Les figures 1.15 présentent la réponse mécanique de divers échantillons uni- et bimodaux obtenus par métallurgie des poudres. La figure 1.15a montre les courbes de traction simple obtenues par Zhang [45, 46] et Park [47] sur des échantillons d'acier inoxydable SUS304L tandis que la figure 1.15b s'intéresse aux propriétés mécaniques des échantillons de cuivre des travaux de Orlov [40] et Sawangrat [56]. Ces figures sont complétées par le tableau 1.2 (en fin de chapitre) qui réunit les propriétés en traction de différents matériaux bimodaux de la littérature.

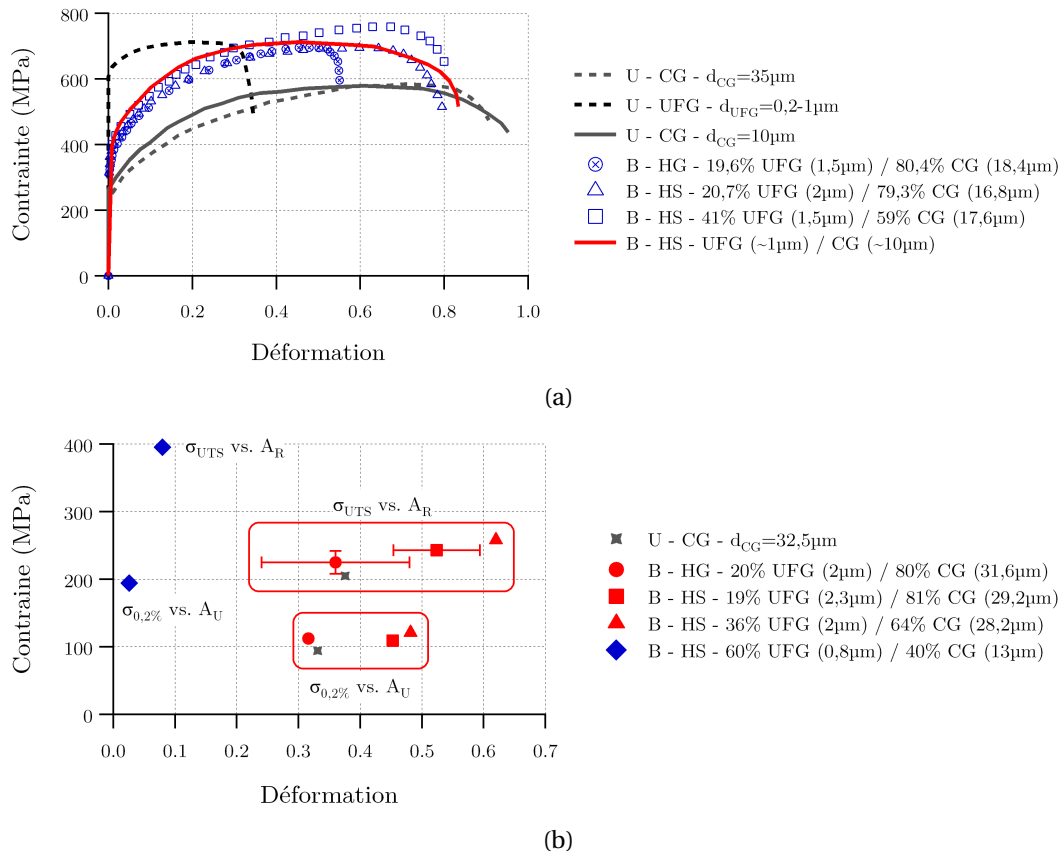


FIGURE 1.15 – Réponses mécaniques tirées des travaux des équipes de K. Ameyama : (a) courbes de traction d'échantillons unimodaux et bimodaux d'acier inoxydable SUS304L [45–47] et (b) limites d'élasticité  $\sigma_{0,2\%}$  et contrainte ultime à rupture  $\sigma_{UTS}$  en fonction de, respectivement, l'allongement uniforme ( $A_U$ ) et l'allongement à rupture ( $A_R$ ) pour des échantillons de Cu [40, 56]. Tous les échantillons sont issus de la métallurgie des poudres.

### 1.3.2 Traitements thermomécaniques : déformations plastiques intenses et traitement(s) thermique(s)

La seconde famille des procédés d'élaboration est associée aux procédés impliquant des déformations plastiques intenses (Severe Plastic Deformation – SPD). Sous l'effet de ces niveaux de déformations très élevés et l'accumulation de dislocations au sein des grains, une nouvelle microstructure plus fine se forme afin d'accommoder une partie des contraintes internes induites par le procédé [21]. On retrouve parmi ces procédés l'HPT (High Pressure Torsion) et l'ECAP (Equal Channel Angular Pressing) ainsi que les procédés de laminage / étirage / tréfilage.

### Procédés d'élaboration

**HPT et ECAP** Les techniques de l'HPT et de l'ECAP ont longtemps été utilisées afin de nanostructurer les matériaux pour obtenir des matériaux UFG [65]. Sur la base de ces travaux, Vorhauer *et al.* et Zhang *et al.* ont montré que l'association de l'HPT avec un traitement thermique de recristallisation pouvait donner naissance à une microstructure bimodale dans, respectivement, du cuivre et du nickel [66, 67].

Orlov *et al.* ont montré qu'il était possible d'obtenir une distribution bimodale de taille de grains dans l'aluminium pur (99.99%) en combinant des passes conventionnelles d'HPT avec une passe inverse (sens de rotation opposé aux précédentes) afin d'induire un mécanisme de restauration dans certaines parties du matériau [68]. Ces zones restaurées sont le lieu privilégié d'apparition de CG tandis que les zones non restaurées constituent la matrice de grains ultrafins.

De manière similaire, l'équipe de H. Mughrabi a montré qu'il était possible de générer des microstructures bimodales nanostructurées sur des échantillons de cuivre [69, 70] grâce à des passes d'ECAP suivies ou non d'un traitement thermique. L'idée est encore une fois d'initier la recristallisation de la microstructure à grains ultrafins obtenue par déformation plastique intense. A cause des variations de contraintes internes introduites de manière hétérogène au cours de la déformation, les cinétiques (complexes) de recristallisation et restauration peuvent donner lieu à la formation de deux familles de tailles de grains différentes. Des croissances anormales de grains peuvent également être observées pour des conditions d'élaboration particulières. Ce résultat a également été confirmé par Simões *et al.* [71] sur des échantillons de cuivre NC/UFG. Dans ce cas la part de CG de la distribution bimodale vient de la croissance anormale de certains grains.

**Laminage / étirage / tréfilage** Les procédés de laminage / étirage / tréfilage sont historiquement associés à des procédés de mise en forme destinés à fournir des produits semi-finis au monde de l'industrie. Ces procédés ont donné lieu à de nombreuses études et certaines traitent en particulier de nanostructuration et de matériaux à distribution bimodale ou multimodale de taille de grain. Ces techniques reposent encore une fois pour la plupart sur des traitements thermomécaniques.

Ainsi, les travaux de Wu *et al.* [72] montrent qu'il est possible d'obtenir une microstructure lamellaire bimodale dans du titane en combinant laminage asymétrique et recristallisation partielle.

De manière similaire qu'avec les autres procédés de déformation plastique intense (HPT et ECAP notamment), le cuivre se prête très bien à l'obtention d'une microstructure bimodale. Le laminage à très basse température (azote liquide) génère une très grande quantité de défauts au sein du matériau, ces défauts sont ensuite les lieux privilégiés de la nucléation de nombreux grains ultrafins/nanocristallins tandis que de plus gros grains apparaissent en-



suite, localement, par recristallisation secondaire [73].

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques (notamment 304L et 316L) la déformation par laminage induit une transformation de phase martensitique du matériau (Strain Induced Martensite – SIM). En pilotant le pourcentage de martensite ainsi que le ou les traitements thermiques réalisés, on peut tirer partie des cinétiques de transformation afin d’obtenir différentes proportions d’UFG.

Cette approche a, dans un premier temps, été utilisée afin d’obtenir des échantillons 100% UFG [74–79]. Mais, avec des conditions d’élaboration bien définies, des travaux similaires ont montré qu’il était également possible d’obtenir des microstructures bimodales [80–90].

De la même manière que pour la métallurgie des poudres précédemment, différents chemins d’élaboration existent afin d’obtenir des microstructures bimodales par laminage et traitement thermique.

Dans la majorité des cas de la littérature, la transformation de phase ( $A \rightarrow M$  – Austénite  $\rightarrow$  Martensite) est presque complète, c’est-à-dire que la microstructure obtenue après laminage tend à être 100% martensitique. Le traitement thermique réalisé ensuite sert à déclencher la transformation de phase inverse ( $M \rightarrow A$ ).

A l’issue de cette étape, de nouveaux grains d’austénite ont germé sur les anciens sites martensitiques. La taille de ces nouveaux grains est dépendante de la zone martensitique dont ils sont originaires :

- s’ils sont issus d’une zone où la martensite se trouve sous forme de latte, les nouveaux grains vont pouvoir croître assez facilement et rapidement après leur germination ;
- d’autres zones, ayant subies des déformations locales plus importantes, présentent une structure de lattes entrecroisées (*i.e.* martensite sous forme de cellules). Lors de la germination, ces zones vont favoriser une cinétique de croissance des nouveaux grains plus lente.

Les figures 1.16 présentent les deux types de martensite (*i.e.* lattes 1.16a ou cellules 1.16b) obtenus après 80% de réduction (laminage à froid) d’un acier inoxydable 304L ainsi que la microstructure bimodale de l’échantillon après un traitement thermique de 300 minutes à 700°C (fig. 1.16c). Ces micrographies MET et MEB à haute résolution sont tirées des travaux de Sabooni *et al.* [84].

Une autre stratégie est également envisageable : plutôt que d’effectuer une transformation de phase intégrale  $A \rightarrow M$ , on réalise uniquement une transformation de phase partielle par déformation plastique. Après laminage, on obtient donc une microstructure comportant des zones martensitiques et des zones d’austénite résiduelle très écrouie.

Le ou les traitements thermiques appliqués ensuite ont deux buts : retransformer la martensite en austénite afin de faire germer de nouveaux grains UFG mais également permettre la recristallisation des zones austénitiques écrouies. La population de CG vient ainsi de la re-

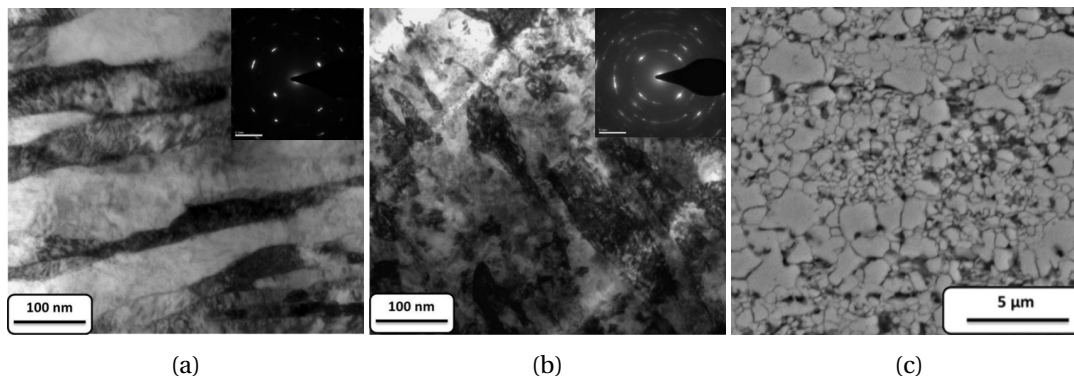


FIGURE 1.16 – Micrographies (a,b) MET et (c) MEB-HR d'un échantillon d'acier 304L. Types de martensite présents après un laminage à froid de 80% de réduction : (a) lattes de martensite ou (b) cellules de martensite (lattes entrecroisées). (c) Microstructure bimodale du même échantillon après un traitement thermique de réversion à 700°C pendant 300 minutes. Figures tirées des travaux de Sabooni *et al.* [84].

cristallisation des grains austénitiques écrouis obtenus après laminage.

C'est la voie d'élaboration utilisée par Wu *et al.* [87] sur un alliage d'acier 316L-Nb. Après un laminage à froid d'environ 80% de réduction d'épaisseur, la microstructure est composée à 67% de SIM et de 33% d'austénite. Après un traitement de réversion/re cristallisation à 850°C pendant 4 minutes une microstructure multimodale avec ~25% de grains ultrafins ( $\leq 0,5 \mu\text{m}$ ), ~36% de grains fins ( $0,5 < d \leq 1 \mu\text{m}$ ) et 39% de grains  $> 1 \mu\text{m}$  est obtenue (fig. 1.17b). Les figures 1.17 présentent les microstructures après trois traitements thermiques différents : 800°C – 4 minutes, 850°C – 4 minutes et 950°C – 4 minutes. On observe une très forte influence de la température sur les cinétiques de transformation inverse / recristallisation : si la température est trop basse la recristallisation des grains d'austénite écrouis n'est pas effective (fig. 1.17a) et si elle est trop élevée le contraste de taille diminue entre les deux populations (fig. 1.17c).

### Propriétés mécaniques

Cette sous-section porte sur les propriétés mécaniques des alliages d'acier inoxydable bimodaux obtenus par laminage puis traitement thermique de réversion/re cristallisation.

Ravi Kumar *et al.* [82, 85] et Sharma *et al.* [89, 90] ont étudié les évolutions microstructurales et leurs effets sur le comportement d'un acier AISI 304L après un chemin thermomécanique complexe donnant une microstructure bimodale.

Après un traitement d'homogénéisation (1070-1080°C pendant 1 heure) et plusieurs passes de laminage successives (90% de réduction de l'épaisseur), les échantillons subissent plusieurs traitements thermiques courts (775-925°C – 45 s). Les traitements sont réalisés de manière

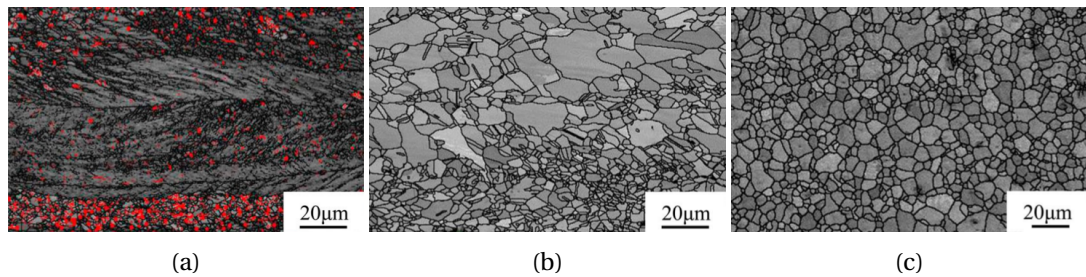


FIGURE 1.17 – Micrographies obtenues par MEB/EBSD. Échantillons laminés à froid (80% de réduction) puis traités thermiquement : (a) 800°C – 4 minutes, (b) 850°C – 4 minutes et (c) 950°C – 4 minutes. Figures tirées des travaux de Wu *et al.* [87].

incrémentale afin d’obtenir la microstructure voulue.

Ravi Kumar [82] compare ainsi un échantillon unimodal UFG ( $d \approx 0.6 \mu\text{m}$ ) avec un échantillon bimodal ( $d_{UFG} = 0,5 \mu\text{m}$  et  $d_{CG} = 1,65 \mu\text{m}$ ) : la limite d’élasticité diminue dans le cas bimodal (784 MPa contre 904 MPa pour l’échantillon unimodal) mais la présence des CG permet un allongement deux fois plus important (20,2% contre 10,1% pour le cas 100% UFG) ainsi qu’un taux d’écrouissage et une contrainte ultime supérieurs.

Une étude détaillée des microstructures et des orientations cristallines (MEB/EBSD) à différents niveaux de déformation a révélé une capacité d’écrouissage plus importante dans les gros grains que dans les petits ainsi qu’une accommodation de la déformation plastique notamment aux interfaces UFG/CG et dans la matrice UFG grâce la présence des CG [82].

Des travaux plus récents issus de la même équipe ont étoffé les résultats précédents avec une étude des textures dans des échantillons similaires et l’influence de la distribution de tailles de grains sur l’évolution de ces domaines au cours de la déformation [89, 90]. Les travaux de Ravi Kumar précédents [82] ont été poursuivis en faisant varier les conditions et le nombre des traitements thermiques afin d’obtenir différentes microstructures et différents compromis entre résistance mécanique et ductilité [85]. Ces résultats sont présentés figure 1.18.

Des conclusions similaires sur du 304L sont tirées par Sabooni *et al.* [84] et Sun *et al.* [86]. Sabooni *et al.* souligne également l’influence du taux de réduction sur les microstructures obtenues après traitement thermique de réversion : celui-ci peut avoir une influence non négligeable sur la bimodalité du matériau obtenu. Ainsi pour 80% de réduction de l’épaisseur et après traitement thermique la distribution est bimodale et confère au matériau une haute limite d’élasticité (720 MPa) et une bonne ductilité (allongement uniforme = 47%).

En revanche, pour le même traitement thermique de réversion (700°C – 3 heures), 93% de réduction d’épaisseur par laminage conduit à une microstructure unimodale à grains ultrafins. La limite d’élasticité est plus élevée ( $\sim 1000$  MPa) mais l’allongement uniforme du matériau est réduit. Le taux d’écrouissage maximal en stade II des deux matériaux est en revanche as-

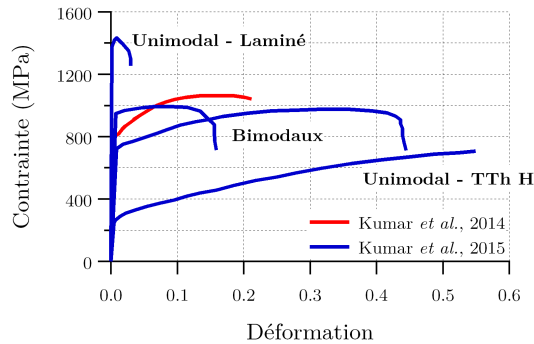


FIGURE 1.18 – Courbes de traction d'échantillons d'acier inoxydable 304L bimodaux et unimodaux obtenus par laminage et traitements thermiques. Données issues des travaux de Ravi Kumar *et al.* [82, 85]. TTh H signifie traitement thermique d'homogénéisation.

sez similaire : 1672 MPa dans le cas bimodal contre 1574 MPa pour l'échantillon unimodal.

Wu *et al.* [81, 87] ont étudié l'influence de la température du traitement de réversion sur les propriétés mécaniques d'un alliage d'acier 316L. Après laminage à froid (80% de réduction), un court traitement thermique de 4 minutes est appliqué sur les échantillons à différentes températures. La réponse mécanique de l'échantillon bimodal (obtenu pour une température de 850°C) présente une limite d'élasticité proche de 760 MPa et un allongement de 50%.

Les travaux de Xu *et al.* [88] proposent une étude approfondie (MEB (EBSD) et MET) d'échantillons d'acier 316LN après traitement de réversion et également après différents niveaux de déformation. Ils notent notamment que la transformation martensitique et la création de macles durant la déformation en traction participent à l'écroutissage et limitent ainsi les concentrations de contrainte ce qui améliore en retour l'allongement du matériau. Les CG se déforment aisément et sont plutôt sujets à la formation de martensite induite par déformation plastique tandis que les UFG ont plutôt tendance à favoriser l'apparition de macles. La stabilité de l'austénite est ainsi liée à la taille de grains plutôt qu'à la composition chimique de l'alliage considéré [88].

TABLEAU 1.1 – Propriétés microstructurales des alliages élaborés par métallurgie des poudres dans la littérature (liste non exhaustive)

Matériau	Obtention poudre	Synthèse	B ou U	HG ou HS	<d> (µm)	(fraction (%))	Densité relative (%)	Ref.
					UFG	CG		
Cu	MGC	CIP+HDE	U	/	0,09	/	~90%	[51, 53]
Ni	EE	SPS	U	/	0,318	/	97%	[28]
Ni	BM	SPS	U	/	0,35	/	97%	[34]
430L	BM	SPS	U	/	0,347	/	98,72%	[38]
316L	BM	SPS	U	/	0,78	/	93,3%	[33]
Ni	EE	HIP	B	HG	0,4 (39%) 0,4 (61%)	13 (61%) 7 (39%)	97% 94%	[52]
Ni	EE	SPS	B	HG	0,55 (45%)	2-10 (55%)	98%	[49]
Fe	BM	SPS	B	HG	0,085	>2,5	98-99%	[35]
Fe-C	BM	SPS	B	HG	0,25	0,9	99%	[37, 54]
Co-Cr-Mo	BM	SPS	B	HS	3,2 (57,3%) 3 (65,7%) 3 (79,2%)	37,6 (42,7%) 36,4 (34,3%) 33,1 (20,8%)	N.C.	[55]
Co-Cr-Mo	BM	SPS	B	HS	3,2 (60%)	37,2 (40%)	N.C.	[39]
Cu	BM	HRS	B	HS	0,8 (60%)	13 (40%)	99,99%	[40]
Cu	BM	SPS	B	HS	2 (20%) 2,3 (19%) 2 (36%)	31,6 (80%) 29,2 (81%) 28,2 (64%)	N.C.	[56]
Ti	BM	HRS	B	HS	0,6-1,2 (45%)	6,5-12,5 (55%)	N.C.	[41]
Ti	JM	SPS	B	HS	5-10	20-25	N.C.	[42]
Ti-6Al-4V	BM	SPS	B	HS	1-3	20-25	N.C.	[57]
316L	BM	HRS	B	HS	0,02 (48%)	3,5 (52%)	N.C.	[44]
304L	BM	SPS	B	HS	2 (20,7%) 1,5 (41%) 1,5 (19,6%)	16,8 (79,3%) 17,6 (59%) 18,4 (80,4%)	N.C.	[45, 46]
304L	BM	SPS	B	HS	1	10	N.C.	[47]

BM = Ball-Milling; MGC = Metal Gas Condensation; EE = Electro-Explosion; JM = Jet-Milling; SPS = Spark Plasma Sintering; HIP = Hot Isostatic Pressing; HRS = Hot Roll Sintering; B = Bimodal; U = Unimodal; HG = Heterogeneous; HS = Harmonic Structure.  
N.C. : Non communiqué

TABLEAU 1.2 – Propriétés mécaniques en traction des alliages bimodaux élaborés par métallurgie des poudres dans la littérature (liste non exhaustive)

Matériau	HG ou HS	<d> (µm) (fraction (%))		$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_{UTS}$ (MPa)	$A_U$	$A_R$	Réf.
		UFG	CG					
Co-Cr-Mo	HS	3,2 (57,3%)	37,6 (42,7%)	635	1283		0,243	
		3 (65,7%)	36,4 (34,3%)	671	1297	N.C.	0,226	[55]
		3 (79,2%)	33,1 (20,8%)	758	1251		0,131	
Cu	HS	0,8 (60%)	13 (40%)	194	395	0,026	0,08	[40]
Cu	HG	2 (20%)	31,6 (80%)	112	225	0,316	~0,36	
		2,3 (19%)	29,2 (81%)	109	243	0,453	~0,524	[56]
		2 (36%)	28,2 (64%)	121	258	0,482	~0,62	
Ti	HS	0,6-1,2 (45%)	6,5-12,5 (55%)	N.C.	750	N.C.	0,2	[41]
Ti	HS	5-10	20-25	621	715	0,135	0,313	[42]
Ti-6Al-4V	HS	1-3	20-25	915,4	956,4	N.C.	0,22	[57]
316L	HS	0,02 (48%)	3,5 (52%)	~494	~847	~0,35	~0,375	[44]
304L	HG	1,5 (19,6%)	18,4 (80,4%)	290	619	0,576	0,724	
		1,5 (41%)	17,6 (59%)	382	744	0,656	0,803	[45, 46]
		2 (20,7%)	16,8 (79,3%)	315	681	0,616	0,792	

HG = Heterogeneous; HS = Harmonic Structure;  $\sigma_{0,2\%}$  = Limite d'élasticité;  $\sigma_{UTS}$  = Contrainte à rupture;  $A_U$  = Allongement uni-forme;  $A_R$  = Allongement à rupture.  
N.C. : Non communiqué

## 1.4 Description numérique et modélisation des systèmes bimodaux

Dans le cadre du développement de nouvelles microstructures micro- et nanostructurées, la modélisation numérique peut permettre d'étudier l'influence de nombreux paramètres morphologiques sur la réponse mécanique macroscopique et locale de ces nouveaux matériaux. La simulation peut, dans ce cas, devenir un outil au service de l'ingénierie de nouvelles microstructures.

En ce qui concerne les systèmes bimodaux, ou plus généralement les matériaux architecturés, deux aspects principaux doivent figurer dans la modélisation :

- les effets de taille dans les modèles de comportement,
- les caractéristiques de la microstructure, *a minima* son caractère bimodal au travers de la taille de grains moyenne de chaque population.

Les paragraphes suivants proposent une revue bibliographique des lois de comportement en plasticité cristalline avec effets de taille ainsi que des différentes stratégies possibles afin de réaliser la transition d'échelle entre le mono- et le polycristal.

### 1.4.1 Lois de comportement en plasticité cristalline avec prise en compte des effets de taille

A l'échelle du monocristal, de nombreuses lois de comportement ont été développées au cours des dernières décennies. Différentes approches sont possibles pour rendre compte des effets de taille :

- de manière explicite, en introduisant dans les lois de comportement un ou des termes directement dépendants de la taille de grains.
- de manière implicite, notamment à travers les approches à gradient de déformation.

De la même manière, au sein de ces différentes approches, les formalismes peuvent être plus ou moins riches et avec des bases purement phénoménologiques ou intégrant des variables physiques.

#### Approche phénoménologique

La terminologie "phénoménologique" utilisée dans ces travaux traduit le fait que les lois d'écrouissage sur les systèmes de glissement sont de type phénoménologique, en opposition aux lois quasi-physiques présentées par la suite.

**Approche de Méric-Cailletaud** Cette loi de comportement phénoménologique a été utilisée dans de nombreux travaux depuis le début des années 1990. En 1991, Méric et Cailletaud

ont implémenté et validé cette loi dans le code de calcul Zset. Puis des calculs monocristallins, dans différentes conditions (monotone/cyclique – à différentes températures), ont été menés sur un superalliage base Ni (AM1) [91, 92]. Un modèle bicristallin de cuivre a aussi été étudié sous des sollicitations en traction-compression [93].

Quilici *et al.* [94] se sont intéressés au comportement du cuivre mono-, multi- et polycristallin en torsion en s'intéressant notamment aux effets locaux induits par le nombre de grains ainsi que leurs positions spatiales et orientations cristallographiques.

Dans la continuité de ces travaux, Barbe *et al.* [95, 96] ont défini un volume élémentaire représentatif pour un matériau polycristallin possédant une taille de grain unique et une étude détaillée des hétérogénéités de contraintes/déformations inter- et intragranulaires et de l'effet d'une surface libre sur la réponse du matériau a été menée. Ces travaux ont été complétés par des traitements statistiques des réponses locales par rapport à leur distance aux joints de grains [97].

**Prise en compte de la taille de grains** Sur la base de ce formalisme certains travaux ont proposé des enrichissements au modèle afin de tenir compte d'un effet de taille de grains sur le comportement.

Dans les travaux de Berbenni *et al.* [98], de Ramtani *et al.* [99, 100], de Lavergne *et al.* [101] et de Phan *et al.* [102], l'effet de taille de grains a été introduit dans la définition de la cisssion résolue critique par un terme de type Hall-Petch en  $\frac{k}{\sqrt{d}}$ . Cette approche, peu coûteuse en temps/ressources de calcul, limite également le nombre de paramètres matériaux supplémentaires à identifier.

Dans la modélisation à champs complets par la méthode des éléments finis proposée par Phan *et al.* [102] la taille de grain ainsi que la présence d'oxydes sont pris en compte à travers l'ajout, respectivement, d'un terme de type Hall-Petch et d'un terme additif au sein de l'évolution de la cisssion résolue critique. Cette loi phénoménologique de plasticité cristalline basée sur les facteurs de Schmid et implémentée en petites déformations, montre une bonne corrélation entre résultats numériques et expérimentaux obtenus sur des échantillons de nickel à grains ultrafins (fig. 1.19).

### Approche quasi-physique

Derrière ce terme "quasi-physique", on retrouve en réalité des approches à la fois phénoménologiques et physiques notamment au travers de l'utilisation d'une ou de plusieurs variables internes physiques au sein de leurs équations constitutives.

**Modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot** Le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot [103] propose un formalisme de type Kocks-Mecking [104, 105] généralisé faisant intervenir l'évolution de la densité de dislocations sur chaque système de glissement. Ces équations sont



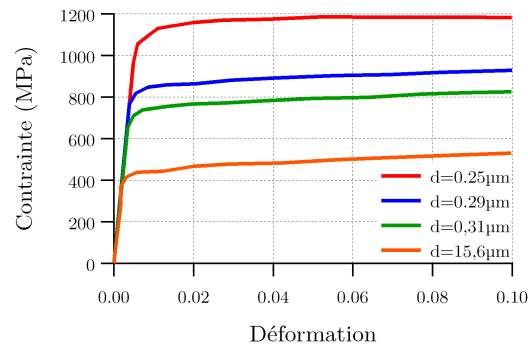


FIGURE 1.19 – Courbes contrainte-déformation obtenues avec le modèle phénoménologique de Phan *et al.* [102] pour des échantillons unimodaux de nickel.

basées sur la relation de Taylor [106, 107] et sur les travaux d'Essmann et Mughrabi [108].

Bien que les formulations diffèrent quelque peu, les travaux de Cuitiño-Ortiz [109] et d'Arsenlis-Parks [110] font eux aussi intervenir les densités de dislocations au sein des équations régissant l'écroutissage dans leurs lois matériaux.

Ce formalisme, initialement utilisé pour modéliser la réponse de multicristaux de cuivre [103, 111] et notamment étudier les lignes et bandes de glissement observables sur les échantillons expérimentaux, a ensuite été étendu à d'autres cas. Ceux-ci ont nécessité, la plupart du temps, des enrichissements de la loi initiale avec, notamment, l'ajout de l'influence d'un effet de taille sur le libre parcours moyen des dislocations.

**Prise en compte de la taille de grains** La taille de grains n'est pas implicitement prise en compte dans ces modèles mais les effets de taille peuvent être introduits de différentes manières.

M. Libert [112] a introduit une dépendance à la taille de grains en  $\frac{1}{d}$  ainsi qu'une prise en compte de la température de sollicitation dans la loi d'évolution de la densité de dislocations afin de modéliser le comportement mécanique d'aciers bainitiques à basse température. Ces travaux ont été poursuivis au cours de la thèse de C.N. Nguyen [113]. Des critères de rupture ont notamment été appliqués sur les champs de contrainte obtenus pour différentes températures de sollicitation [114].

S. Lefebvre [115] propose quant à elle d'introduire la distance aux joints de grains dans la description du libre parcours moyen des dislocations. L'évolution de la densité de dislocations devient alors dépendante de la distance aux joints de grains ce qui permet de reproduire, phénoménologiquement, la formation de GND à proximité des joints de grains. Les résultats obtenus (*cf.* fig. 1.20) montrent un effet de taille sur l'écroutissage. La limite d'élasticité n'est en revanche pas modifiée avec ce formalisme.

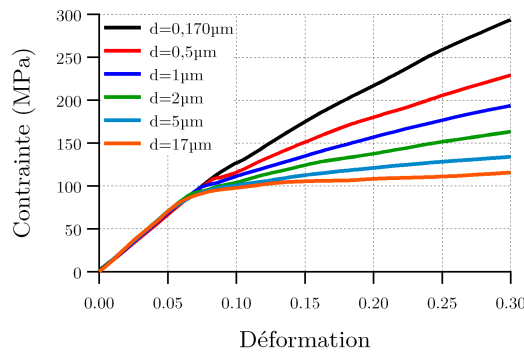


FIGURE 1.20 – Courbes contrainte-déformation obtenues avec l’approche S. Lefebvre basée sur une loi quasi-physique [103] modifiée afin de tenir compte des effets de taille [115].

### Plasticité à gradient de déformation

Une dernière approche repose sur une modélisation intrinsèque des effets de taille. Issue des modèles non-locaux de la mécanique des milieux généralisés, la plasticité à gradient peut prendre différentes formes [116]. Dans l’approche liée aux milieux micromorphes, on distingue les modèles de Cosserat (gradient lié à la courbure du réseau cristallin) [117] des modèles à second gradient (gradient de déformation) [118]. On retrouve également des modèles dits à gradient de variable interne dans lesquels le gradient de déformation résultant des incompatibilités de déformations (notamment intergranulaires) est directement lié à la production de dislocations géométriquement nécessaires. Ces GND influencent aussi la production de dislocations statistiquement stockées [119–121].

Cette approche est encore, néanmoins, très coûteuse en terme de ressources/temps de calcul du fait du grand nombre de degrés de liberté (jusqu’à 21 pour un matériau CFC) en chaque noeud. Ce qui explique qu’elle n’ait été utilisé principalement que sur des monocristaux [122] et quelques polycristaux [121].

Avec l’approche de Evers *et al.* [119, 120], Keller *et al.* [121] ont étudié les effets de taille sur le comportement de multi- et polycristaux de nickel. Les figures 1.21 et 1.22 présentent respectivement les champs de contrainte de Von Mises sur un agrégat de 6 grains cubiques ainsi que la contrainte de Von Mises et les densités de dislocation le long de la ligne A (représentée en tirets rouges) obtenus avec le modèle de plasticité à gradient.

L’approche liée à la théorie des milieux micromorphes, développée au sein de l’équipe de S. Forest, repose sur le principe que deux types de degrés de liberté sont associés à un noeud [123, 124]. En plus des degrés de liberté en déplacement, on y ajoute des degrés de

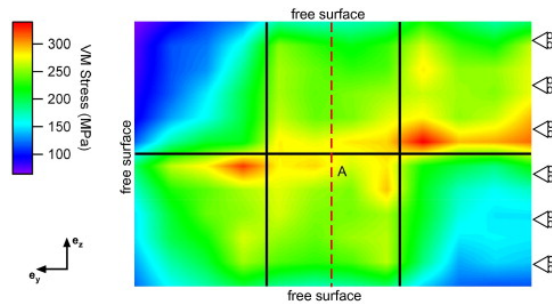


FIGURE 1.21 – Champs de contrainte de Von Mises sur un agrégat de 6 grains cubiques [121]. Le modèle de plasticité à gradient de déformation est décrit plus précisément dans Keller *et al.* [121].

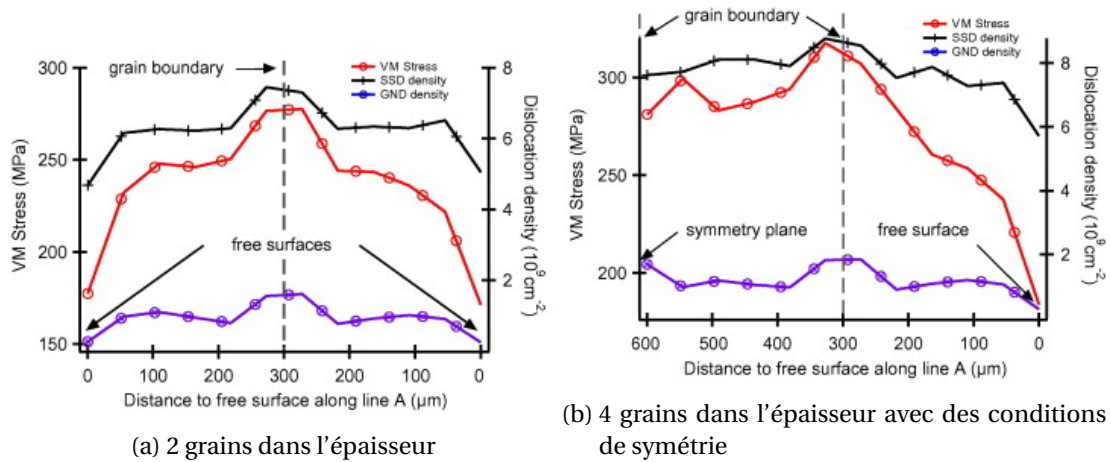


FIGURE 1.22 – Contrainte de Von Mises et densités de dislocations (GND et SSD) extraites le long de la ligne A de la figure 1.21. Modèle de plasticité à gradient et résultats tirés de Keller *et al.* [121].

liberté qui peuvent être une courbure de réseau cristallin (modèle de Cosserat - Forest *et al.* [117]) ou une déformation (modèle à gradient) [118]. Ces degrés de liberté peuvent être relatifs à l'ensemble du tenseur des dislocations [125] ou dans une forme réduite n'ajouter qu'un seul degré de liberté supplémentaire appelé microslip [122, 126]. De plus amples informations sur cette loi peuvent être trouvées dans la récente thèse de C. Ling [126]. Ling *et al.* [122] appliquent notamment ce formalisme à la localisation de la déformation et à la rupture ductile de monocristaux. Ils s'intéressent notamment à la croissance et coalescence d'une porosité au sein d'une cellule unitaire monocristalline.

#### 1.4.2 Transition d'échelle entre le comportement mono- et polycristallin

Malgré le nombre assez important de travaux de modélisation traitant des effets de taille, peu de travaux se sont attachés à étudier le comportement des matériaux à distribution bi-

modale de taille de grains.

Parmi ces travaux sur les systèmes bimodaux, deux types d'approches sont principalement utilisées :

- les approches à champs moyens qui proposent des lois de comportement qui peuvent être très complètes (jusqu'à la prise en compte de l'endommagement) mais qui ne permettent pas de rendre compte des interactions locales entre grains et restent limitées en terme de description de la microstructure.
- les approches à champs complets qui proposent une description fine de la microstructure (distribution de taille de grains, morphologie des populations, etc...) mais qui reposent sur des lois de comportement le plus souvent moins abouties.

### Approches à champs moyens

Afin de décrire, en première approche, des microstructures bimodales il faut *a minima* que le modèle tienne compte de la taille de grains moyenne pour chaque population, UFG et CG, ainsi que de leurs fractions volumiques. Le modèle s'apparente alors à un modèle biphasé composite.

Joshi *et al.* [127] ont utilisé l'approche à champs moyens de Mori-Tanaka afin de prédire l'effet du procédé d'extrusion sur l'anisotropie de la contrainte d'écoulement et pour analyser l'influence de la fraction de CG sur la réponse mécanique. Zhu *et al.* [128] utilisent un modèle biphasé à champs moyens associé à une transition d'échelle basée sur les travaux de Weng [129] afin de décrire le plus précisément possible le comportement de chaque phase. Le comportement des CG est ainsi piloté par des mécanismes de stockage-annihilation des dislocations mobiles comme dans le modèle de Kocks-Mecking [130] tandis que les UFG sont plutôt sujets à la formation de dislocations géométriquement nécessaires aux joints de grains pour accommoder les incompatibilités de déformation.

Une description plus fine de la distribution de taille de grain est utilisée par Kurzydowski [131] afin d'introduire une meilleure prise en compte des effets de taille sur la limite d'élasticité. Dans ce cas le polycristal peut être vu comme un agrégat de sous-polycristaux de même taille. Kurzydowski *et al.* montrent ainsi une dépendance de la limite d'élasticité aux déformations inhomogènes entre grains et à l'écart-type de la distribution de taille de grains considérée [131, 132].

Parmi les travaux menées avec des approches d'homogénéisation, on peut noter les travaux de Weng [133] dans lesquels les effets de taille sont traduits à travers une dépendance de la limite d'élasticité de type Hall-Petch. Ces effets de taille à l'échelle locale sont ensuite reliés à l'échelle macroscopique grâce à l'approche d'homogénéisation proposée par Berveiller-Zaoui. Sur la base de ces travaux, Berbenni *et al.* [98] ont utilisé un schéma auto-cohérent associé à une transition d'échelle basée sur les champs translatés afin de prendre en compte à la fois l'effet de la distribution de taille et des hétérogénéités locales sur la réponse mécanique

des polycristaux considérés. Cet article compare de nombreuses distributions log-normales bimodales et, même si l'écroutissage n'est pas pris en compte dans cette formulation, les résultats montrent une forte influence du ratio de taille entre CG et UFG et de la dispersion autour des tailles de grains moyennes sur la contrainte d'écoulement (cf. fig. 1.23a).

Une approche micromécanique similaire a été appliquée sur un modèle prenant en compte les deux zones distinctes que sont les joints de grains et le coeur de ceux-ci. Ce modèle peut être vu comme un modèle composite à deux phases [99, 100, 134]. Différentes lois de comportement peuvent ainsi être appliquées localement dans les zones de coeur et celles proches des joints de grains ce qui modifie la déformation plastique de ces deux phases. L'écroutissage du matériau peut être correctement décrit en utilisant cette formulation (cf. fig. 1.23b), néanmoins l'épaisseur de la zone d'empilement des dislocations à proximité des joints de grains ne varie pas en fonction de la taille de grains.

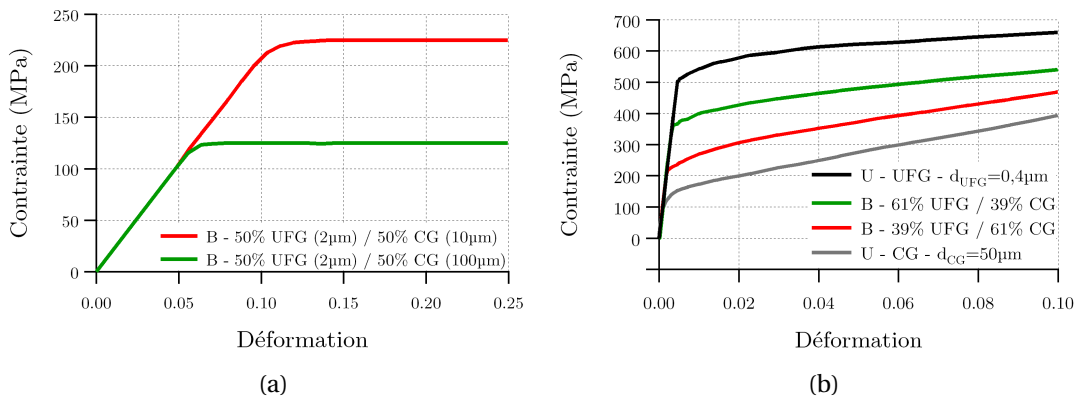


FIGURE 1.23 – Résultats numériques obtenus avec des modèles macro-homogènes sur des distributions bimodales : (a) approche de Berbenni *et al.* [98] et (b) approche de Ramtani *et al.* [100].

### Approches à champs complets

La plasticité cristalline en champs complets repose sur l'utilisation de modèles numériques d'agrégats polycristallins décrivant la microstructure (morphologie et orientations cristallines) de la manière la plus fidèle possible. Les lois de comportement, présentées dans les paragraphes précédents, cherchent à décrire le plus physiquement possible les différents mécanismes de déformation à l'échelle des systèmes de glissement afin de s'approcher au plus près du comportement réel du matériau.

Les travaux de Magee *et al.* [135] sur des échantillons bimodaux d'Al 5083 ont pour but d'étudier les interactions inter- et intragranulaires entre grains et en particulier entre CG et UFG. Pour réduire les coûts de calcul, la simulation est menée à deux échelles : la plasticité cristalline et un modèle cohésif sont utilisés afin d'étudier localement les interactions entre

CG et la matrice UFG (fig. 1.24) tandis que la simulation du VER (Volume Élémentaire Représentatif) est menée grâce à un modèle macro-homogène prenant en compte l'endommagement du matériau.

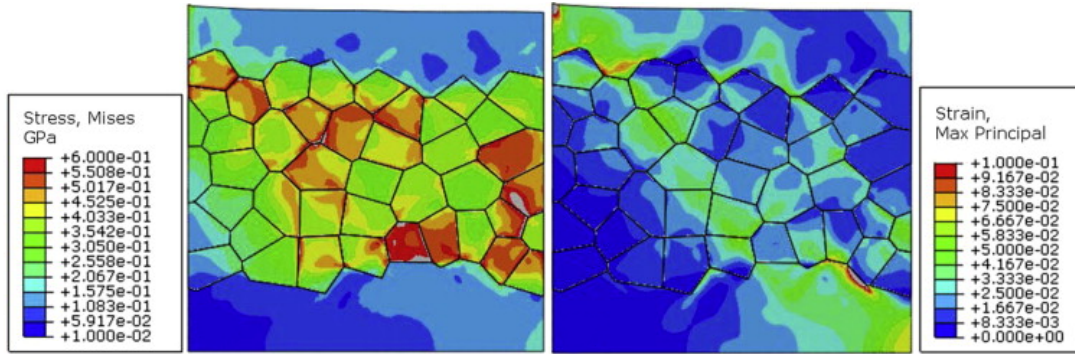


FIGURE 1.24 – Champs de contrainte de Von Mises (gauche) et de déformation principale maximale (droite) obtenus avec le modèle phénoménologique de Magee *et al.* [135].

Gélebart *et al.* [136] et Lavergne *et al.* [101] proposent, respectivement, des perspectives et des résultats intéressants sur des agrégats polycristallins uni- et bimodaux. Ces simulations sont menées grâce aux transformées de Fourier rapides (Fast Fourier Transform – FFT) qui, bien qu'étant sujettes à certaines limitations (notamment au regard des conditions limites à utiliser), permettent des temps de calcul relativement faibles sur des agrégats polycristallins conséquents. Lavergne *et al.* [101] proposent des solutions de génération de microstructures complexes ainsi qu'une loi basée sur les facteurs de Schmid et l'utilisation d'un terme de type Hall-Petch pour tenir compte d'un effet de taille de grains au niveau de la cission résolue critique. Les résultats obtenus par FFT sont en bonne adéquation avec ceux obtenus grâce à un modèle auto-cohérent mais se limitent à l'étude de l'influence des microstructures sur la limite d'élasticité.

De premiers travaux de modélisation sur le sujet ont également été réalisés au sein du GPM à Rouen [137]. Ces travaux, en 2D, et en plasticité cristalline à champs complets ont permis de mettre en évidence l'existence de champs hétérogènes de contrainte avec des zones à fortes concentrations de contrainte. Cet agrégat bimodal de zinc présente également des zones de localisation de la déformation, notamment au sein des zones CG (fig. 1.25). Il n'y a en revanche aucune prise en compte de la taille de grain dans la loi de comportement phénoménologique utilisée.

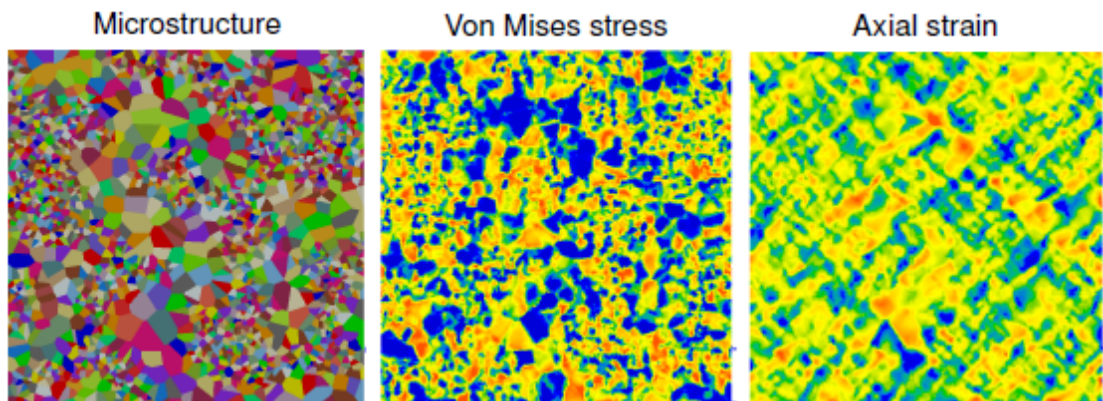


FIGURE 1.25 – Microstructure (gauche), champs de contrainte de Von Mises (milieu) et de déformation (droite) obtenus avec le modèle phénoménologique de Méric-Cailletaux sur des polycristaux de zinc (0,5% de déformation totale). D’après Barbe *et al.* [137].

## 1.5 Conclusions de la revue bibliographique et perspectives

### 1.5.1 Partie expérimentale

Au regard de l’élaboration, nous avons vu que différentes techniques/procédés pouvaient être mis en œuvre. Certains de ces procédés sont assez bien maîtrisés et l’obtention de matériaux à distribution bimodale de taille de grains est possible de manière très précise : aussi bien en terme de tailles de grain des deux populations et de leurs fractions volumiques. La métallurgie des poudres associée à une technique de synthèse permet également de réaliser des matériaux bimodaux architecturés sous la forme de microstructures bimodales dites harmoniques. Ces microstructures présentent des propriétés mécaniques moins dispersives et légèrement supérieures à leurs contre-parties bimodales hétérogènes.

La littérature est assez complète vis-à-vis de l’élaboration et de la caractérisation microstructurale mais une partie des travaux seulement présentent des analyses du comportement mécanique avancées : l’équipe de Dirras *et al.* [49, 52] propose une analyse en compression d’échantillons bimodaux de nickel avec des cartographies EBSD à différents niveaux de déformation ainsi que des essais MET *in situ*. L’influence des vitesses de déformation est également étudiée. Les équipes d’Ameyama *et al.* proposent une analyse en traction simple d’un nombre important de matériaux (du cuivre [40, 56], du titane [41, 42], du Ti-6Al-4V [57], du Co-Cr-Mo [39, 55], un acier dual-phase SUS329J1 [64], des aciers inoxydables 316L [44] et 304L [45–47]) à distribution bimodale de taille de grains, hétérogènes ou harmoniques. Récemment, les travaux de Park *et al.* [47] vont plus loin en utilisant la micro corrélation d’images numériques sur des cartographies EBSD à différents niveaux de déformation et en proposant une analyse plus fine du comportement avec la décomposition des contraintes. Ils sont ainsi capables d’émettre de nouvelles hypothèses sur les mécanismes locaux de défor-

mation et sur l'effet de la bimodalité sur le comportement mécanique.

La voie d'élaboration reposant sur des déformations plastiques intenses puis des traitements thermiques bien choisis permet, elle aussi, d'obtenir des microstructures bimodales, notamment, par une succession de transformations de phase. Les microstructures sont en revanche moins bien maîtrisées et il est plus difficile d'obtenir les tailles et le ratio de taille de grains, entre les deux populations, voulus. Cette voie d'élaboration présente en revanche un très fort potentiel industriel car elle repose, dans certains cas, sur des procédés classiques de mise en forme (laminage par exemple). Certains travaux récents (sur des aciers inoxydables) présentent des études assez exhaustives sur l'effet de différents paramètres procédé sur les microstructures obtenues [82, 84, 85, 88]. Ces travaux présentent des résultats d'essais en traction simple et une analyse des mécanismes de déformation associés (par différentes techniques d'analyse : microscopie, DRX, Feritscope, ...).

Indépendamment de la voie d'élaboration, peu de travaux ont été menés avec la volonté de réaliser une étude quasi-systématique de l'influence des tailles de grains des deux populations et de leurs fractions volumiques. De la même manière, les propriétés mécaniques et les mécanismes associés à la déformation de ces microstructures sont toujours à l'étude.

Comment trouver un vrai compromis entre résistance mécanique améliorée et ductilité? Comment l'introduction d'une population de grains de taille conventionnelle dans une matrice à grains ultrafins influence-t-elle le comportement mécanique macroscopique et local des matériaux considérés? Les interfaces CG/UFG sont-elles les lieux privilégiés de l'initiation de la ruine du matériau? A l'inverse, les CG jouent-ils un rôle "tampon" en homogénéisant les contraintes au sein de la matrice UFG? Toutes ces questions méritent une étude attentive pour compléter les travaux déjà réalisés dans la communauté et/ou apporter de nouvelles réponses sur certains points particuliers.

### 1.5.2 Partie numérique

En ce qui concerne la partie numérique, de nombreux développements ont été menés dans les dernières décennies afin de mieux tenir compte des effets de taille au sein des lois de comportement matériau. Différentes approches peuvent être adoptées, certaines plus phénoménologiques [98, 100–102] et d'autres plus physiques [114, 115], mais également plus coûteuses en terme de ressources/temps de calcul. D'autres approches basées sur l'ajout de degrés de liberté supplémentaires et la plasticité à gradient de déformation permettent de rendre compte intrinsèquement des effets de taille [121, 122]. Ces approches très complètes associées au développement de calculateurs toujours plus puissants ainsi que l'utilisation de nouvelles méthodes de résolution (FFT par exemple [101, 136]) semblent être des voies très prometteuses pour l'avenir.

Malgré la richesse des lois de comportement avec prise en compte des effets de taille dans les monocristaux, peu de travaux ont traité des systèmes bimodaux polycristallins.



Comme précisé dans les sections précédentes, la transition mono-/polycristal peut reposer sur différentes approches :

- les approches à champs moyens avec, par exemple, les travaux de Berbenni *et al.* [98] et de Ramtani *et al.* [100] dans lesquels les effets de taille de grains sont pris en compte à travers un terme de type Hall-Petch. Ces travaux sont assez aboutis en terme de loi de comportement (endommagement) et d'étude des différents descripteurs microstructuraux (distribution de taille de grains, fractions des deux populations, etc...) mais sont limitées en terme de représentativité des microstructures et des champs locaux.
- les approches à champs complets avec les travaux de Magee *et al.* [135] ou de Lavergne *et al.* [101] sur des agrégats bimodaux pour lesquels la prise en compte de la microstructure n'est pas totalement explicite [135] ou l'étude des propriétés mécaniques limitée à la limite d'élasticité [101]. Dans ce cas, les agrégats tendent à reproduire le plus fidèlement possible les microstructures réelles et l'accès aux champs locaux est aisé mais, dans les travaux présentés dans la littérature, les lois de comportement utilisées sont moins complètes du fait des ressources de calcul nécessaires.

De manière analogue à la partie expérimentale, peu de travaux ont été menés avec la volonté de réaliser une étude détaillée des systèmes bimodaux en plasticité cristalline en champs complets avec des lois de comportement prenant en compte les effets de taille. Cette approche doit permettre d'étudier l'influence des divers descripteurs microstructuraux sur la réponse mécanique locale des agrégats bimodaux.

Ces études sont une première étape vers des analyses plus approfondies notamment au regard d'une description d'ordre supérieur de la microstructure avec la prise en compte, par exemple, de la tortuosité d'une des populations. Ou encore, la prédiction de durée de vie en fatigue ou de rupture en utilisant les champs locaux obtenus en plasticité cristalline. De manière plus générale, ces développements seront applicables à tous les matériaux architecturés : qu'ils soient multimodaux, bimodaux harmoniques, ou qu'ils présentent des microstructures à gradient de taille de grains.

# Partie expérimentale



# 2

## Élaboration et caractérisation microstructurale d'alliages nanostructurés et bimodaux d'acier inoxydable austénitique

Ce chapitre décrit les procédés d'élaboration utilisés afin de réaliser les échantillons bimodaux présentés dans ces travaux. Les paramètres et conditions d'élaboration sont décrits en détail puis les échantillons obtenus sont caractérisés microstructuralement grâce à plusieurs techniques d'analyse. Ces analyses seront ensuite utilisées dans le chapitre 3, relatif au comportement mécanique de nos échantillons, afin de mieux comprendre les mécanismes de déformation mis en jeu dans les systèmes bimodaux.

### 2.1 Métallurgie des poudres et frittage flash

#### 2.1.1 Élaboration

La figure 2.1 décrit les différentes étapes de l'élaboration de matériaux à distribution bimodale de taille de grains par métallurgie des poudres et frittage flash (SPS). Les paragraphes suivants s'intéressent de manière détaillée aux paramètres et conditions de broyage et de synthèse utilisés pour obtenir les échantillons d'acier inoxydable austénitique 316L de ce travail.

#### Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres repose, dans notre cas, sur trois poudres différentes. Ces trois poudres doivent permettre d'obtenir différentes tailles de grains et distributions de taille de grains :

- une poudre commerciale (Goodfellow) monocristalline avec une taille de grains moyenne de  $3 \mu m$ .
- une poudre commerciale (Goodfellow) polycristalline de granulométrie d'environ  $45 \mu m$  et avec une taille de grains autour de  $10-15 \mu m$ .
- une poudre broyée à partir de la poudre commerciale  $3 \mu m$  avec une taille de grains de l'ordre de  $0,3 \mu m$ .

**Broyage mécanique** L'étape de broyage mécanique est réalisée grâce à une broyeuse planétaire Fritsch Pulverisette 7 au CRISMAT à Caen. La poudre commerciale de  $3 \mu m$  est intro-

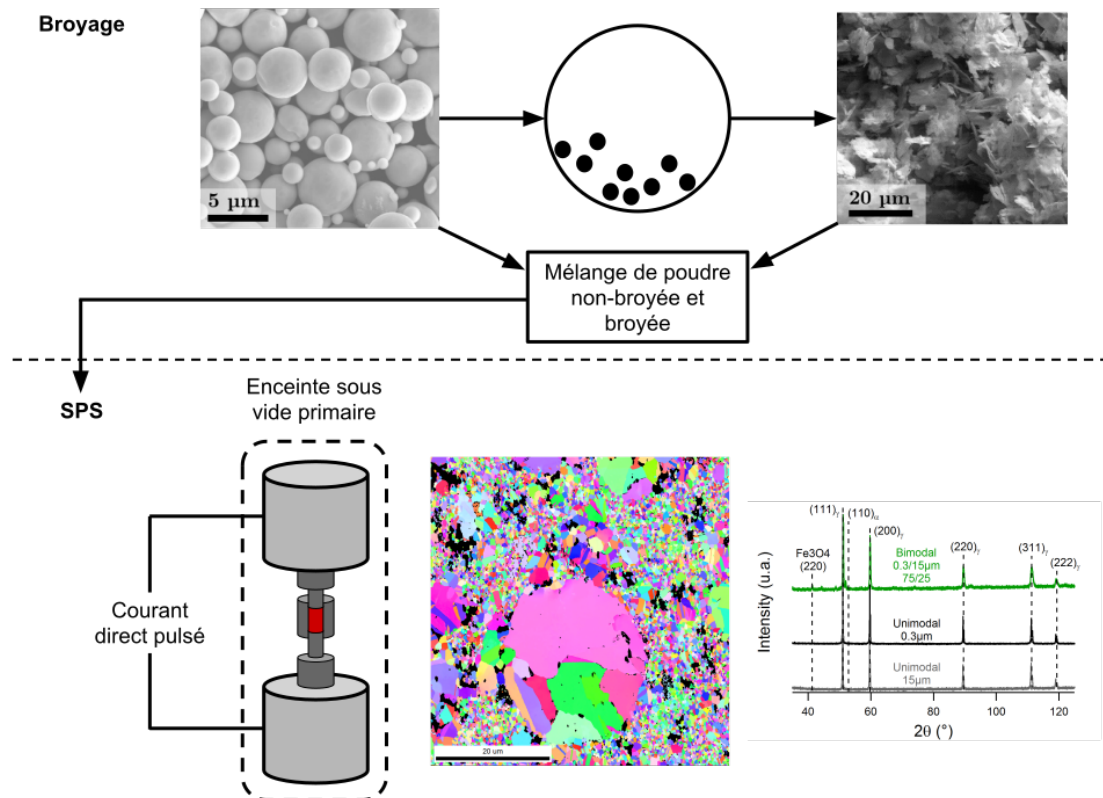


FIGURE 2.1 – Description schématique de l’approche bottom-up par métallurgie des poudres et frittage flash (SPS).

duite dans un bol de broyage en carbure de tungstène avec des billes de broyage du même matériau et de l’éthanol (Process Control Agent - PCA). Le rôle de ce dernier étant de limiter l’échauffement de la poudre au cours du broyage. Un broyage court et intense est ensuite programmé : la poudre commerciale va subir 24 cycles de 5 minutes à 500 tours/min. Ces cycles sont entrecoupés d’une pause d’une minute afin de limiter, encore une fois, l’échauffement de la poudre. Le sens de rotation est inversé entre deux cycles pour homogénéiser au maximum le broyage. Ces conditions ont été optimisées durant de précédents travaux au sein du Labex EM3C [33]. Le tableau 2.1 contient les quantités ainsi que les conditions de broyage utilisées.

**Préparation de la poudre avant synthèse** Sur la base des trois types de poudre à notre disposition, 12 types d’échantillons différents ont été synthétisés. Trois échantillons correspondent à la synthèse des poudres initiales, c’est-à-dire :

- 100% UFG - 100% de poudre broyée ( $d=0,3 \mu m$ ),
- 100% FG - 100% de poudre commerciale monocristalline ( $d=3 \mu m$ ),

TABLEAU 2.1 – Quantités introduites et conditions de broyage utilisées.

Quantités introduites					
	Poudre	Billes	Ratio massique billes :poudre	PCA (ethanol)	
	(g)	∅ (mm)		(g)	
	24	5	10 :1	24	
Conditions de broyage					
		Durées			
Vitesse rotation (tr/min)	Nb cycles	Cycle (s)	Pause (s)	Broyage (s)	Totale (s)
500	24	300	60	7200	8640

- 100% CG - 100% de poudre commerciale polycristalline ( $d=15 \mu m$ ).

Les neuf échantillons restants sont des mélanges des différentes poudres initiales. On fait ainsi varier les fractions massiques de poudres (25/75%, 50/50% et 75/25%) et les tailles de grains des poudres en présence ( $0,3/3 \mu m$ ,  $0,3/15 \mu m$  et  $3/15 \mu m$ ). Ces différents échantillons auront pour but de caractériser l'effet de tailles de grains de chaque population et leurs fractions respectives sur le comportement mécanique.

### Frittage flash

Au contraire des techniques de frittage classiques, le frittage flash permet une densification rapide du matériau. Grâce à des temps de montée et de descente en température courts, ce procédé de synthèse permet de limiter la croissance des grains. Cet aspect est particulièrement important lorsque l'on souhaite piloter de façon précise les populations de taille de grains en présence et leurs proportions.

Le dispositif SPS utilisé dans ces travaux est une machine HD25 de FCT System GmbH du CRISMAT de Caen. Des pastilles de diamètre 20 et 50 mm ont été réalisées. La figure 2.2 présente un cycle de synthèse typique sur lequel on peut distinguer quatre phases :

- une phase de maintien à pression constante sous vide afin d'assurer une bonne cohésion entre les particules de poudres et de limiter au maximum la présence de porosités à l'issue de la synthèse.
- une phase de montée en température et en pression avec un accroissement de la température de l'ordre de 100 K/min pour arriver à la température de maintien.
- un palier de maintien à 1313 K et à 50 MPa pendant 300s : c'est la phase de frittage du matériau.

- une phase de descente en température et en pression jusqu'à température ambiante et pression de maintien faible.

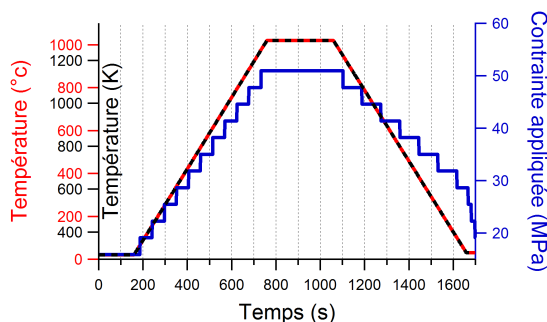


FIGURE 2.2 – Courbes d'évolution de la température et de la contrainte appliquée au cours du procédé de frittage flash.

Le tableau 2.2 contient tous les paramètres machine du cycle décrit à la figure 2.2.

TABLEAU 2.2 – Paramètres de frittage utilisés.

Montée en temp. (K/min)	Temp. de maintien (K)	Pression max. (MPa)	Durée de maintien (s)
100	1313	50	300

L'annexe A présente de manière plus détaillée une description du procédé SPS. Les paramètres de synthèse ont été optimisés lors de travaux précédents [32, 33] et plus de détails sont également disponibles dans ces articles au regard de l'élaboration par SPS.

### 2.1.2 Caractérisation microstructurale

Avant de s'intéresser au comportement mécanique de nos échantillons, une étude quasi-systématique de la microstructure est réalisée. Des analyses en MEB/EBSD permettent ainsi d'obtenir des informations précises sur nos distributions de taille de grains et sur la présence ou non d'éventuelle texture cristallographique. L'annexe B contient des précisions vis-à-vis des paramètres utilisés lors de l'acquisition et de l'analyse des cartographies EBSD. L'utilisation de la DRX couplée avec de l'imagerie MET donnent des informations sur les phases en présence et leur répartition spatiale. Ces analyses permettent en particulier de quantifier la présence d'oxydes et leur position. Ces résultats, associés à une pesée hydrostatique de chaque échantillon, sont utilisés pour déterminer la densité relative du matériau synthétisé. Le tableau 2.3 résume les différents échantillons synthétisés par SPS et une partie de leurs caractéristiques microstructurales. On distingue quatre séries :

- **Série I** : échantillons unimodaux,

- **Série II** : échantillons bimodaux 3/15  $\mu m$ ,
- **Série III** : échantillons bimodaux 0,3/3  $\mu m$ ,
- **Série IV** : échantillons bimodaux 0,3/15  $\mu m$ .

TABLEAU 2.3 – Échantillons d’acier inoxydable 316L unimodaux et bimodaux obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash.

Série	Uni- ou Bimodal	Taille de grain ( $\mu m$ )			Ratio de taille CG/(U)FG	Fraction vol.(%)		Densité relative (%)
		UFG	FG	CG		(U)FG	CG	
I	Unimodal	0,3	/	/	/	100	0	95,4
		0,7	/	/	/	100	0	94,7
		0,95	/	/	/	100	0	95,1
		/	1,0	/	/	100	0	96,0
		/	1,4	/	/	100	0	96,0
		/	3	/	/	100	0	99,1
		/	/	15	/	0	100	98,2
II	Bimodal	/	3	15	5	25	75	97,3
		/	3	15	5	50	50	98,7
		/	3	15	5	75	25	98,2
III	Bimodal	0,3	3	/	10	25	75	98,4
		0,3	3	/	10	50	50	97,5
		0,3	3	/	10	75	25	96,8
IV	Bimodal	0,3	/	15	50	25	75	97,6
		0,3	/	15	50	50	50	97,6
		0,3	/	15	50	75	25	95,2

UFG : UltraFine Grain - FG : Fine Grain - CG : Coarse Grain.

### Analyses MEB/EBSD

Du fait de la faible taille de grains de la population issue de la poudre broyée, des analyses MEB/EBSD ont du être réalisées afin d’obtenir des informations suffisamment précises vis-à-vis des distributions de taille de grains en présence. La figure 2.3 présente pour l’échantillon 75/25% - 0,3/15  $\mu m$  une cartographie d’orientations EBSD ainsi que la distribution de taille de grains de la zone observée. La bimodalité du matériau est clairement visible avec, dans ce cas, un fort contraste de taille entre les deux populations.

Les analyses EBSD nous donnent également accès à d’autres descripteurs, comme illustré à la figure 2.4 avec la texture cristallographique de la zone observée (à travers une figure de pôle) ainsi que les champs de désorientation locaux (Kernel Average Misorientation - KAM). Ces derniers sont calculés sur la base des différences d’orientations entre un pixel donné et ses voisins. On ne présente ici que la cartographie KAM de la zone encadrée en bleu sur la



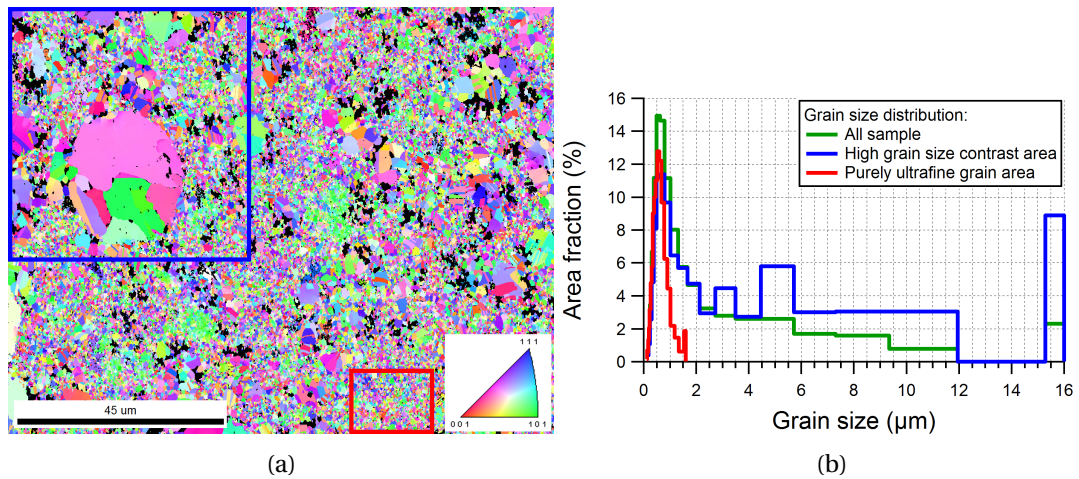


FIGURE 2.3 – Échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15  $\mu\text{m}$ ) d'acier inoxydable 316L obtenu par SPS : (a) cartographie EBSD et (b) distribution de taille de grains.

figure 2.3. L'analyse de ces descripteurs peut s'avérer intéressante afin de s'assurer qu'initialement le matériau ne possède pas de texture cristallographique ou de zones localement très perturbées (ce qui pourrait indiquer des déformations plastiques localisées). On pourrait également imaginer réaliser un suivi de la même zone au cours de la déformation avec des essais interrompus afin d'observer les évolutions de ces deux descripteurs. Sur l'ensemble de nos échantillons élaborés par SPS, la texture cristallographique reste faible avec une densité maximale de pôle (Maximum Pole Density - MPD) de 2,2 assurant un comportement mécanique isotrope.

La figure 2.5 présente pour quatre échantillons les cartographies d'orientations ainsi que les cartographies en code couleur relatives aux tailles de grains. Ces dernières, au contraire d'un graphique présentant une distribution de taille de grains, permettent d'observer où sont situées les différentes populations ainsi que leur morphologie. On note ainsi que les gros grains issus de la poudre polycristalline tendent à former des clusters et qu'ils peuvent soit être isolés dans les cas 75% (U)FG / 25% CG ou bien percolés les uns aux autres dans les cas 25% (U)FG / 75% CG.

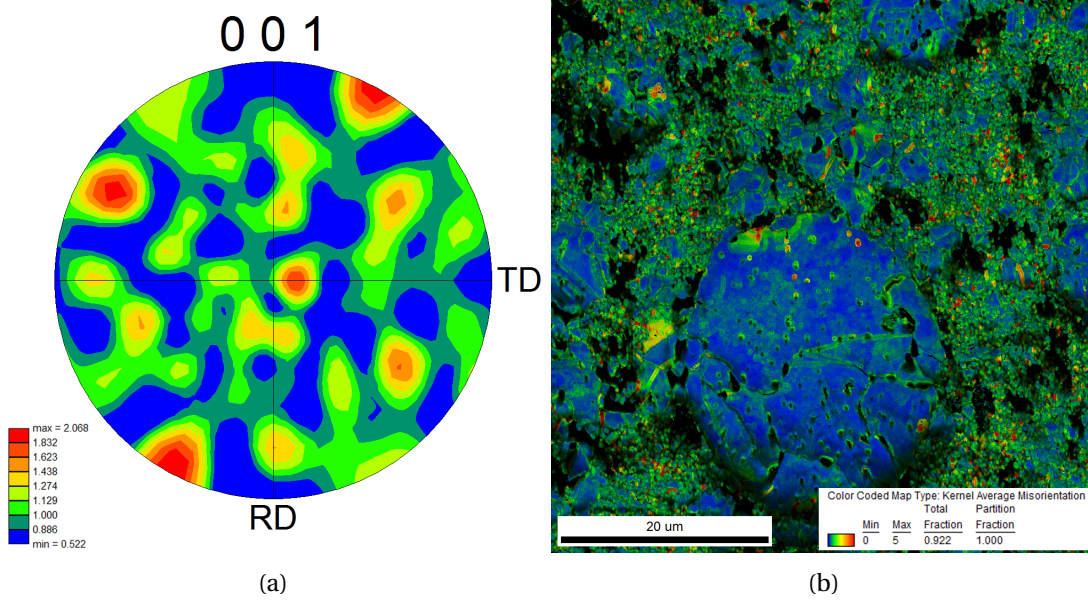


FIGURE 2.4 – Échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15  $\mu\text{m}$ ) d'acier inoxydable 316L obtenu par SPS : (a) Figure de pôle 001 et (b) cartographie KAM.

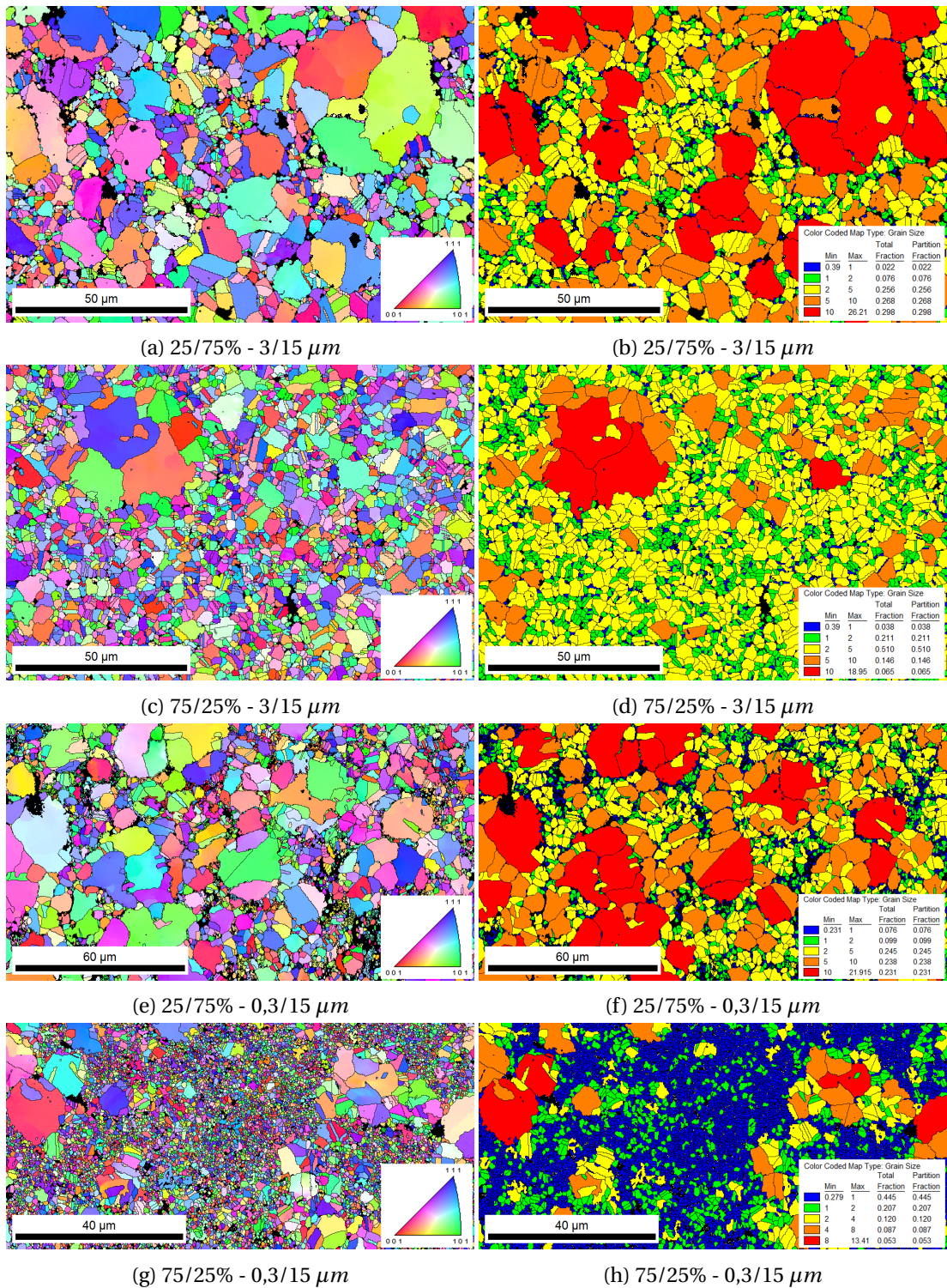


FIGURE 2.5 – Échantillons bimodaux d'acier inoxydable 316L par SPS : (a,c,e,g) cartographies d'orientations EBSD et (b,d,f,h) cartographies en code couleur relatives à la taille de grains.

### Analyses DRX et imagerie MET

Les travaux de Keller *et al.* [33] sur les mêmes poudres que celles utilisées dans ce manuscrit ont montré que le broyage mécanique induisait une forte réactivité de la poudre. Cette réactivité se traduit par une oxydation rapide en surface des particules de poudre broyée. Cette oxydation peut aussi être liée aux hautes températures associées au SPS. Après synthèse, l'échantillon dense contient très peu de porosités mais présente une densité relative assez faible (~95%) due à la présence d'environ 8-10% d'oxydes. Ces valeurs ont été quantifiées par DRX et analyse de Rietveld [33] et confirmées par EBSD sur une partie de nos échantillons bimodaux. Ces particules de seconde phase ont été identifiées comme étant des oxydes riches en Mn et Si avec une structure cristallographique proche de celle du  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [33].

Les figures 2.6 et 2.7b soulignent les remarques et observations du paragraphe précédent en présentant, pour un échantillon bimodal (75% UFG / 25% CG de la série II (0,3/15  $\mu\text{m}$ )), un spectre DRX ainsi qu'une image MET. Les spectres de deux échantillons unimodaux sont également représentés ainsi qu'une observation MET à titre de comparaison avec l'échantillon bimodal (fig. 2.7a). Les spectres DRX sur les échantillons obtenus avec de la poudre broyée présentent tous les deux des pics relatifs à des oxydes  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Ces oxydes sont visibles sur les images MEBT (Microscopie Électronique à Balayage par Transmission) et se situent majoritairement aux joints de grains de la population UFG (issue de la poudre broyée) (fig. 2.7a). Peu d'oxydes sont visibles au sein du cluster de CG de la figure 2.7b, en revanche, ils se concentrent aux interfaces entre UFG et CG et aux joints de grains de la matrice UFG.

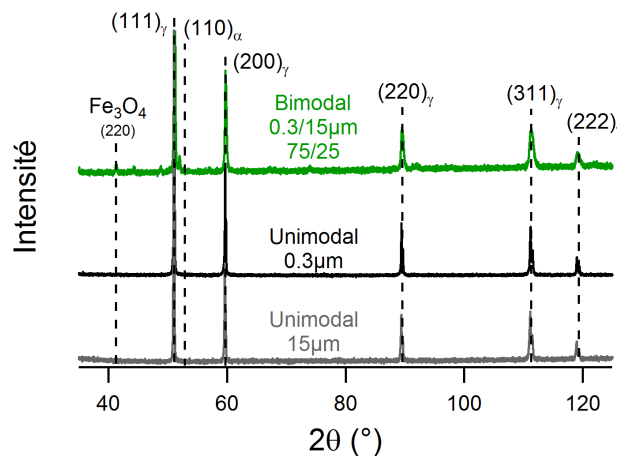


FIGURE 2.6 – Spectres DRX de deux échantillons unimodaux (15  $\mu\text{m}$  et 0,3  $\mu\text{m}$ ) et d'un échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15  $\mu\text{m}$ ).

La caractérisation fine des microstructures obtenues par broyage puis SPS s'est avérée ici nécessaire afin de quantifier et localiser les oxydes en présence dans nos échantillons. Ceux-ci sont majoritairement concentrés aux interfaces (joints de grains) et devraient donc avoir un rôle modéré dans la contribution aux mécanismes de plasticité intragranulaires et

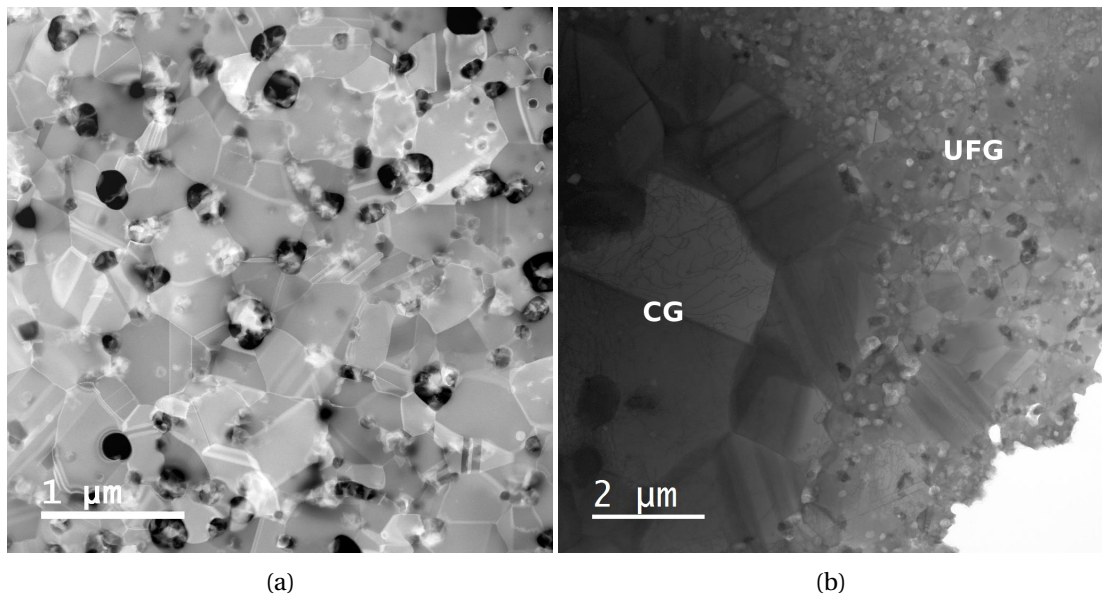


FIGURE 2.7 – Observations MEBT d'échantillons d'acier inoxydable 316L obtenus par SPS : (a) échantillon unimodal avec une taille moyenne de  $0,3 \mu\text{m}$  et (b) échantillon bimodal (75% UFG / 25% CG). Images MEBT réalisées par X. Sauvage. ((a) High-angle annular dark-field image et (b) Bright-field image.)

à l'écrouissage. Du fait de leur localisation aux joints de grains et à l'interface UFG/CG, les oxydes devraient engendrer un endommagement précoce du matériau et initier la rupture à partir du moment où les concentrations de contrainte aux interfaces seront supérieures à un certain seuil. Ces aspects seront développés au sein de la section 3.2 relative au comportement mécanique de ces échantillons.

## 2.2 Laminage à froid et traitements thermiques

### 2.2.1 Élaboration

La figure 2.8 décrit les différentes étapes de l'élaboration d'un acier inoxydable 304L à distribution bimodale de taille de grains par laminage à froid et traitements thermiques. Les paragraphes suivants portent sur les paramètres et conditions de laminage et sur les traitements thermiques utilisés pour obtenir les échantillons de ce travail. Les procédés mis en œuvre ici sont basés sur les nombreuses études réalisées dans la bibliographie, notamment afin d'obtenir des matériaux à grains ultrafins (voir sous-section 1.3.2 du chapitre bibliographie).

#### Laminage à froid

La première étape de ce procédé repose sur une transformation de phase partielle du matériau par déformation plastique. L'acier inoxydable 304L, initialement austénitique, est sujet

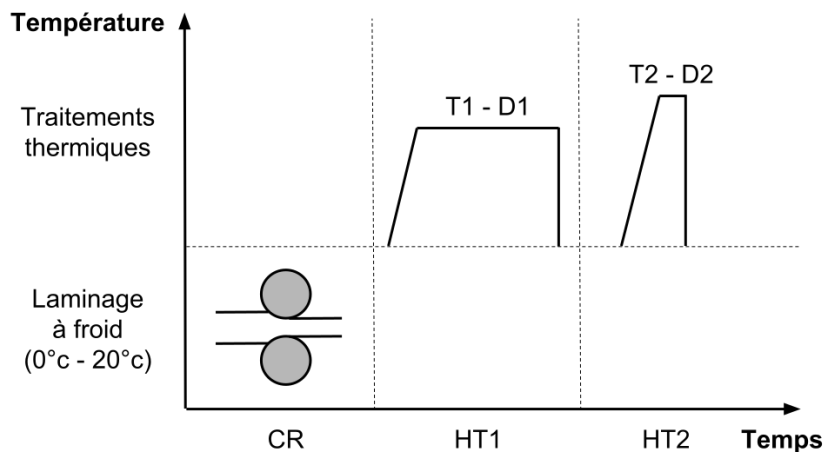


FIGURE 2.8 – Description schématique de l’approche top-down par laminage à froid (Cold-Rolling - CR) et traitements thermiques (Heat Treatments - HT).

à la formation de martensite induite par déformation plastique (Strain Induced Martensite - SIM) lorsqu’il est déformé. La déformation plastique (intense) est dans notre cas introduite à l’aide de plusieurs passes successives de laminage à froid afin d’obtenir la fraction volumique voulue de martensite au sein de nos échantillons. L’acier inoxydable 304L a ici été préféré au 316L à cause d’une stabilité plus faible de l’austénite à la transformation de phase martensitique par déformation plastique.

La figure 2.9 présente l’évolution du pourcentage de martensite ainsi que de la dureté en fonction de la réduction d’épaisseur de l’échantillon. La fraction de martensite (ferrite- $\alpha'$ ) est obtenue par des mesures au ferritescope (Fischer Feritscope). En faisant varier la température ainsi que le nombre de passes de laminage, on peut ainsi élaborer différents échantillons avec différentes fractions de martensite.

L’augmentation de la dureté au cours des passes successives est liée à la fois à l’écrouissage des grains d’austénite et à la formation de martensite. On observe donc un effet moyen de ces deux phénomènes sur l’évolution de la dureté au cours de la déformation. L’influence de la température de laminage sur la dureté est limitée et tend à saturer à une valeur similaire autour de 480 HV.

Afin de préciser ces mesures de dureté, l’évolution du pourcentage de ferrite  $\alpha$  (associée ici à la martensite) est obtenue par des mesures au ferritescope. La température de laminage a un effet bien plus marqué sur la formation de martensite induite par déformation plastique que sur la dureté. Pour un niveau similaire de réduction de section autour de 80% on obtient ainsi environ 48% de martensite pour un laminage à température ambiante (293 K) et 73% pour un laminage à 0°C (273 K). Ces derniers sont réalisés en plaçant l’échantillon au congélateur pendant une durée de 15 minutes (durée moyenne d’homogénéisation de la température au

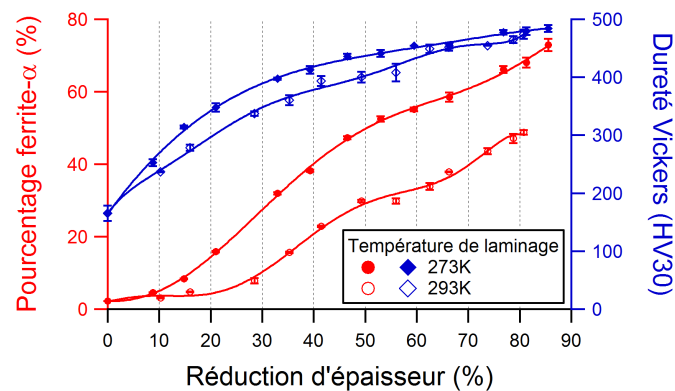


FIGURE 2.9 – Évolution de la dureté (Vickers - HV) et du pourcentage de ferrite  $\alpha$  (ici associée à la martensite) au cours des passes successives de laminage à froid pour deux températures (273 K et 293 K, courbes supérieures et inférieures, respectivement).

sein du matériau) entre chaque passe de laminage.

En abaissant la température du matériau avant laminage, on abaisse également l'énergie de faute d'empilement de celui-ci. Cette diminution de l'énergie de faute d'empilement accroît la force motrice de la transformation de phase  $A \rightarrow M$  [138, 139] et accentue ainsi la formation de martensite.

En complément, les spectres obtenus par DRX de la figure 2.10 permettent un suivi de la formation de la martensite pour différents niveaux de déformation. On observe ainsi une diminution progressive en intensité des pics d'austénite  $\gamma$  au profit des pics de martensite  $\alpha'$  plus le pourcentage total de martensite est élevé.

### Traitements thermiques

À la fin de l'étape de laminage à froid, notre microstructure est constituée d'une phase austénitique écrouie et d'une phase martensitique induite par déformation plastique. Les traitements thermiques doivent permettre d'effectuer la transformation de phase inverse  $M \rightarrow A$  et également de recristalliser les zones d'austénite écrouie. À l'issue de cette étape, la microstructure visée est une microstructure bimodale avec des grains ultrafins issus de la transformation inverse  $M \rightarrow A$  et des grains de taille conventionnelle issus de la recristallisation de l'austénite écrouie.

L'approche adoptée ici consiste à essayer de séparer les deux cinétiques : réaliser d'abord la transformation de phase inverse puis initier la recristallisation de l'austénite résiduelle. Si l'on se rapporte à la littérature, la température de transformation inverse est plus basse que celle de la recristallisation de l'austénite [140]. Sur cette base, un plan d'expérience a été dressé : celui-ci est résumé par le tableau 2.4. D'autres essais de températures et/ou durées

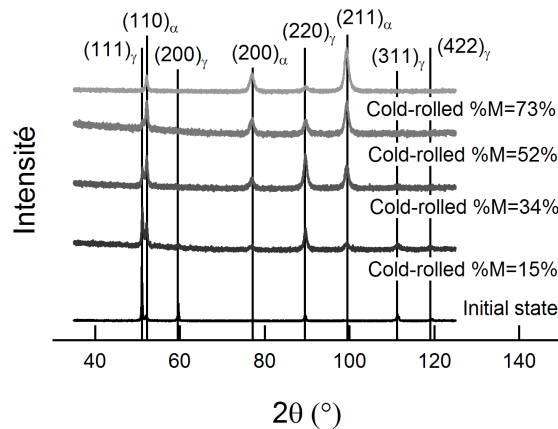


FIGURE 2.10 – Spectres DRX pour différents échantillons d’acier inoxydable 304L obtenus par laminage à froid.

ont été réalisés mais ne sont présentés que les traitements thermiques ayant donné des résultats pertinents.

En résumé, un premier traitement relativement long (3h) et à température modérée (700°C) permet de réaliser la transformation de phase inverse  $M \rightarrow A$  tout en limitant la recristallisation de l’austénite résiduelle écrouie. Les grains formés à l’issue de ce premier traitement sont de taille submicrométrique (ultrafins). Un second traitement court (5 ou 20 min) à une température plus élevée (850°C) permet la recristallisation de l’austénite afin de former des grains de taille conventionnelle. La courte durée de ce second traitement doit également limiter la croissance des grains d’austénite issus du traitement de réversion. Les microstructures associées aux différentes conditions présentées dans le tableau 2.4 sont illustrées dans la sous-section suivante.

### 2.2.2 Caractérisation microstructurale

La figure 2.11 présente de manière schématique les évolutions microstructurales d’un échantillon d’acier 304L au cours du procédé de laminage et traitements thermiques.

#### Avant laminage

Avant laminage à froid, la plaque d’acier inoxydable 304L de 4 mm d’épaisseur subit un traitement d’homogénéisation à 1000°C pendant 3h. La figure 2.12 présente la cartographie d’orientations EBSD obtenue ainsi que les figures de pôles associées pour l’échantillon homogénéisé.

On n’observe pas de texture cristallographique particulière ( $MPD < 1,6$ ) et l’échantillon présente une taille de grains moyenne d’environ 50  $\mu m$ .



TABLEAU 2.4 – Conditions des traitements thermiques utilisées pour la transformation de phase inverse (traitement thermique de réversion)  $M \rightarrow A$  puis pour la recristallisation de l'austénite résiduelle écrouie.

**Traitement thermique de réversion ( $M \rightarrow A$ )**

		Températures		
		873 K 600°C	973 K 700°C	1073 K 800°C
Durées	10800 s = 3h	NOK	OK	R
	5400 s = 1h30	/	P	/
	21600 s = 6h	/	R	/

NOK : Non ok - la réversion n'a pas eu lieu; OK : la réversion a eu lieu en limitant la recristallisation de l'austénite écrouie; R : recristallisation de l'austénite écrouie; P : réversion partielle de  $M \rightarrow A$ .

**Traitement thermique de recristallisation**

		Températures			
		1073 K 800°C	1123 K 850°C	1223 K 950°C	1323 K 1050°C
Durées	300 s = 5 min	P	B	B	U
	1200 s = 20 min	B	B	/	/

P : recristallisation partielle de l'austénite écrouie; B : microstructure bimodale; U : microstructure unimodale.

### Après laminage

La microstructure après plusieurs passes de laminage est fortement perturbée (fig. 2.13) : les grains d'austénite sont fortement écrouis et des lattes et/ou cellules (lattes entrecroisées) de martensite se forment, induites par la déformation plastique.

### Après HT1 : traitement thermique de réversion

Les images MEB/QBSD (Quaternary BackScattered Diffraction - électrons rétrodiffusés avec contraste d'orientation/phase) de la figure 2.14 illustrent les traitements thermiques de réversion proposés dans la première partie du plan d'expérience du tableau 2.4.

Pour des températures ou des durées trop faibles, la transformation de phase inverse n'est pas initiée (fig. 2.14a) ou non complète (fig. 2.14d). Pour des températures trop élevées la totalité du matériau recristallise (fig. 2.14c) ce qui conduit à une croissance généralisée des grains, qu'ils soient issus de la transformation inverse ou de la recristallisation de l'austénite. De la même manière, pour des durées trop longues la phase austénitique écrouie tend

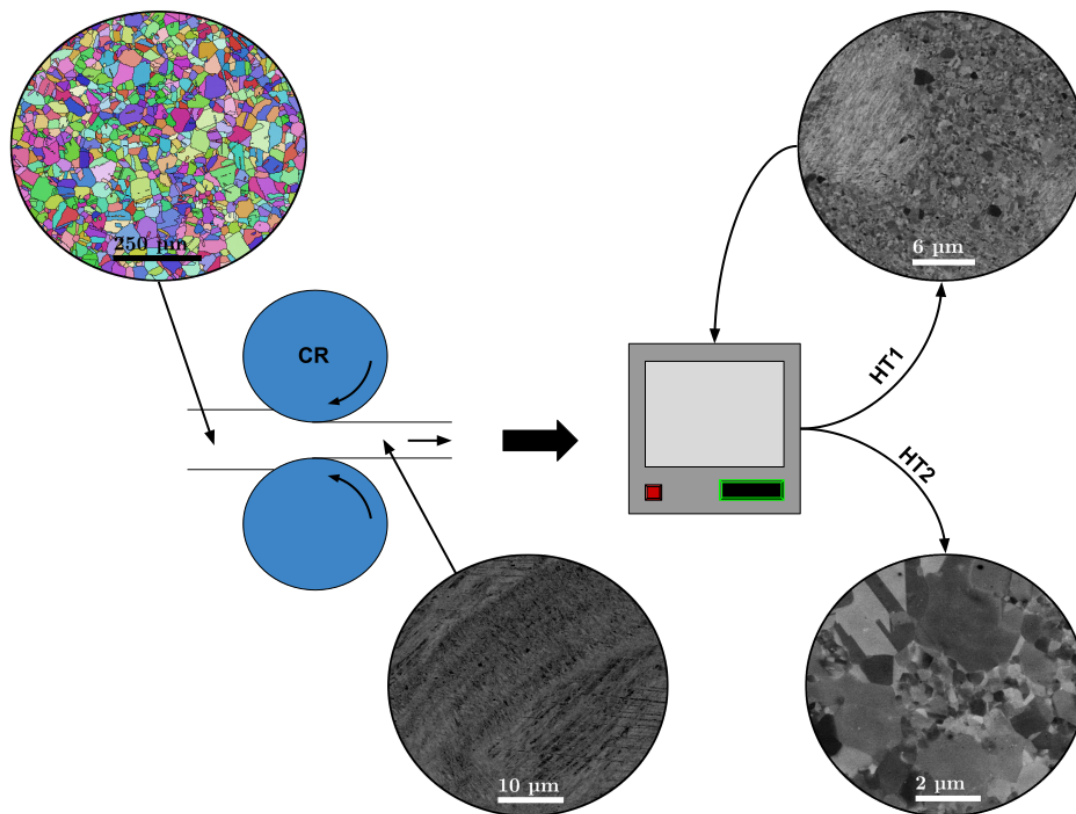


FIGURE 2.11 – Description schématique des évolutions microstructurales au cours du laminage à froid (Cold-Rolling - CR) et des traitements thermiques (Heat Treatments - HT).

à recristalliser localement (fig. 2.14e). On initie ainsi le processus de recristallisation de l'austénite mais on perd le contrôle sur la durée associée à cette cinétique.

Pour une température et une durée intermédiaires (700°C - 3h; fig. 2.14b) on assure un bon contrôle de notre première cinétique. La transformation inverse  $M \rightarrow A$  semble effective sur l'ensemble du matériau tandis que la recristallisation de l'austénite reste très limitée.

### Après HT2 : traitement thermique de recristallisation

Sur la base du premier traitement thermique de réversion HT1, un second traitement (HT2) est réalisé afin de permettre une recristallisation complète du matériau notamment des zones fortement écrouies n'ayant pas subi de transformation de phase au cours du laminage. De manière similaire au traitement HT1, on cherche ici à optimiser la température et la durée du traitement afin, cette fois, d'obtenir des microstructures bimodales avec une matrice à grains ultrafins. Les images MEB/QBSD après différents traitements HT2 sont présentées à la

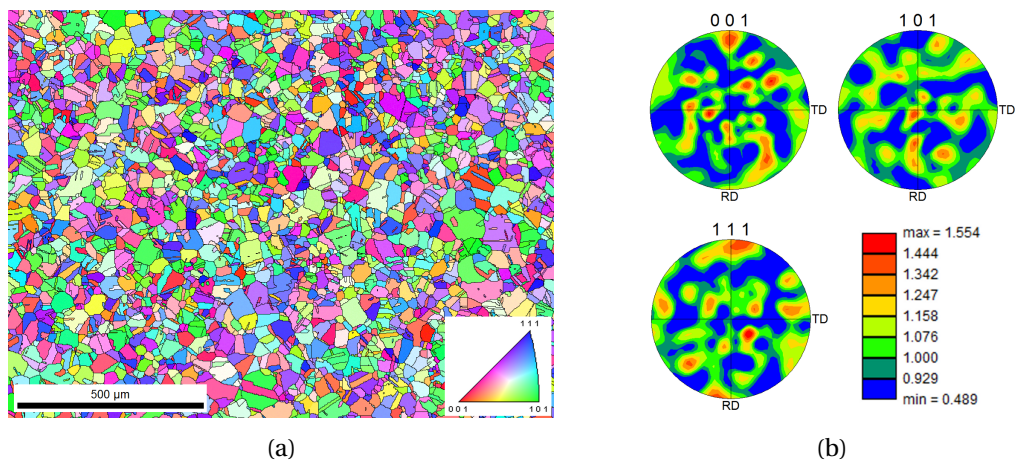


FIGURE 2.12 – Analyses EBSD de l'échantillon de 304L après traitement d'homogénéisation (1000°C - 3h) : (a) cartographie d'orientations et (b) figures de pôles.

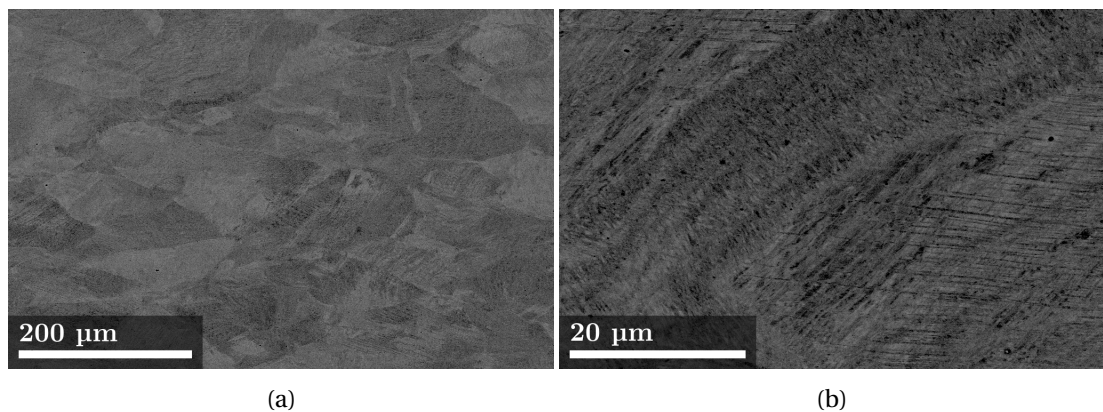


FIGURE 2.13 – Échantillon de 304L après laminage à froid (0°C) déformé jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite). Images MEB/QBSD : (a) vue globale et (b) zoom.

figure 2.15.

Les meilleurs résultats sont obtenus pour un traitement thermique à 850°C pendant 5 minutes (fig. 2.15b) et pour un traitement HT2 à 800°C pendant 20 minutes (fig. 2.15e). Dans ces conditions, on obtient des échantillons bimodaux avec respectivement des tailles de grains UFG/CG de 0,7/6,6 µm et 0,8/6 µm.

Dans les autres cas, si la température et la durée sont trop faibles alors la recristallisation de l'austénite n'est pas complète (fig. 2.15a). En revanche, si la température est trop élevée, une croissance généralisée des grains a lieu. Cela conduit à la perte de la bimodalité pour le traitement à 1050°C pendant 5 minutes (fig. 2.15d) et à la croissance de la taille de grains de

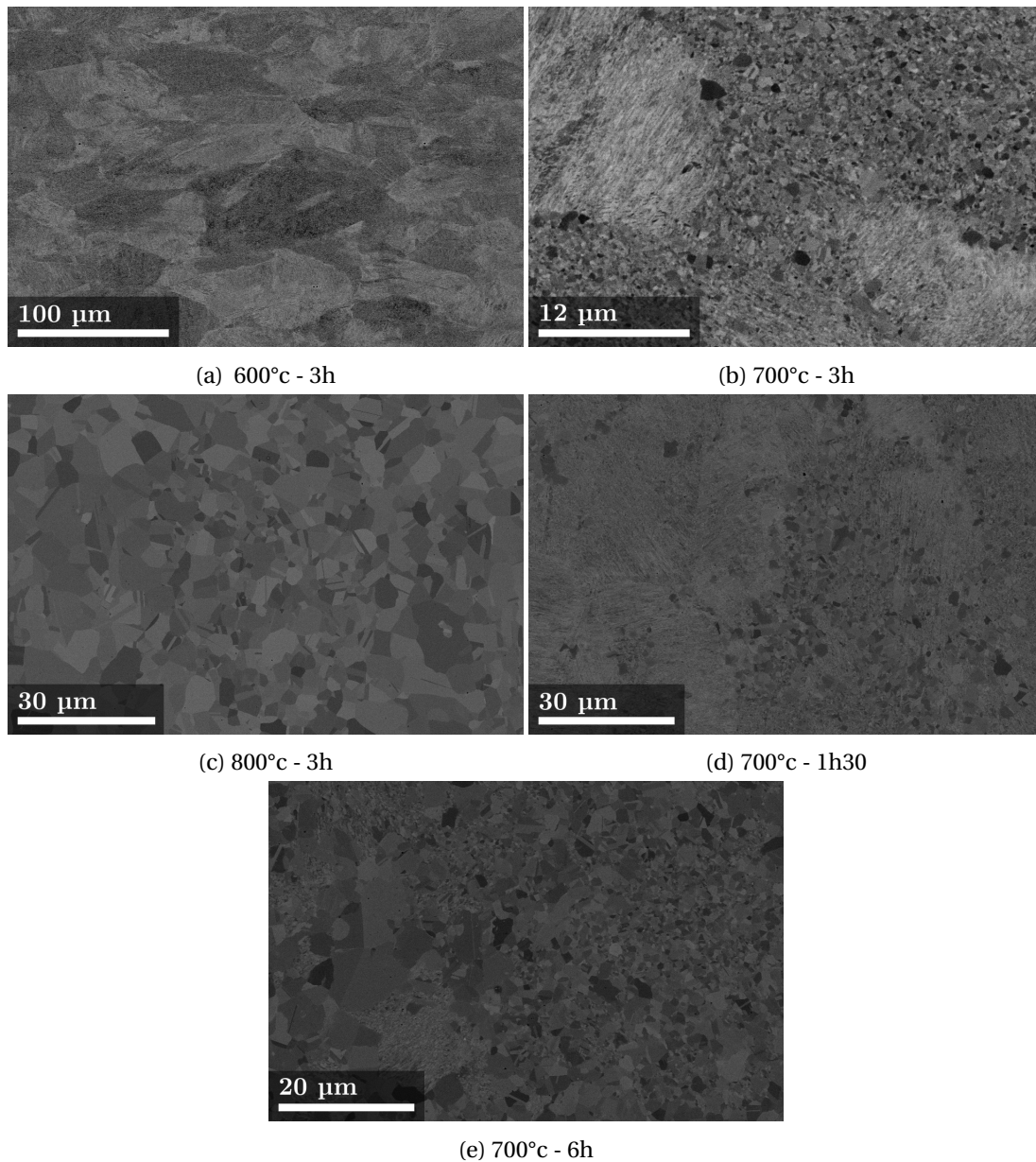


FIGURE 2.14 – Échantillons de 304L après laminage à froid (0°C) déformés jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite) puis premier traitement thermique de réversion (HT1). Images MEB/QBSD.

la matrice dans le cas 950°C pendant 5 minutes (fig. 2.15c). Les tailles de grains relatives à ces deux derniers cas sont renseignées dans le tableau 2.5.

À la fin du processus thermomécanique, on s'assure également de la présence ou non de

martensite résiduelle (cf. tab. 2.5). Dans les cas étudiés ici celle-ci reste faible (< 1,4%) et est supposée avoir un effet réduit sur le comportement mécanique des échantillons.

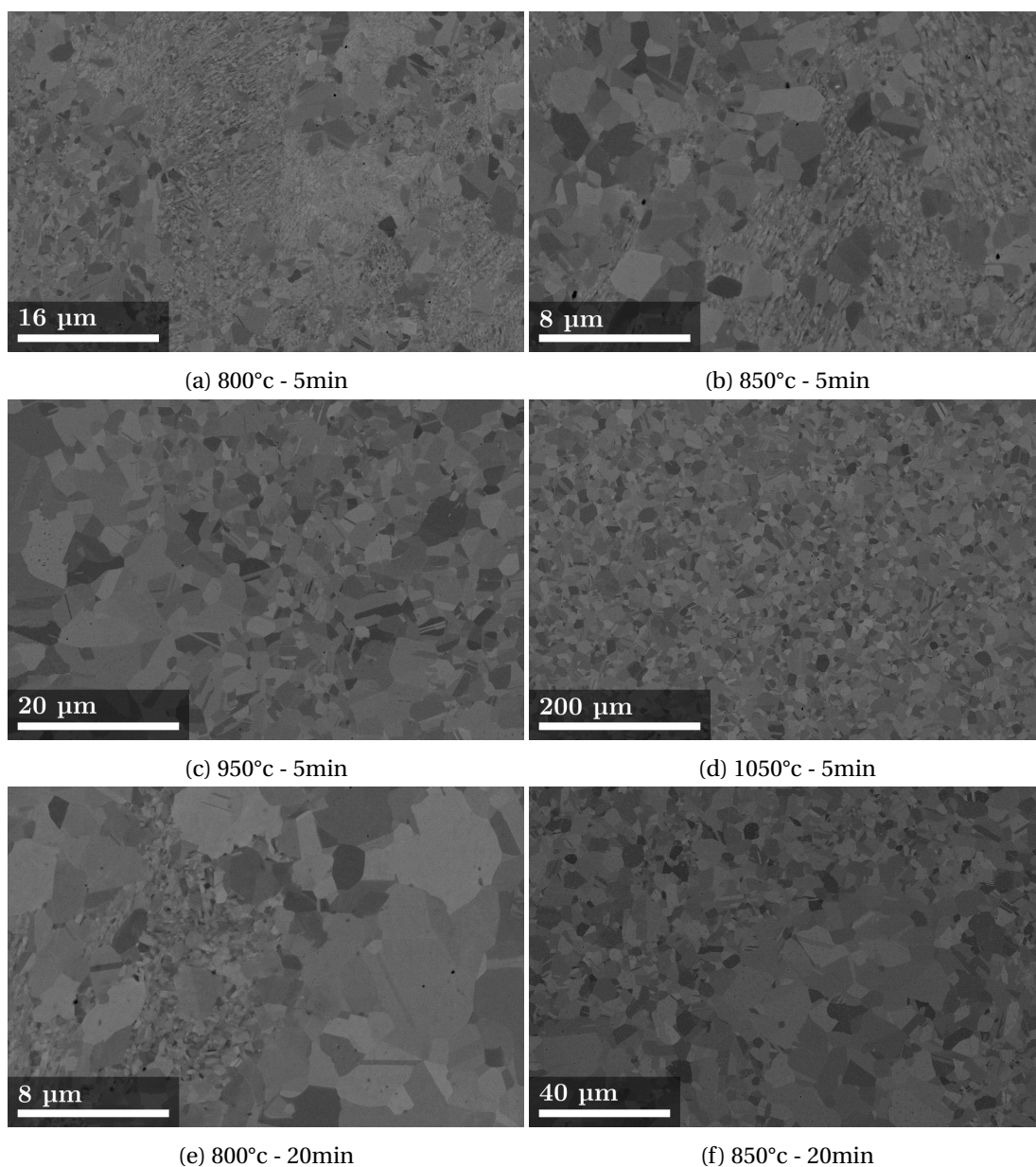


FIGURE 2.15 – Échantillons de 304L après laminage à froid (0°C) déformés jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite) puis premier traitement thermique de réversion (HT1) et second traitement de recristallisation (HT2). Images MEB/QBSD.

TABLEAU 2.5 – Tailles de grains des populations (U)FG et CG après CR + HT1 + différents HT2. Le pourcentage de ferrite- $\alpha$  à la fin du processus thermomécanique est également renseigné.

		Températures			
		1073 K 800°C	1123 K 850°C	1223 K 950°C	1323 K 1050°C
		Durée : 300 s = 5 min			
Tailles de grains ( $\mu m$ )	(U)FG	0,5	0,7	2,0	/
	CG	5,0	6,6	10,7	16,7
	% ferrite- $\alpha$	1,4	0,8	0,7	0,8
		Durée : 1200 s = 20 min			
Tailles de grains ( $\mu m$ )	(U)FG	0,8	2,3	/	/
	CG	6,0	4,9	/	/
	% ferrite- $\alpha$	0,9	1,1		

## 2.3 Synthèse

Les procédés d'élaboration utilisés dans ces travaux ont été présentés de manière détaillée puis les matériaux obtenus ont été caractérisés. Deux voies d'élaboration sont proposées : la première basée sur la métallurgie des poudres et le frittage flash et la seconde sur des traitements thermomécaniques.

La métallurgie des poudres assure un très bon contrôle à la fois des tailles de grains en présence et des fractions de chaque population. Ces échantillons d'acier inoxydable austénitique 316L pourront ainsi constituer une base de données pour des études futures. Ces échantillons, issus de poudres broyées, présentent néanmoins une quantité d'oxydes non négligeable ce qui devrait limiter leur allongement ultime. La seconde voie d'élaboration, basée sur les traitements thermomécaniques, présente une extension de la recherche vers le monde industriel. Ici, un autre acier inoxydable austénitique de la série 300 a été préféré au 316L : la transformation de phase austénite  $\rightarrow$  martensite par déformation plastique est plus aisée dans le cas de l'acier 304L. Le caractère bimodal des échantillons obtenus dans ce cas est moins bien maîtrisé mais cette première étude atteste de la faisabilité de cette voie d'élaboration. En revanche, à l'inverse des échantillons issus de la métallurgie des poudres, ceux-ci présentent peu d'oxydes.

Les résultats et analyses présentés dans ce chapitre seront utilisés afin d'expliquer les mécanismes de déformation observés lors des essais mécaniques qui seront détaillés au chapitre suivant.



# 3

## Comportement mécanique des aciers inoxydables 316L et 304L bimodaux

Après la caractérisation microstructurale de nos échantillons, on va s'intéresser à leur comportement mécanique dans ce chapitre. Après un passage en revue des conditions d'essai et méthodes d'analyses utilisées, on s'attardera au comportement d'échantillons uni- et bimodaux d'aciers inoxydables 316L (obtenus par SPS) et 304L (obtenus par traitements thermomécaniques). A travers des essais de traction simple et de charges-décharges, on caractérisera mécaniquement nos échantillons et on étudiera les mécanismes de déformation sous-jacents.

### 3.1 Conditions d'essai et méthodes d'analyse

#### 3.1.1 Conditions d'essai

La majeure partie des essais mécaniques de ce travail ont été réalisés sur une machine hydraulique MTS Landmark de capacité 25 kN. Ils ont tous été pilotés en déformation imposée à une vitesse de  $\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} s^{-1}$  à température ambiante (293 K) avec un extensomètre de longueur utile 8 mm. Une partie des essais a également été réalisée sur une machine électromécanique MTS Criterion Model 45 d'une capacité de 100 kN. Le pilotage a cette fois été effectué en déplacement avec une vitesse similaire à celle des essais sur machine hydraulique. La plupart des essais ont, *a minima*, été triplés afin de tenir compte de la dispersion expérimentale.

Deux types de géométries d'éprouvette ont été utilisées : des éprouvettes de petites dimensions ont été usinées dans les pastilles de diamètre 50 mm obtenues par SPS tandis que des éprouvettes de dimensions plus conventionnelles ont pu être réalisées pour les échantillons laminés. Les schémas des deux géométries sont donnés à la figure 3.1.

L'usinage des éprouvettes a été effectué par électro-érosion afin d'éviter toute modification microstructurale qui aurait pu être induite par un usinage plus classique. Un polissage manuel avec du papier SiC jusqu'à un grain de 5  $\mu m$  a ensuite été réalisé pour retirer la rugosité de surface résultant de l'usinage.



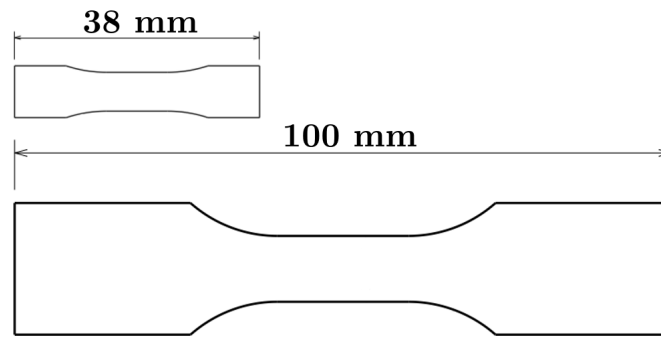


FIGURE 3.1 – Schémas des géométries d'éprouvettes utilisées : éprouvettes de petites dimensions pour les échantillons obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash et éprouvettes utilisées pour les échantillons laminés.

### 3.1.2 Méthodes d'analyses

#### Essais de traction monotone

Les graphiques de la figure 3.2 décrivent les propriétés mécaniques pouvant être issues d'un essai de traction monotone. En dehors des grandeurs classiques telles que la limite d'élasticité du matériau ( $\sigma_{0,2\%}$ ), la contrainte ultime ( $\sigma_{UTS}$ ) ou encore l'allongement uni-forme (UE) ou à rupture ( $A\%$ ), on peut aussi accéder au taux d'écoulement du matériau.

Le taux d'écoulement présenté à la figure 3.2c est obtenu en dérivant la contrainte vraie par rapport à la déformation :  $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ .

#### Partition des contraintes

Pour observer l'influence des contraintes internes sur le comportement mécanique, une méthode de partition des contraintes est utilisée. Cette méthode a été proposée dans la littérature par Dickson *et al.* [141] et est basée sur des essais de charges-décharges.

Comme décrit par l'équation 3.1, la contrainte d'écoulement peut être décomposée en deux composantes.  $\Sigma_{\text{eff}}$  représente le rayon de la surface de charge et est liée aux interactions à courte distance entre les dislocations et la microstructure tandis que  $X$  représente la position du centre de la surface de charge. A l'inverse de  $\Sigma_{\text{eff}}$ ,  $X$  est liée aux interactions à longue distance (structures de dislocations hétérogènes et joints de grains) et aux incompatibilités de déformation [12, 141, 142].

$$\Sigma = \Sigma_{\text{eff}} + X \quad (3.1)$$

La figure 3.3 présente une boucle d'hystérésis extraite d'une courbe contrainte-déformation d'un essai de charges-décharges. Le processus de partition des contraintes est détaillé par les annotations de la figure 3.3 et les équations 3.2 et 3.3.  $\Sigma$  est la contrainte maximale à la

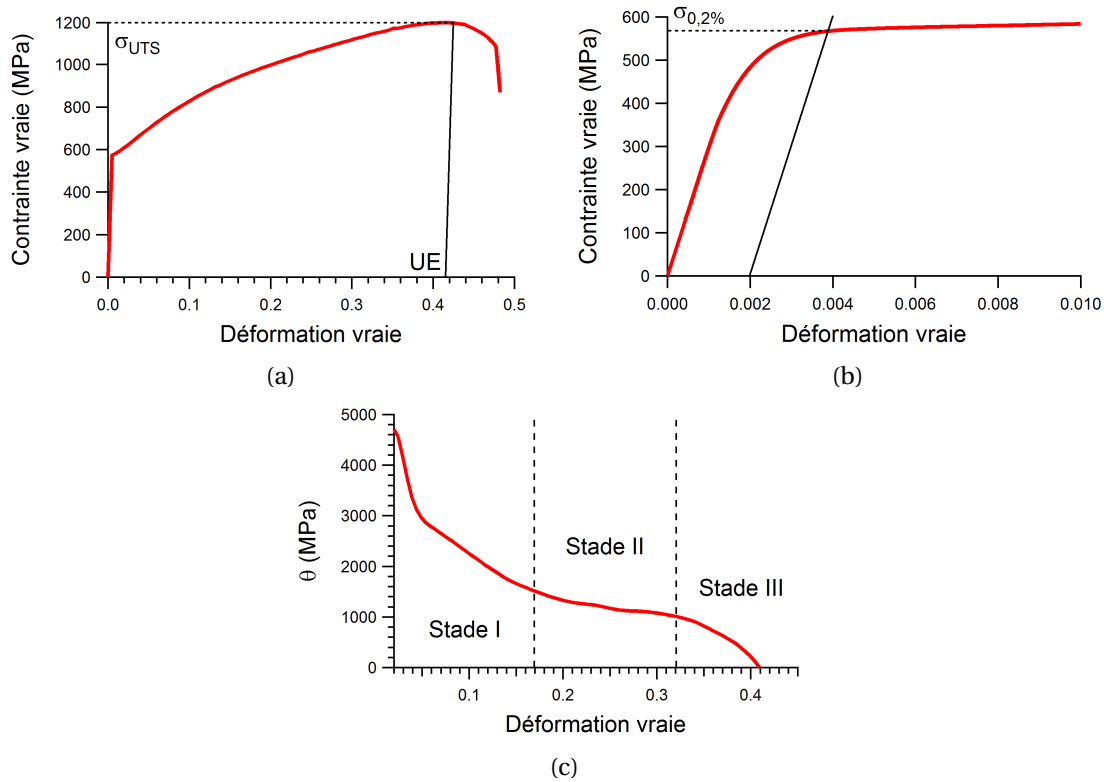


FIGURE 3.2 – Analyses des propriétés en traction : (a) courbe de traction complète, (b) zoom sur le début de la courbe afin d'obtenir la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2\%}$  et (c) taux d'écrouissage ( $\theta$ ) par rapport à la déformation vraie.  $\sigma_{UTS}$  correspond à la contrainte ultime (Ultimate Tensile Strength) et UE à l'allongement uniforme (Uniform Elongation).

charge.  $\Sigma^*$  représente la partie thermique de la contrainte d'écoulement et est obtenue ici par relaxation.  $\Sigma_r$  est la contrainte associée à la perte de linéarité à la décharge et  $\Sigma_{\text{eff}}$  et  $X$  sont, respectivement, la contrainte effective et la contrainte interne.

$$\Sigma_{\text{eff}} = \frac{\Sigma - \Sigma_r}{2} + \frac{\Sigma^*}{2} \quad (3.2)$$

$$X = \Sigma - \Sigma_{\text{eff}} \quad (3.3)$$

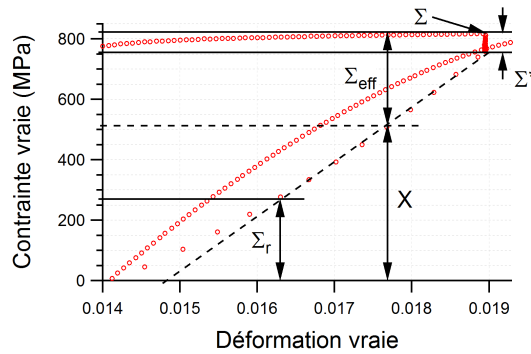


FIGURE 3.3 – Boucle d’hystérésis extraite d’un essai de charges-décharges.

### 3.2 Propriétés mécaniques du 316L à grains ultrafins obtenu par métallurgie de poudres et frittage flash

Les sous-sections suivantes portent sur le comportement mécanique des échantillons d’acier inoxydable 316L obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash. Le tableau 3.1 reprend le tableau 2.3 en précisant les différents types d’essais réalisés en fonction des échantillons.

Tous les essais sur les éprouvettes issues de la métallurgie des poudres ont été réalisés en déformation imposée sur la machine hydraulique MTS Landmark (25 kN de capacité).

#### 3.2.1 Distributions unimodales

##### Traction simple

Les courbes de traction des échantillons unimodaux de la série I sont tracées en figure 3.4a. La réduction de taille de grains de  $15 \mu m$  à  $0,3 \mu m$  conduit à une augmentation de la limite d’élasticité tandis que la déformation plastique à rupture du matériau est considérablement réduite. On passe d’un allongement à rupture de 45% pour l’échantillon à taille de grains conventionnelle ( $15 \mu m$ ) contre seulement 0,15% pour l’échantillon à grains ultrafins ( $0,3 \mu m$ ). Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus pour d’autres matériaux [13].

Pour ces échantillons, la relation de Hall-Petch est tracée pour la limite d’élasticité en figure 3.4b. Des résultats issus d’essais sur des échantillons commerciaux avec des tailles de grains conventionnelles sont également présentés. Trois régimes différents peuvent être observés : un premier jusqu’à des tailles de grains d’ $1,3 \mu m$ , un second pour des tailles comprises entre  $1,3 \mu m$  et  $950 \text{ nm}$  et un plateau pour les tailles de grains les plus petites.

Le premier régime est caractérisé par une pente d’environ  $300 \text{ MPa} \cdot \mu m^{-1/2}$ . Ce résultat est proche de ceux de la littérature pour des tailles de grains conventionnelles et sans texture cristallographique [143]. Pour le second, on constate une augmentation de cette pente ( $1200 \text{ MPa} \cdot \mu m^{-1/2}$ ) tandis que pour le dernier régime, aucune dépendance à la taille de

### 3.2 Propriétés mécaniques du 316L UFG obtenu par métallurgie de poudres et frittage flash

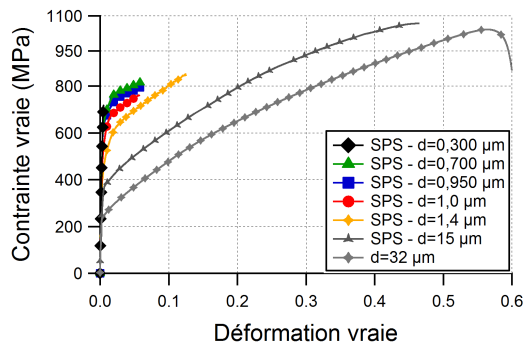
TABLEAU 3.1 – Récapitulatif des échantillons uni- et bimodaux obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash utilisés pour les essais mécaniques.

Série	Uni- ou Bimodal	Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )			Ratio de taille CG/(U)FG	Fraction vol.(%)		Type d'essais réalisés
		UFG	FG	CG		(U)FG	CG	
I	U	0,3	/	/	/	100	0	UT+LRU
		0,7	/	/	/	100	0	UT+LRU
		0,95	/	/	/	100	0	UT+LRU
		/	1,0	/	/	100	0	UT+LRU
		/	1,4	/	/	100	0	UT+LRU
		/	3	/	/	100	0	UT+LRU
		/	/	/	15	/	0	100
II	B	/	3	15	5	25	75	UT
		/	3	15	5	50	50	UT
		/	3	15	5	75	25	UT
III	B	0,3	3	/	10	25	75	UT+LRU
		0,3	3	/	10	50	50	UT+LRU
		0,3	3	/	10	75	25	UT+LRU
IV	B	0,3	/	15	50	25	75	UT+LRU
		0,3	/	15	50	50	50	UT+LRU
		0,3	/	15	50	75	25	UT+LRU

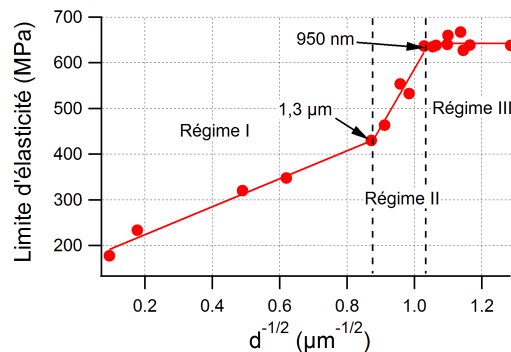
U : Unimodal - B : Bimodal

UFG : UltraFine Grain - FG : Fine Grain - CG : Coarse Grain

UT : Uniaxial Tension - LRU - Loading Relaxation Unloading.



(a)



(b)

FIGURE 3.4 – Analyses des propriétés en traction des échantillons unimodaux UFG obtenus par SPS (série I) : (a) courbes de traction et (b) relation de Hall-Petch relative à la limite d'élasticité.

grains n'est observée.

### Étude de l'écrouissage

L'évolution du taux d'écrouissage en fonction de la déformation est tracée à la figure 3.5a pour les échantillons unimodaux de la série I.

En comparaison avec les trois stades d'écrouissages habituellement observés pour les matériaux CFC [144, 145], les échantillons UFG obtenus par SPS présentent un nouveau stade d'écrouissage (noté stade I'). Ce nouveau stade apparaît au début de la plasticité et présente un taux d'écrouissage quasiment constant. Le taux d'écrouissage associé est proche de 10000 MPa ce qui est bien plus élevé que la valeur maximale  $\mu/20$  ( $\approx 3500$  MPa avec  $\mu$  le module de cisaillement) attendue pour un stade II d'écrouissage relatif au stockage des dislocations [139]. Le troisième stade d'écrouissage n'est pas présent ici, la rupture intervenant au cours du stade II.

Avec des tailles de grains conventionnelles et indépendamment de la voie d'élaboration, on note la présence des trois stades habituels d'écrouissage (cf. fig. 3.5b). En accord avec d'autres études [12, 145], le raffinement de la taille de grains implique une baisse du taux d'écrouissage en stade II.

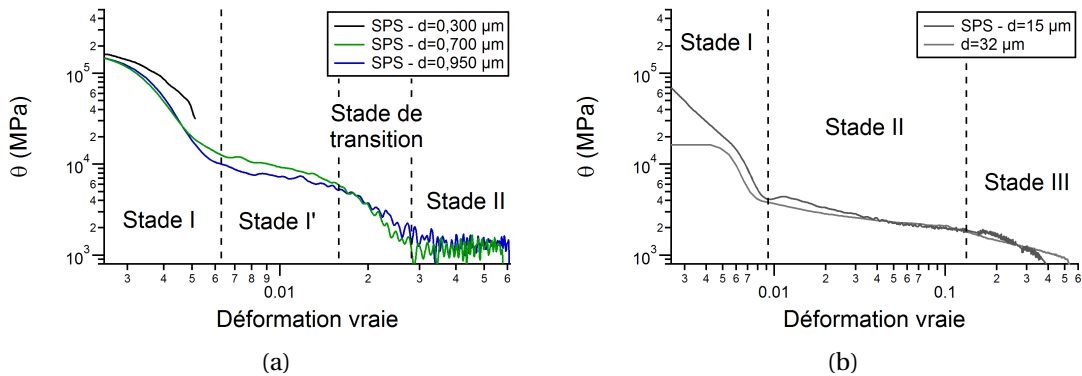


FIGURE 3.5 – Taux d'écrouissage  $\theta$  en fonction de la déformation vraie : (a) (U)FG unimodaux de la série I et (b) unimodaux avec des tailles de grains conventionnelles.

### Fractographie

Les faciès de rupture des éprouvettes de traction de la série I ont été observées par MEB. La figure 3.6 présente les fractographies des échantillons avec les tailles de grains les plus faibles (fig. 3.6a) et les plus élevées (fig. 3.6b). L'échantillon UFG unimodal (fig. 3.6a) présente principalement des motifs de rupture intergranulaire. Au regard de la taille caractéristique des motifs de rupture proche de la taille de grains de l'échantillon, la rupture semble être initiée aux joints de grains. Concernant l'échantillon à taille de grains conventionnelle (fig. 3.6b), le

faciès de rupture est caractérisé par la présence de cupules. La rupture est ici ductile car la taille des cupules reste inférieure à la taille de grains moyenne de l'échantillon.

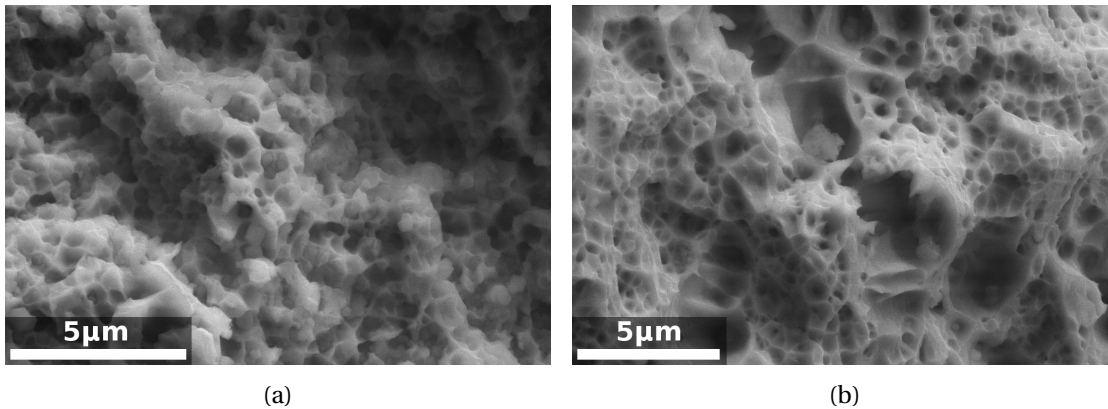


FIGURE 3.6 – Images MEB des surfaces de rupture de deux échantillons unimodaux de la série I : (a) UFG ( $0,3 \mu m$ ) and (b) CG ( $15 \mu m$ ).

### 3.2.2 Distributions bimodales

#### Traction simple

La figure 3.7 fournit les courbes de traction des échantillons bimodaux issus des séries II, III et IV. Pour chacune des séries, trois fractions volumiques de CG (25, 50 and 75%) et les courbes unimodales (100% CG/FG/UFG) sont présentés.

La figure 3.7a concerne les échantillons avec la taille de grains moyenne la plus élevée et qui possèdent le ratio de taille de grains entre les deux populations le plus faible. Pour un contraste de taille de grains relativement faible (5), on n'observe pas d'effet significatif de la bimodalité sur le comportement mécanique. Indépendamment de la proportion de chaque population, la limite d'élasticité, le taux d'écroutissage ou encore la déformation à rupture restent similaires. L'effet de la distribution bimodale de taille de grains est, dans ce cas, négligeable.

La figure 3.7b est relative, quant à elle, aux échantillons de la série III. Avec un ratio de taille de grains autour de 10 et une population de petits grains dans le domaine UFG, on observe un effet évident des proportions des populations sur la limite d'élasticité et sur l'allongement à rupture. Ainsi plus la fraction de grains ultrafins augmente plus la limite d'élasticité est haute mais plus la ductilité diminue.

De la même manière, dans le cas des échantillons de la série IV présentés à la figure 3.7c, plus la fraction d'UFG est élevée plus la limite d'élasticité de l'échantillon est grande. Dans le cas 75% UFG / 25% CG, la limite d'élasticité est la plus élevée de tous les échantillons confondus.

En revanche, en dessous de cette proportion, l'effet des UFG sur le comportement est limité : les échantillons avec 25 et 50% d'UFG ont ainsi une limite d'élasticité très proche.

La bimodalité et la présence de grains ultrafins permet néanmoins d'améliorer la limite d'élasticité du matériau comparé à un échantillon unimodal 100% CG. La figure 3.7d souligne cet effet en regroupant sur le même graphique toutes les courbes des séries III et IV.

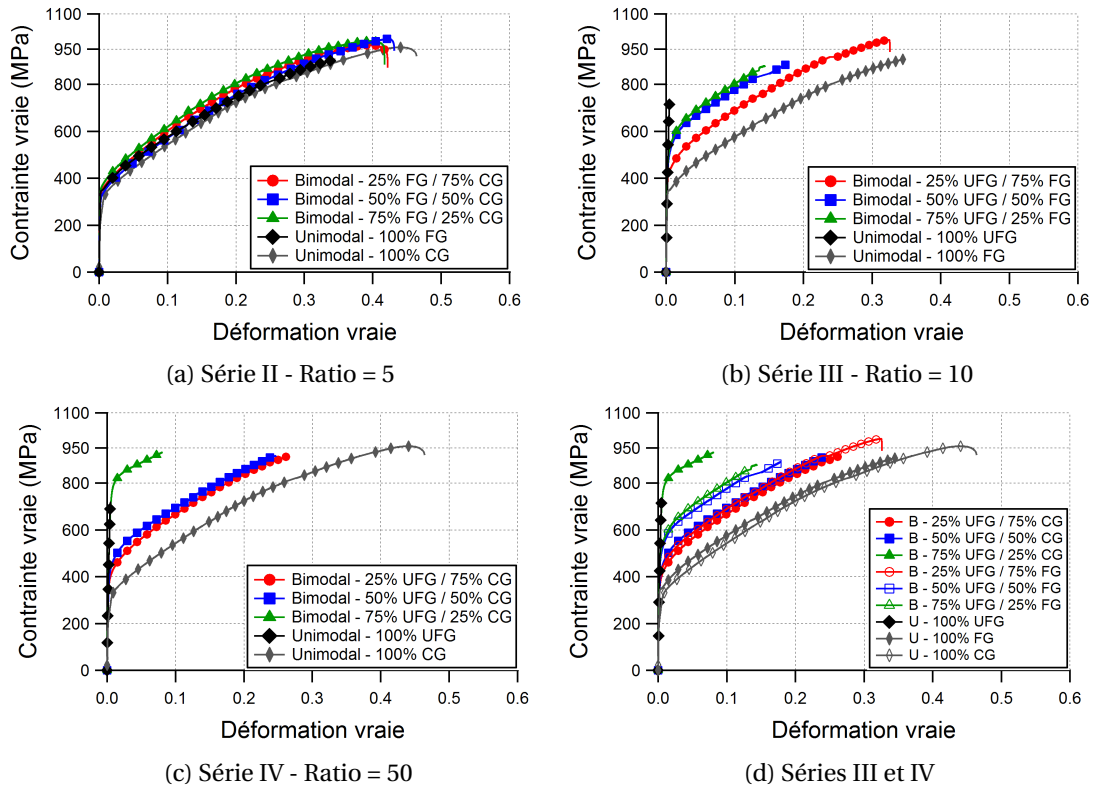


FIGURE 3.7 – Courbes contrainte-déformation pour les échantillons bimodaux. La dernière figure (d) présente sur le même graphique les courbes des échantillons des séries III et IV.

Cette amélioration de la résistance mécanique se fait au détriment de la ductilité qui diminue d'autant plus que la fraction de grains ultrafins augmente. En fonction des applications finales du matériau, il s'agit donc de trouver le bon compromis entre résistance mécanique et ductilité. La figure 3.8 trace les limites d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture de tous les échantillons uni- et bimodaux obtenus par SPS dans ces travaux. La déformation plastique à rupture semble clairement dépendre de la distribution de taille de grains. En particulier, plus la fraction volumique de CG est grande, plus la déformation plastique à rupture sera élevée.

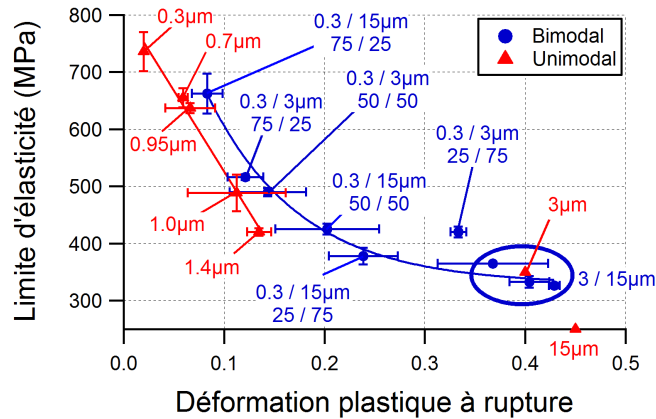


FIGURE 3.8 – Limite d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture pour les échantillons uni- et bimodaux des quatre séries.

Cette figure montre une dépendance linéaire entre la limite d'élasticité et la déformation plastique à rupture des échantillons UFG unimodaux (obtenus à partir de poudre broyée). Dans ce cas, plus la taille de grains est faible, plus la limite d'élasticité est grande et plus la ductilité de l'échantillon diminue.

Les échantillons bimodaux ne suivent pas une tendance similaire aux échantillons unimodaux UFG. Ainsi, si l'on compare l'échantillon bimodal 75%UFG/25%CG (0,3/15 µm) avec l'échantillon unimodal avec une taille de grains moyenne de 0,7 µm, les limites d'élasticité des deux échantillons sont proches mais l'échantillon bimodal est plus ductile (8,3% d'allongement à rupture contre 5,9% pour l'échantillon unimodal) même si la taille des grains UFG est plus faible. De manière similaire, avec 50%UFG/50%CG (0,3/15 µm), la limite d'élasticité est équivalente à celle de l'échantillon unimodal avec d=1,4 µm mais la déformation plastique à rupture passe de 13% à 21% dans le cas bimodal.

Le contraste de taille entre les deux populations a également une influence sur la réponse mécanique des échantillons bimodaux. Un plus fort contraste de taille induit un effet plus marqué de la matrice UFG sur le comportement mécanique. Pour 75%UFG/25%CG (0,3/15 µm) on observe ainsi une limite d'élasticité plus élevée que dans le cas 75%UFG/25%CG (0,3/3 µm) qui possède pourtant une fraction volumique similaire d'UFG. Avec une fraction volumique plus élevée de CG (50% notamment), cet effet s'inverse : un contraste de taille plus faible (0,3/3 µm) induit une limite d'élasticité plus élevée que dans le cas 0,3/15 µm.

Le comportement mécanique des échantillons bimodaux est complexe et comme le montre la figure 3.9, celui-ci ne peut être décrit par une simple loi des mélanges comme pour un matériau composite. Pour les échantillons de la série III et IV (0,3/3 µm et 0,3/15 µm), la relation entre la limite d'élasticité et la fraction de CG ne correspond ni à la borne supérieure de Voigt, ni à la borne inférieure de Reuss, ni à une courbe intermédiaire entre ces deux bornes.



Ainsi pour les échantillons de la série III (fig. 3.9a), les points expérimentaux se trouvent entre les deux bornes pour des fractions volumiques de CG de 50 et 75% tandis que le point pour 25% de CG est en dessous de la borne inférieure. Pour la série IV (fig. 3.9b), la limite d'élasticité est bien comprise entre les bornes pour 50% de CG tandis que pour 75% de CG celle-ci se trouve sur la borne de Voigt et que pour 25% de CG elle est au dessus de la borne supérieure.

Ces résultats montrent qu'il existe un couplage non négligeable entre les populations de CG et d'UFG, en particulier lorsque seulement une faible fraction de CG est introduite dans la matrice UFG.

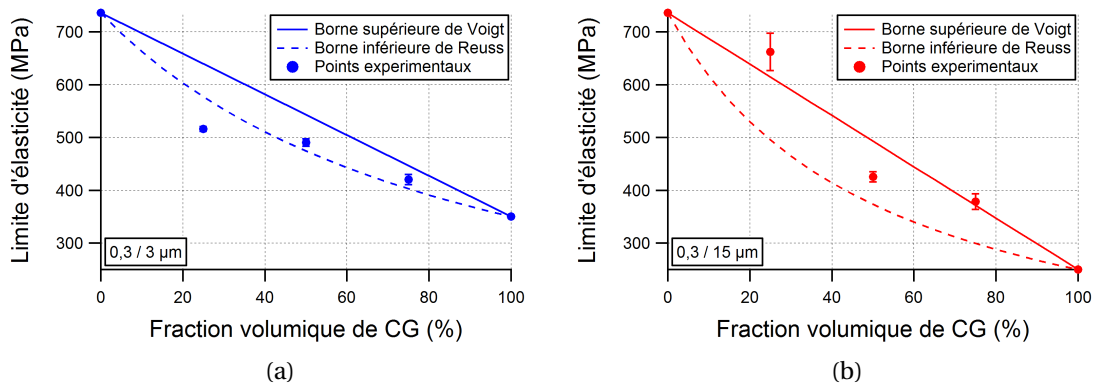


FIGURE 3.9 – Limite d'élasticité en fonction de la fraction de CG pour les échantillons bimodaux : (a) série III (0,3/3  $\mu m$ ) et (b) série IV (0,3/15  $\mu m$ ). Dans les deux cas, les bornes de Voigt et Reuss sont également tracées.

### Étude de l'écroissage

Pour les échantillons avec un contraste de taille de grains de 10, le taux d'écroissage reste similaire pour tous les échantillons bimodaux de cette série (III) (cf. fig. 3.10a). Bien que l'échantillon 25%UFG/75%FG ait un taux d'écroissage un peu plus faible en fin de stade I, tous les échantillons présentent le même taux en stade II et en stade III. Pour les faibles contrastes de taille de grains, il semblerait donc que l'effet de la bimodalité sur l'écroissage soit limité.

Au regard des échantillons avec le contraste de taille le plus élevé (50 - échantillons de la série IV), une plus forte dépendance à la proportion de chaque population est observée. En particulier, dans le cas 75%UFG/25%CG, l'évolution du taux d'écroissage en stade I et sa valeur en stade II diffèrent clairement des autres échantillons de la série (cf. fig. 3.10b).

Le stade I' observé sur les échantillons unimodaux UFG n'est pas présent ici, même sur les échantillons avec la plus forte fraction de grains ultrafins.

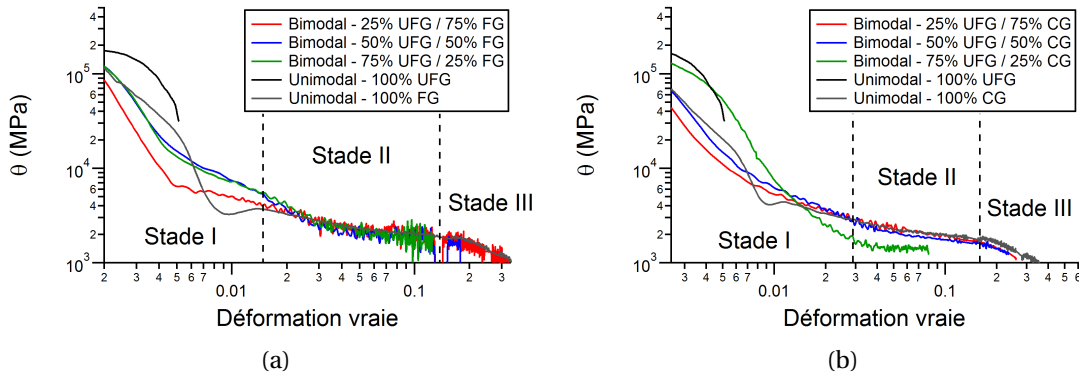


FIGURE 3.10 – Taux d'écroutissage  $\theta$  en fonction de la déformation vraie : (a) série III (0,3/3  $\mu m$ ) et (b) série IV (0,3/15  $\mu m$ ).

### Fractographie

Les fractographies des échantillons de la série IV (0,3/15  $\mu m$ ) sont présentées figure 3.11. De la même manière que pour les échantillons unimodaux caractérisés précédemment, les échantillons bimodaux sont principalement sujets à des mécanismes de rupture intergranulaires. Les cupules ductiles observées présentent une taille caractéristique proche de la taille de grains de la matrice UFG ce qui est cohérent avec les hypothèses formulées pour les échantillons unimodaux : la rupture s'initie aux interfaces (joints de grains) notamment à cause de la présence d'oxydes. Pour l'échantillon 75%UFG/25%CG, un trou relatif à la présence d'un ancien cluster de CG est visible dans la zone délimitée par un cercle noir (fig. 3.11e). Dans ce dernier cas, la rupture s'initie de manière privilégiée aux interfaces UFG/CG vraisemblablement à cause des fortes incompatibilités de déformation et aux concentrations de contrainte locales qui en résultent.

### 3.2.3 Partition des contraintes

Afin de mieux comprendre les mécanismes de plasticité et souligner les différences entre les échantillons uni- et bimodaux obtenus par SPS, la méthode de la partition des contraintes a été appliquée. La figure 3.12 présente la contrainte interne  $X$  et la contrainte effective  $\Sigma_{\text{eff}}$  de deux échantillons soumis à un essai de charges-décharges : un échantillon unimodal avec une taille de grains moyenne de 0,95  $\mu m$  et un échantillon bimodal 75%UFG (0,3  $\mu m$ ) / 25%CG (15  $\mu m$ ) avec une taille de grains moyenne autour de 0,5  $\mu m$ .

Dans les deux cas, la contrainte effective dépend peu du niveau de déformation et celle-ci reste approximativement constante autour de 200 MPa. Une valeur similaire de  $\Sigma_{\text{eff}}$  peut être trouvée dans la littérature pour un acier 316L standard avec une taille de grains conventionnelle [12]. De ce fait, ni la voie d'élaboration, ni le raffinement de taille de grains ne semblent affecter  $\Sigma_{\text{eff}}$ . En d'autres termes, les interactions à courtes distances avec les dislocations de la forêt sont similaires, indépendamment de la taille de grains, du caractère bimodal ou du

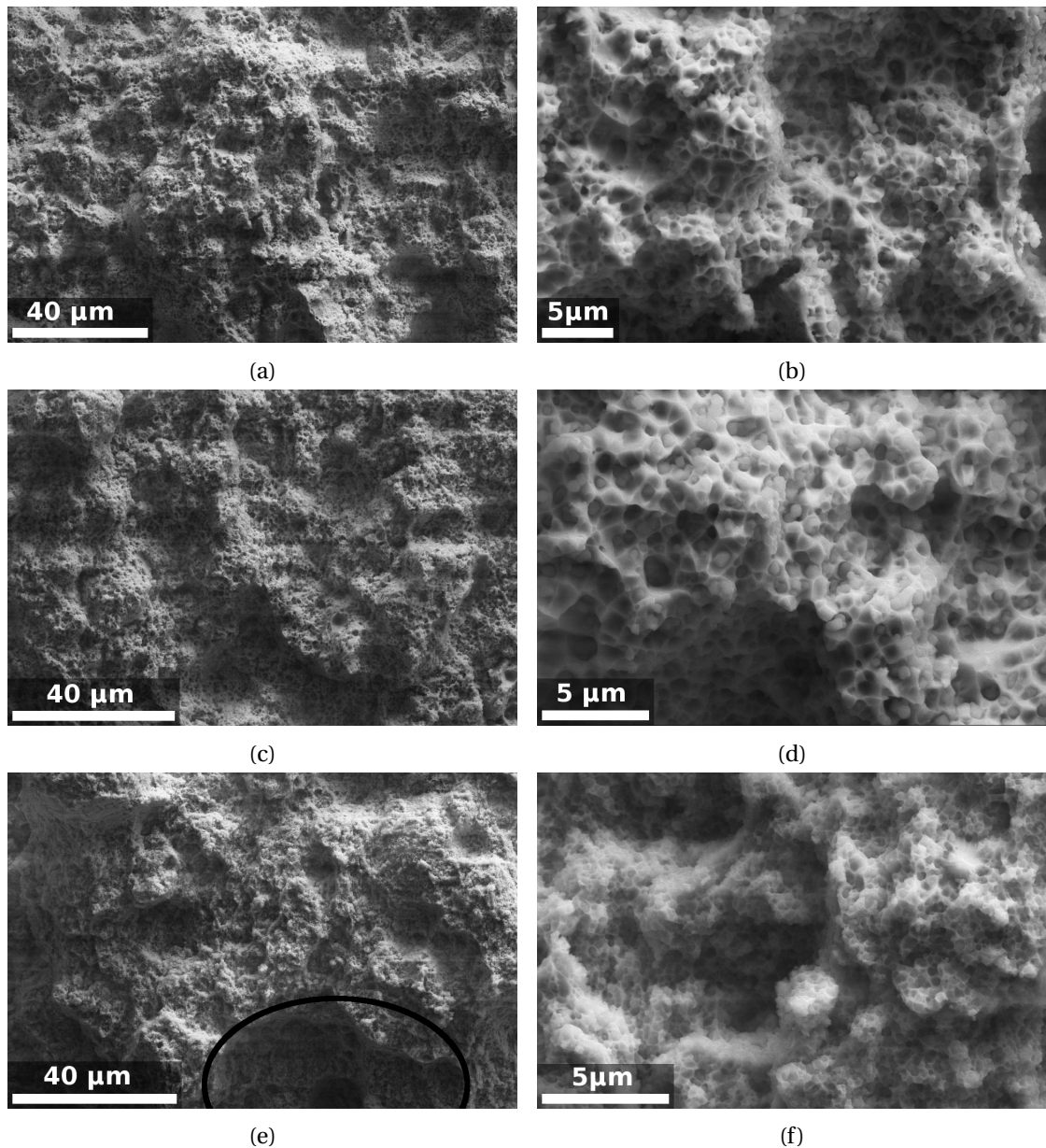


FIGURE 3.11 – Images MEB des surfaces de rupture des échantillons de la série IV ( $0,3/15 \mu m$ ) : (a,b) 75%UFG/25%CG, (b,c) 50%UFG/50%CG et (d,e) 25%UFG/75%CG.

mode d'élaboration du matériau.

Par conséquent, la dépendance à la taille de grains de la contrainte repose principalement sur les interactions à longues distances et donc sur la contrainte interne  $X$ . Cette dernière peut

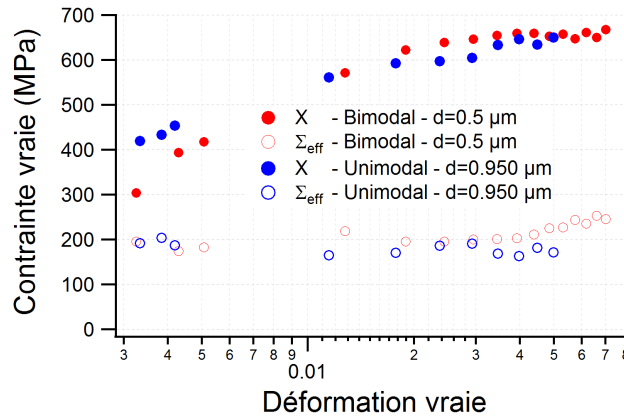


FIGURE 3.12 – Contraintes interne et effective pour un échantillon unimodal ( $d=0,95 \mu m$ ) et un échantillon bimodal (75%UFG/25%CG, taille de grain moyenne  $d=0,5 \mu m$ ).

être décomposée, sur la base du formalisme de Hall-Petch, en deux composantes : une composante intragranulaire  $X_{intra}$  et une composante intergranulaire  $X_{inter}$  (eq. 3.4 et 3.5) [12, 141, 145].

$$X = X_{intra} + X_{inter} = X_0 + \frac{k_X}{\sqrt{d}} \quad (3.4)$$

$$X_{intra} = X_0 \quad X_{inter} = \frac{k_X}{\sqrt{d}} \quad (3.5)$$

L'évolution de  $X_{intra}$ , associée à la formation de structures hétérogènes de dislocations, est supposée être indépendante de la taille de grains [12]. En suivant cette hypothèse, on devrait obtenir une contrainte interne intergranulaire ( $X_{inter}$ ) plus élevée dans le cas bimodal ( $d=0,5 \mu m$ ) que dans le cas unimodal ( $d=0,95 \mu m$ ). La figure 3.12 montre une évolution similaire de  $X$  pour les deux échantillons. Dans le cas bimodal,  $X$  est même plus faible aux premiers instants de la déformation comparativement à la contrainte interne dans l'échantillon unimodal.

D'après ces analyses, l'introduction de CG dans une matrice UFG semble être à l'origine d'une relaxation des contraintes internes ce qui permet de retarder l'apparition des concentrations de contrainte aux interfaces et qui, par conséquent, retarde l'endommagement par rapport aux échantillons unimodaux.

### 3.3 Propriétés mécaniques d'un acier 304L à grains ultrafins traité par laminage à froid et traitements thermiques

Sur la base des analyses microstructurales effectuées au chapitre 2, des essais mécaniques ont été réalisés sur des échantillons obtenus après différents degrés de laminage et traitements thermiques. Les échantillons testés ici sont le résultat de l'optimisation des traitements thermomécaniques présentés au chapitre 2. Le tableau 3.2 résume les échantillons sur lesquels les meilleurs résultats en terme de bimodalité et de propriétés mécaniques ont été obtenus. Les tailles de grains moyennes des différents échantillons (et populations dans le cas des distributions bimodales) sont données dans le tableau 2.5 de la section 2.2.2.

Les essais mécaniques présentés dans cette section ont tous été réalisés sur la machine électromécanique MTS Criterion 45 de capacité 100 kN. Le pilotage a ici été effectué en déplacement imposé<sup>1</sup>.

TABLEAU 3.2 – Récapitulatif des échantillons obtenus par laminage à froid et traitements thermiques utilisés pour les essais mécaniques. Pour chaque échantillon le pourcentage de martensite final (*i.e.* après traitements thermiques) est donné entre parenthèses.

Traitements thermiques	HT1							
	HT2-0		HT2-1		HT2-2		HT2-3	
	1050°C	5min	850°C	5min	800°C	5min	800°C	20min
34% martensite	U (1,68%)		/		/		/	
52% martensite	/		B (1,88%)		/		/	
73% martensite	/		B (0,92%)		B (1,34%)		B (0,69%)	

#### 3.3.1 Traction simple

La figure 3.13a présente une sélection de courbes de traction des échantillons obtenus par laminage et traitements thermiques. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes usinées dans la direction de laminage. Une partie des essais n'a pas pu être triplée (notamment pour les échantillons avec initialement 34 et 52% de martensite) principalement par manque de temps et de matière. Dans les autres cas, les essais se sont montrés reproductibles en terme de contrainte mais présentent une dispersion expérimentale plus importante au regard de l'allongement. La figure 3.13b illustre ces observations en traçant les limites d'élasticité et les contraintes ultimes en fonction, respectivement, de l'allongement uniforme et de la déformation plastique à rupture.

En comparaison avec l'échantillon unimodal (34% martensite + HT1 + HT2-0) à taille de grains conventionnelle ( $d=16,7 \mu m$ ), les échantillons bimodaux présentent tous une limite

1. Par contrainte de temps, les PID n'ont pu être réglés afin de réaliser le pilotage en déformation imposée.

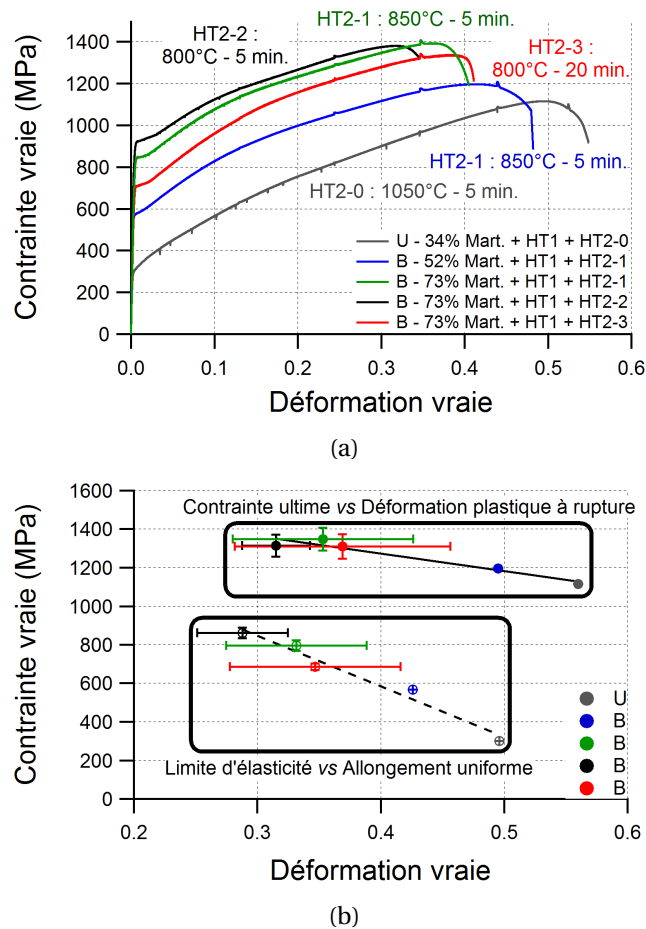


FIGURE 3.13 – Échantillons uni- et bimodaux obtenus par laminage à froid et traitements thermiques : (a) courbes de traction et (b) limite d'élasticité en fonction de l'allongement uniforme et contrainte ultime en fonction de la déformation plastique à rupture.

d'élasticité et une contrainte ultime supérieures.

Comme pour les échantillons élaborés par SPS, la présence de grains ultrafins dans les échantillons bimodaux tend à diminuer leur ductilité. En revanche, dans le cas présent, cette baisse de la ductilité reste modérée avec par exemple, pour l'échantillon présentant la meilleure résistance mécanique (73% martensite + HT1 + HT2-2 (850°C - 5 min.)) une déformation plastique à rupture de 31,5%. Dans ce cas, la limite d'élasticité passe de 300 MPa pour l'échantillon unimodal à près de 860 MPa. Cette résistance mécanique accrue s'accompagne d'une diminution de l'allongement à rupture d'environ 24,5%. Cet échantillon présente une distribution bimodale avec  $d_{UFG} = 0,7 \mu m$  et  $d_{CG} = 6,6 \mu m$ .

Le meilleur compromis résistance/ductilité est quant à lui obtenu pour l'échantillon avec initialement 73% de martensite et ayant subi les traitements thermiques HT1 et HT2-1 (800°C - 5 min.). Les tailles de grains des deux populations sont :  $d_{UFG} = 0,5 \mu m$  et  $d_{CG} = 5 \mu m$ . Celui-ci présente une limite d'élasticité moyenne de l'ordre de 800 MPa, une contrainte ultime proche de 1400 MPa et un allongement à rupture de  $35,3 \pm 7,3\%$ .

### 3.3.2 Étude de l'écroutissage

La figure 3.14 présente le taux d'écroutissage en fonction de la déformation vraie pour les échantillons uni- et bimodaux obtenus par laminage et traitements thermiques. Les taux d'écroutissage en stade II sont similaires pour tous les échantillons et valent approximativement 2000 MPa. Cette valeur est cohérente avec la valeur maximale  $\mu/20$  (environ 3500 MPa avec  $\mu$  le module de cisaillement) du taux d'écroutissage en stade II [139].

Les comportements diffèrent un peu plus en stade I notamment pour les échantillons avec initialement 34 et 52% de martensite, respectivement uni- et bimodal. Pour ces deux échantillons, le taux d'écroutissage reste plus élevé en stade I par rapport aux autres échantillons. L'échantillon unimodal présente également un taux d'écroutissage légèrement supérieur en stade III par rapport aux échantillons bimodaux. La présence d'un vieillissement statique est notable sur le stade I pour tous les échantillons bimodaux. De plus, les taux d'écroutissage maximaux en stade II sont très élevés alors que les tailles de grains de la matrice UFG sont très faibles. Des qualifications du matériau et de sa microstructure semblent encore nécessaires afin de montrer un éventuel effet de l'histoire du procédé sur le comportement mécanique final.

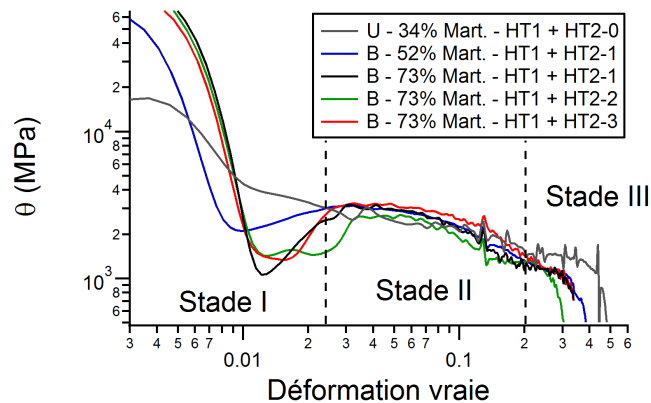


FIGURE 3.14 – Évolution du taux d'écroutissage en fonction de la déformation pour les échantillons obtenus par laminage et traitements thermiques.

## 3.4 Synthèse

Les résultats présentés dans ce chapitre sur les échantillons à distribution bimodale de taille de grains viennent compléter les travaux existants sur le sujet, notamment dans la littérature. Les matériaux étudiés ont été limités ici aux aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L.

Les échantillons élaborés par métallurgie des poudres ont permis une étude précise de l'influence des fractions de chaque population de taille de grains ainsi que des effets de taille au sein de celles-ci. Dans cette optique, des essais ont également été réalisés sur des échantillons unimodaux afin de mieux comprendre les différences de comportement mécanique entre échantillons uni- et bimodaux.

A l'inverse des échantillons unimodaux, les échantillons à distribution bimodale de taille de grains présentent une évolution non linéaire de leur limite d'élasticité en fonction de l'allongement à rupture. Cette tendance reste à confirmer mais elle semble d'autant plus marquée que la taille de grains dans la matrice (U)FG est petite. C'est également dans cette situation que les compromis résistance mécanique / ductilité les plus intéressants sont obtenus.

Les fractographies réalisées associées à une analyse fine des contraintes fournissent des informations sur les mécanismes de rupture et de plasticité. Aux premiers instants de la déformation plastique, les contraintes internes sont plus faibles dans les échantillons bimodaux par rapport aux unimodaux : la présence de gros grains permet une relaxation de ces contraintes ce qui conduit à un écrouissage accru du matériau et à une augmentation de sa ductilité. Une fois qu'une contrainte seuil est atteinte, la rupture s'initie et se propage aux interfaces (joints de grains et interfaces UFG/CG) notamment à cause de la présence d'oxydes issus du broyage mécanique d'une partie de la poudre.

Le développement d'une seconde voie d'élaboration basée sur une succession de transformations de phase par déformation plastique puis traitements thermiques a permis d'élargir notre étude à un procédé très répandu dans le domaine de la production industrielle de masse. Après optimisation des conditions d'élaboration, de premiers résultats de traction monotone prometteurs ont pu être obtenus.

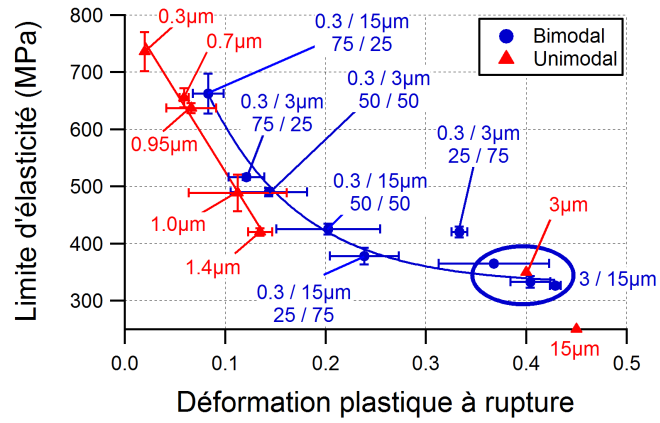
Même si une étude plus poussée des mécanismes de plasticité / rupture est encore nécessaire, un très bon compromis résistance mécanique / ductilité est obtenu pour certaines conditions d'élaboration. Il reste néanmoins à mieux comprendre l'influence de l'histoire du procédé sur le matériau et son comportement mécanique afin de caractériser au mieux ses propriétés mécaniques.

La figure 3.15 trace la limite d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture de l'ensemble des échantillons testés dans ce travail. On note la dépendance non linéaire des échantillons bimodaux obtenus par SPS ainsi que les résultats prometteurs, en terme de compromis résistance / allongement, des échantillons issus du laminage à froid.

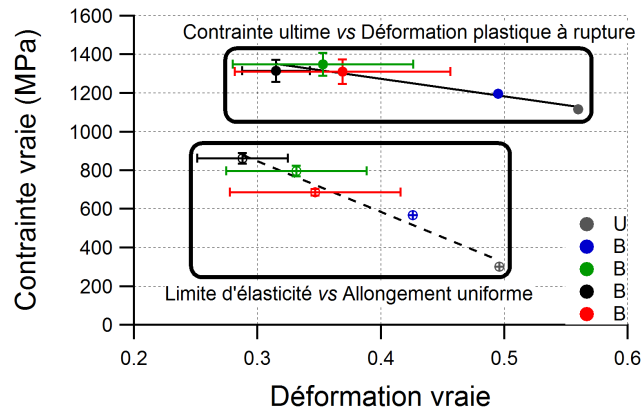
Dans le chapitre de discussion, ces résultats seront discutés afin d'essayer de définir les



modifications des mécanismes de déformation en lien avec la distribution bimodale de taille de grains.



(a)



(b)

FIGURE 3.15 – Limite d'élasticité (et contrainte ultime pour (b)) en fonction de l'allongement (uniforme et/ou ultime) de l'ensemble des échantillons uni- et bimodaux ((a) 316L et (b) 304L) élaborés dans ce travail.

# Partie numérique



# 4

## Modélisation numérique

Ce chapitre est dédié à la présentation des outils de génération de microstructures ainsi qu'aux lois de comportement utilisées. Après une présentation générale des algorithmes de génération des agrégats polycristallins, le processus de génération d'une microstructure bimodale simple est détaillé. Les équations des lois de comportement phénoménologique et quasi-physique sont ensuite introduites et modifiées afin de tenir compte des effets de taille de grains ou de distance aux joints de grains. Un exemple complet d'identification des paramètres matériaux pour la loi phénoménologique est détaillé puis les paramètres matériau identifiés sont résumés dans des tableaux à la fin du chapitre.

### 4.1 Description numérique et lois de comportement en plasticité cristalline

#### 4.1.1 Génération de microstructures numériques

Afin de pouvoir effectuer des analyses numériques sur le comportement d'un matériau à distribution bimodale de taille de grains, il faut tout d'abord définir le domaine d'étude et le niveau de résolution pour la représentation de ses hétérogénéités. Pour cette étude, tel que cela a été motivé au chapitre 1, le choix a été porté sur une modélisation avec une représentation explicite de la microstructure granulaire de telle sorte à pouvoir aborder les questions non seulement des tailles et des fractions volumiques des populations de grains mais aussi celles de la répartition spatiale d'une population de grains par rapport à l'autre. Dans la mesure où, au delà des propriétés effectives (échelle macroscopique), on s'intéresse aux effets de la bimodalité sur le comportement local, les grains de l'agrégat polycristallin doivent être discrétisés à l'échelle intragranulaire. Pour cette modélisation dite à champs complets, le choix est par ailleurs porté sur une résolution du problème mécanique par la méthode des éléments finis. Cela permet en particulier d'adopter une discrétisation où les frontières des grains sont conformes à des frontières d'éléments finis et à ne porter aucune hypothèse particulière sur le comportement proche des joints de grains.

La microstructure 3D d'un polycristal peut être extraite à partir d'images expérimentales (DRX/Synchrotron et/ou EBSD "3D" par usinages successifs de la zone étudiée puis reconstruction) ou bien générée sur la base d'une description statistique de la morphologie de la microstructure [146, 147]. Dans le premier cas, les techniques mises en oeuvre sont longues et coûteuses et restent limitées en terme de taille de zone extraite. Le maillage d'une mi-

crostructure extraite d'une image expérimentale peut aussi se révéler être un travail long et fastidieux. C'est principalement pour ces raisons que s'est développée la seconde stratégie reposant sur la génération d'une microstructure virtuelle sur la base d'un certain nombre de descripteurs statistiques de la microstructure réelle. Cette méthodologie permet de disposer à coût très faible de microstructures 3D aux caractéristiques morphologiques prédéfinies et d'analyser systématiquement les effets de ces caractéristiques sur le comportement.

### Algorithmes de génération

La génération de microstructures virtuelles adoptée dans cette étude correspond à une tessellation du domaine d'étude par l'algorithme de Laguerre (encore appelé Laguerre-Voronoi), elle repose sur la notion de germes et de poids. Les germes vont être les points de départ de la croissance des futurs grains tandis que le poids d'un germe va être équivalent à sa vitesse de croissance. Sur cette base, plusieurs lois peuvent décrire la croissance des grains.

Pour la suite, il convient de définir quelques notations mathématiques. Celles-ci sont tirées des travaux de Quey *et al.* [146]. On va travailler dans un domaine spatial  $D \in \mathbb{R}^n$  avec  $n$  la dimension du domaine. Par exemple, si  $n = 2$ , alors on travaille dans un domaine  $2 - D$  (respectivement,  $n - D$ ). Si l'on note un groupe de points  $E$  dans  $D$ , alors  $E = \{G_i(\underline{x}_i)\}$  avec  $G_i$  un germe et  $\underline{x}_i$  son vecteur position dans le domaine. On définit également  $d(A, B)$  comme la distance euclidienne (ou norme 2) entre A et B [148].

**Tessellation de Voronoi** Dans le cas d'une tessellation de Voronoï un cristal  $C_i$  issu d'un germe  $G_i$  est décrit par :

$$C_i = \{P(\underline{x}) \in D \mid d(P, G_i) < d(P, G_j) \forall i \neq j\}$$

Avec  $P(\underline{x})$  un point quelconque du domaine  $D$  de position  $\underline{x}$ .

Tous les germes débutent leur croissance au même moment et à la même vitesse [149]. Lorsque le front de croissance d'un germe rencontre celui d'un autre germe, la croissance dans cette direction s'arrête et une face (en 3D, respectivement une arête en 2D) se forme. Une fois que les fronts de croissance issus de tous les germes se sont rencontrés, la tessellation de Voronoi est générée (*cf.* figure 4.1a) [148]. Les grains ainsi générés sont convexes et une tessellation de Voronoi reste limitée en terme de représentativité statistique d'un agrégat réel : ce type de tessellation ne peut décrire que les propriétés morphologiques de 1er ordre, c'est-à-dire la distribution de taille de grains et le nombre de premiers voisins [146].

Afin de préparer l'étape de maillage et de limiter le nombre d'éléments et le raffinement au niveau des joints de grains et des jonctions triples, une étape de régularisation de la tessellation a été développée et intégrée au sein du logiciel Neper [146, 150]. Cette étape consiste à limiter le nombre de petites arêtes au sein de l'agrégat qui donnent souvent lieu à des éléments de mauvaise qualité ou un raffinement local excessif lors du maillage. La figure 4.1b présente la même tessellation qu'à la figure 4.1a après régularisation : on observe que deux

petites arêtes (dans les zones entourées en blanc) ont été supprimées afin de faciliter l'étape de maillage. La figure 4.1c propose un exemple de tessellation de Voronoi régularisée de 343 grains.

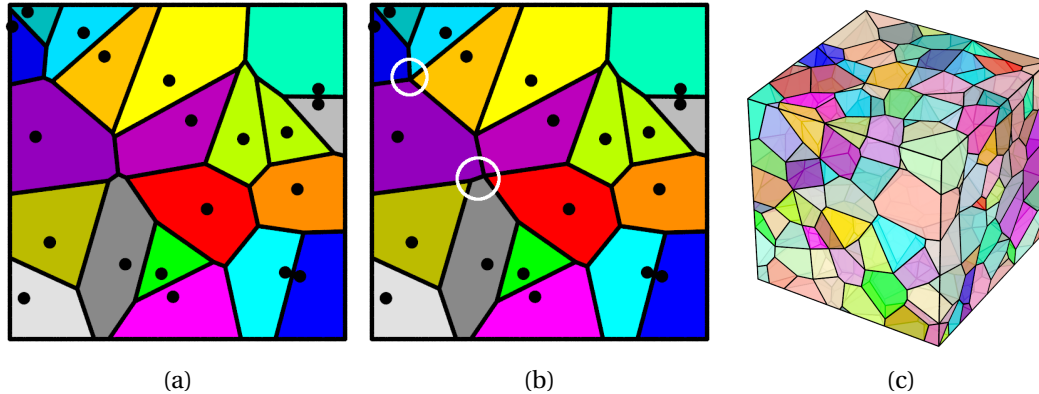


FIGURE 4.1 – Tessellations de Voronoi à 20 grains (a) sans régularisation des petites arêtes et (b) avec régularisation. Les points noirs correspondent aux germes des grains et les zones entourées en blanc sur la figure (b) permettent de repérer les zones dans lesquelles de petites arêtes ont été retirées. La dernière figure (c) est une tessellation de Voronoi avec 343 grains. Tessellations générées à l'aide du logiciel Neper [146, 150].

**Tessellation de Laguerre-Voronoi** La tessellation de Laguerre-Voronoi doit être vue comme une généralisation de la tessellation de Voronoi. Dans ce cas, les germes peuvent avoir des poids différents [147]. On est ainsi capable de modifier de manière importante la distribution de taille de grains (matériaux bi- ou multimodaux) et/ou d'obtenir des microstructures complexes telles que des microstructures à gradient de taille de grains ou colonnaires/equiaxes comme observé lors de la solidification d'un métal [151]. Cela se traduit mathématiquement par :

$$C_i = \{P(\underline{x}) \in D \mid d(P, G_i)^2 - w_i < d(P, G_j)^2 - w_j \quad \forall j \neq i\}$$

Avec  $w_i$  (resp.  $w_j$ ) le poids (weight) du germe  $G_i$  (resp.  $G_j$ ).

Les figures 4.2 présentent les germes et leurs poids associés (plus le poids est important plus le rayon du germe est grand) ainsi que la microstructure finale obtenue.

La figure 4.3 présente deux tessellations régularisées : une de Voronoi (fig. 4.3a) et une tessellation de Laguerre-Voronoi (fig. 4.3b). La figure 4.3c propose un exemple de tessellation de 343 grains obtenue avec l'algorithme de Laguerre-Voronoi. On peut noter que dans ce cas, les joints de grains sont décrits par des arcs d'hyperboloïdes et que les grains ne sont plus nécessairement convexes.

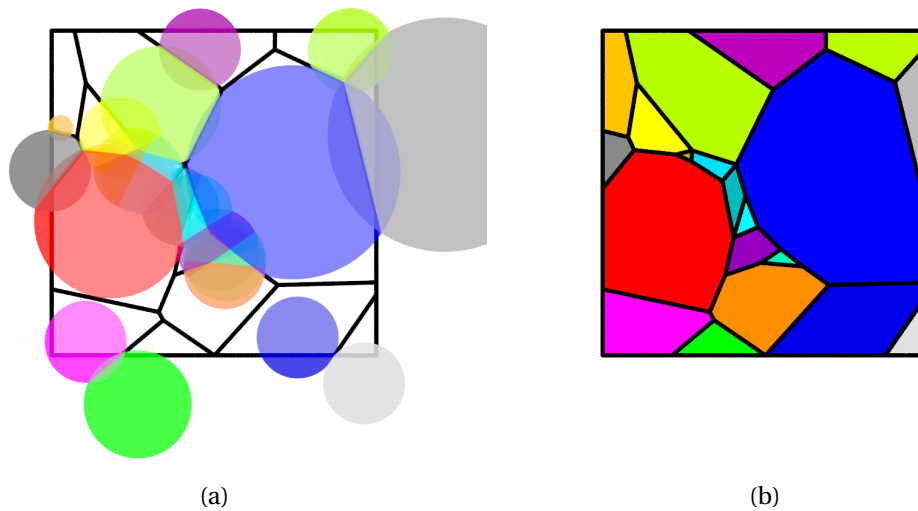


FIGURE 4.2 – Tessellation de Laguerre-Voronoi (régularisées) à 20 grains : (a) visualisation des germes et de leur poids associé et (b) microstructure finale. Tessellation générée à l'aide du logiciel Neper [146, 150].

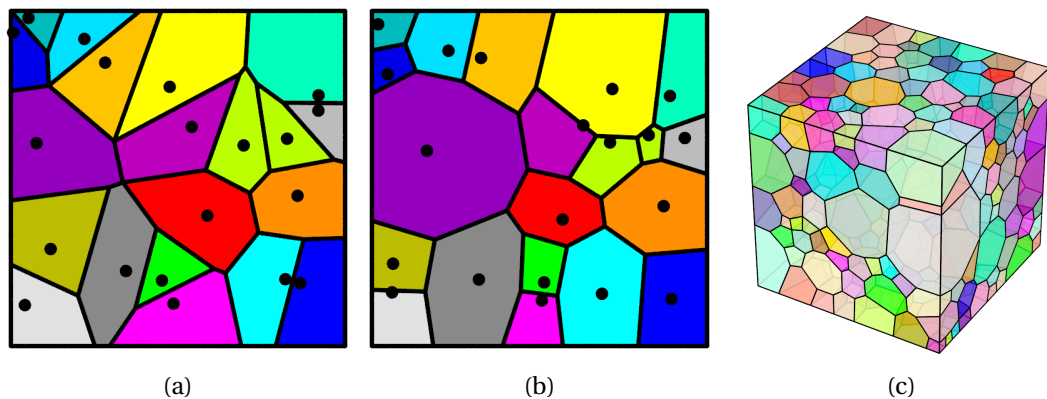


FIGURE 4.3 – Tessellations (régularisées) à 20 grains : (a) tessellation de Voronoi et (b) tessellation de Laguerre-Voronoi. Les points noirs correspondent aux germes des grains. La dernière figure (c) est une tessellation de 343 grains obtenue avec un processus de type Laguerre-Voronoi. Tessellations générées à l'aide du logiciel Neper [146, 150].

**Modèle de Johnson-Mehl** Le modèle de Johnson-Mehl est proche de celui de Voronoi. La seule différence notable est que les germes apparaissent successivement, la vitesse de croissance reste quant à elle isotrope et la même pour tous les germes mais elle peut évoluer au cours du temps [149]. Ce modèle est basé sur les travaux de Johnson et Mehl [152] relatifs

aux cinétiques mises en jeu lors de la nucléation et croissance de nouveaux grains lors de transformations de phases. On peut décrire le processus de nucléation et croissance avec le formalisme suivant :

$$C_i = \{P(\underline{x}) \in D \mid d(P, G_i(\underline{x}_i, t_i)) - \alpha(t_i)t_i < d(P, G_j(\underline{x}_j, t_j)) - \alpha(t_j)t_j \quad \forall j \neq i\}$$

L'apparition d'un germe dépend du temps ( $t_i$  pour le germe  $G_i$ ) et sa croissance est modulée par le coefficient  $\alpha(t_i)t_i$ .

### Génération de microstructures bimodales

Dans ce travail, la génération d'agrégats polycristallins bimodaux est basée sur un algorithme de Laguerre-Voronoi (*cf.* paragraphe 4.1.1). Afin de générer des microstructures bimodales, deux choix s'offrent à nous :

- fournir une distribution de taille de grains à Neper et utiliser la fonction d'optimisation intégrée afin de s'approcher au plus près de cette distribution. Cette approche est particulièrement intéressante dans le cas où une distribution bimodale a pu être obtenue sur une zone représentative d'un échantillon expérimental. Cette distribution de taille de grains peut notamment être obtenue grâce à une cartographie EBSD précise.
- utiliser un script de pré-processing afin de placer de manière précise les grains de taille conventionnelle au sein de notre matrice de grains ultrafins. Cette seconde approche permet un pilotage optimal des tailles de grains des deux populations ainsi que de réaliser des microstructures modèles dans lesquelles les gros grains sont positionnés en maîtrisant leur répartition spatiale les uns par rapport aux autres. Ceci permet en particulier d'isoler chaque gros grain dans la matrice de grains ultrafins ou encore de favoriser la formation de clusters de gros grains. Néanmoins, les agrégats ainsi générés sont idéalisés par rapport aux microstructures observées expérimentalement.

Afin de réaliser de premières études et notamment de valider nos modèles, c'est la seconde approche qui a, dans un premier temps, été utilisée. La figure 4.4 résume les différentes étapes du script de pré-processing utilisé. Un cas simple est ici présenté : la microstructure est constituée d'un gros grain central dans une matrice de 81 grains ultrafins. Pour des questions de lisibilité, l'agrégat présenté est 2D, mais le processus reste le même dans le cas 3D. Le script utilisé est un script de répulsion car il va éliminer une partie des germes des grains ultrafins afin de laisser de l'espace pour la croissance du gros grain central. Voici les différentes étapes de ce processus et les figures associées :

- **4.4a** Les germes sont disposés de manière régulière au sein du domaine. La distance entre deux germes successifs respecte la taille des grains ultrafins.
- **4.4b** La position des germes est ensuite modifiée aléatoirement autour de leur position d'origine. Cette perturbation spatiale est limitée par une borne supérieure donnée afin de respecter une distance minimale entre chaque germe.



- **4.4c** Pour la compréhension, les futurs grains sont représentés et les germes des grains ultrafins autour du gros grain central vont être supprimés.
- **4.4d** On supprime les germes autour du gros grain central afin de laisser de l'espace à la croissance de celui-ci.

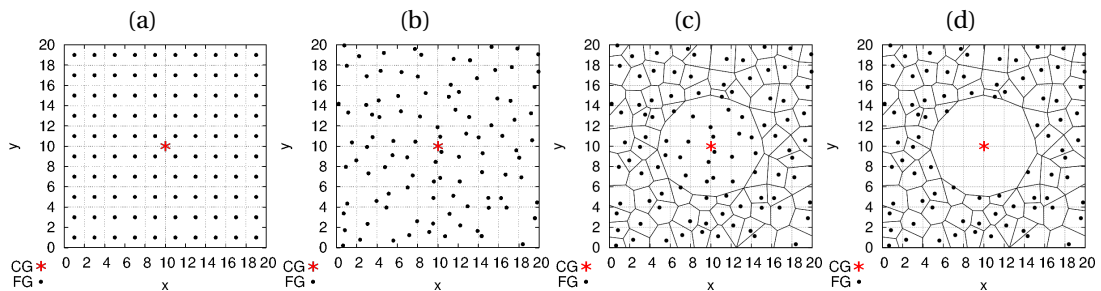


FIGURE 4.4 – Génération des germes : (a) Position initiale des germes (les germes sont placés régulièrement dans le domaine en accord avec la taille des grains ultrafins), (b) la position de chaque germe est perturbée aléatoirement autour de leur position initiale, (c) et (d) les germes entourant le gros grain sont supprimés afin de laisser de l'espace pour la croissance de celui-ci.

Une fois les germes correctement placés, la mosaïque de Laguerre-Voronoi est générée (cf. fig. 4.5). Les cellules de cette tessellation correspondent aux grains de notre microstructure. Une orientation cristallographique est également associée à chaque grain. Les différentes orientations de la microstructure peuvent être générées aléatoirement (dans ce cas, si le nombre de grains est suffisant, la microstructure ne présente pas de texture cristallographique) ou appliquées en fonction d'observations expérimentales afin, par exemple, de reproduire une texture cristallographique. A cette étape, la tessellation contient à la fois les propriétés morphologiques de la microstructure (position spatiale, taille et forme des grains) et les propriétés cristallographiques (orientations).

Une fois la mosaïque de Laguerre-Voronoi générée, le domaine doit être discrétisé par des éléments finis. Une stratégie de maillage libre avec des tétraèdres est privilégiée afin de respecter les joints de grains. Pour assurer une qualité de maillage optimale, voici la stratégie appliquée :

- à la fin de l'étape de tessellation, les petits segments sont supprimés de la géométrie pour limiter les raffinements locaux excessifs durant le maillage (cf. paragraphe 4.1.1).
- une approche "bottom-up" de maillage assure des noeuds communs au joint de grains entre deux grains : les éléments 0D sont maillés en premier, puis les segments de la tessellation sont discrétisés à l'aide d'éléments 1D et finalement les maillages 2D et 3D sont réalisés sur la base des éléments 1D précédemment créés.

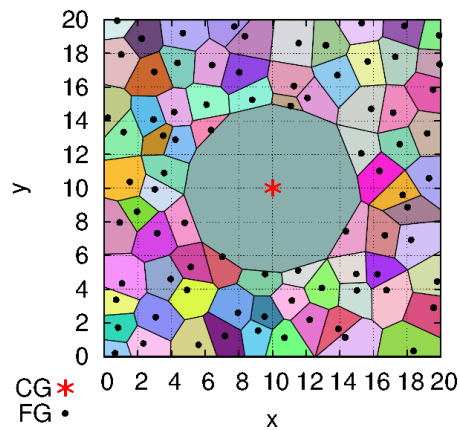


FIGURE 4.5 – Génération de la tessellation : les données d’entrée (positions spatiales et poids des germes) sont utilisées afin d’obtenir la tessellation finale. La tessellation contient à la fois les caractéristiques morphologiques (position, taille et forme des grains) et les propriétés cristallographiques de la microstructure.

Le maillage est réalisé au travers de Neper qui fait appel au logiciel de maillage Gmsh. Encore une fois de plus amples informations concernant à la fois le maillage et la tessellation peuvent être trouvées dans les articles de référence de Neper [146, 147]. La figure 4.6 illustre un maillage typique 2D afin de présenter la qualité de maillage utilisée dans les simulations de ce travail.

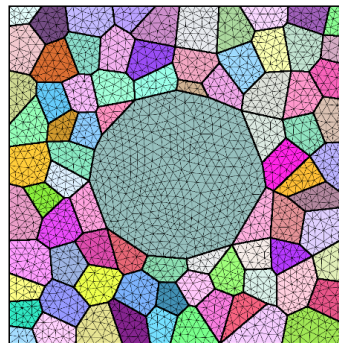


FIGURE 4.6 – Maillage d’une microstructure 2D. La stratégie de maillage utilisée (approche bottom-up : les maillages 2D et 3D sont basés sur les éléments 1D précédemment créés) et l’étape préliminaire de régularisation de la tessellation assurent une bonne qualité de maillage (pas de raffinement excessif aux joints de grains).

### 4.1.2 Lois de comportement

Plusieurs lois de comportement matériau sont utilisées au sein de ce travail. Afin de rendre compte de la présence de deux familles de tailles de grains au sein des microstructures bi-

modales, l'effet de taille de grains doit être pris en compte au sein de la loi matériau (à défaut d'utiliser un modèle prenant en compte intrinsèquement les effets de longueur interne). Les paragraphes suivants présentent les équations constitutives des lois de comportement et décrivent les modifications apportées afin de tenir compte des effets de taille.

### Approche phénoménologique : loi de Méric-Cailletaud

L'approche phénoménologique de Méric-Cailletaud [91, 92, 153] repose sur les lois d'écroutissements décrites par Chaboche à la fin des années 1980 [154]. Ces lois, macroscopiques, sont transposées à l'échelle des systèmes de glissement d'un monocristal [153] et le glissement sur chaque système est régi par les facteurs de Schmid. Cette formulation repose sur l'hypothèse des petites perturbations et n'est donc valable qu'aux faibles niveaux de déformation.

Le comportement viscoplastique du matériau est décrit par l'équation 4.1 qui lie la vitesse d'écoulement plastique ( $\dot{\gamma}^s$ ) du système de glissement  $s$  à la cission résolue  $\tau^s$  et aux termes d'écroutissements isotrope ( $r^s$ ) et cinématique ( $x^s$ ). L'écoulement plastique sur le système  $s$  a lieu quand la cission résolue atteint une valeur critique  $\tau_c^s$ . La cission résolue  $\tau^s$  est liée au tenseur de Schmid et à la contrainte macroscopique au travers de la relation 4.2.

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^n \text{signe}(\tau^s - x^s) \quad (4.1)$$

$K$  et  $n$  décrivent la viscosité à travers une loi puissance de Norton.

$$\begin{aligned} \tau^s &= m^s : \sigma \\ m^s &= \frac{1}{2} [\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s] \end{aligned} \quad (4.2)$$

Avec  $m^s$  le tenseur de Schmid et  $\sigma$  le tenseur des contraintes macroscopiques.  $\underline{n}^s$  est la normale au plan de glissement et  $\underline{l}^s$  la direction de glissement.

L'écroutissage isotrope est décrit par l'équation 4.3 avec  $p$  la déformation plastique cumulée.  $r_0$  correspond au début de la plasticité tandis que  $Q$  et  $b$  décrivent l'écroutissage non-linéaire jusqu'à sa saturation.  $h^{su}$  est une matrice d'interactions entre systèmes de glissement. A travers cette équation la cission résolue sur le système  $s$  augmente de manière non linéaire et prend en compte l'écroutissage latent lié aux autres systèmes de glissement ( $u$ ).

$$\begin{aligned} r^s &= r_0 + Q \sum_{u=1}^N h^{su} \left(1 - e^{-bp^u}\right) \\ \text{avec } \dot{p}^u &= |\dot{\gamma}^u| \end{aligned} \quad (4.3)$$

Un écroutissage cinématique  $x^s$  à l'échelle des systèmes de glissement est également présent (équation 4.4). Il représente phénoménologiquement les interactions à longue distance entre dislocations. L'écroutissage cinématique est particulièrement important lors de sollicitations cycliques.

$$\begin{aligned} x^s &= C\alpha^s \\ \text{et } \dot{\alpha}^s &= \dot{\gamma}^s - D\dot{p}^s\alpha^s \end{aligned} \quad (4.4)$$

$C$  et  $D$  sont des paramètres qui dépendent du matériau considéré.

Dans notre cas, ne considérant dans un premier temps que des chargements monotones, l'écouissage cinématique n'est pas pris en compte ( $x^s = 0$ ).

**Prise en compte d'un effet de taille de grains** Afin de prendre en compte la dépendance à la taille de grains sur la contrainte d'écoulement, un terme de type Hall-Petch est introduit dans l'écouissage isotrope. L'équation 4.5 présente maintenant une prise en compte de la taille de grains avec :  $k^*$  un coefficient d'écouissage constant et  $d_g$  la taille du grain considéré. La taille du grain est calculée selon l'hypothèse que les grains sont de forme sphérique (3D) ou circulaire (2D) (cf. fig 4.7).

$$\begin{aligned} r_g^s &= R_0^* + Q \sum_{u=1}^{12} h^{su} (1 - e^{-bp^u}) \\ R_0^* &= r_0^* + \frac{k^*}{\sqrt{d_g}} \end{aligned} \quad (4.5)$$

$r_0^*$  est la cission résolue critique et correspond à celle que l'on aurait pour un grain de grande taille dans un polycristal.

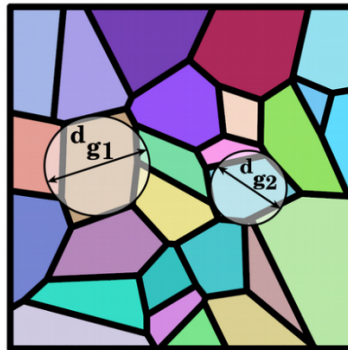


FIGURE 4.7 – Taille de grain  $d_g$  en 2D : chaque grain est représenté par un disque (resp. une sphère en 3D) de diamètre  $d_g$ .

**Dépendance à la distance aux joints de grains** Dans la formulation précédente, l'écouissage de chaque grain est modifié afin de tenir compte de la taille du grain. Afin d'enrichir ce formalisme, à nouveau de manière pragmatique, on peut introduire une dépendance à la distance aux joints de grains : toujours sur la base d'un terme de type Hall-Petch, le durcissement local associé aux GND à proximité des joints de grains est pris en compte. Cette approche a

été adoptée dans les travaux de S. Lefebvre [115]. L'équation 4.6 présente ce nouveau formalisme.

$$r_{gb}^s = R_0^* + Q \sum_{u=1}^{12} h^{su} (1 - e^{-bp^u})$$

$$R_0^* = r_0^* + \frac{k^*}{\sqrt{d_{gb}}} \quad (4.6)$$

$k^*$  est à nouveau un coefficient d'écroissage constant mais relatif ici à la distance au joint de grain  $d_{gb}$  ( $gb$  signifie grain boundary). La figure 4.8 présente de manière schématique et sur un cas simple en 2D cette notion de distance au joint de grain pour chaque élément.

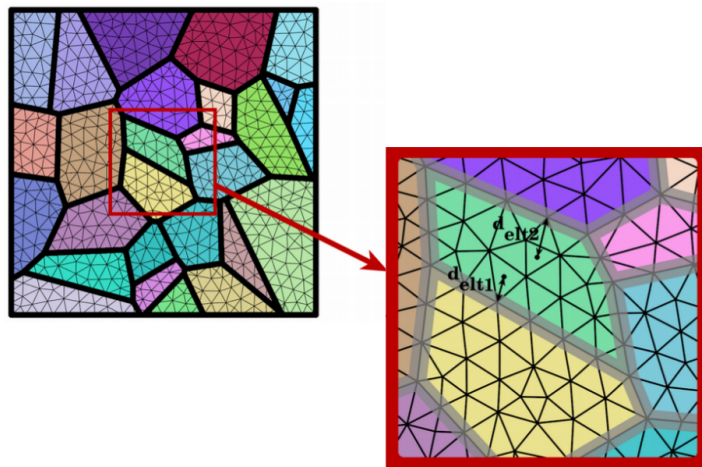


FIGURE 4.8 – Distance au joint de grain  $d_{gb}$  en 2D : une distance entre chaque élément et le joint de grain le plus proche est calculée.

### Approche quasi-physique

L'approche de Tabourot [103, 155, 156] est dite quasi-physique car elle repose sur la prise en compte de l'évolution de la densité de dislocations au cours de la déformation. Cette variable interne intervient ensuite dans le calcul de la cission résolue critique ce qui modifie l'écroissage du matériau. Les résultats présentés ici sont relatifs à une implémentation en grandes déformations du modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot (parfois noté uniquement Tabourot dans les prochains paragraphes). De plus amples informations sur les grandes déformations et sur cette implémentation de la loi peuvent être trouvées dans les travaux de C.N. Nguyen [113] et de N. Osipov [157].

De la même manière que pour le modèle de Méric-Cailletaud, la condition d'activation du glissement sur le système  $s$  est donnée par la loi de Schmid :

$$|\tau^s| \geq \tau_c^s$$

$$\text{avec } \tau_c^s = \frac{1}{2} [l^s \otimes n^s] : \sigma \quad (4.7)$$

$\tau^s$  et  $\tau_c^s$  correspondent respectivement à la cission résolue et la cission résolue critique sur le système  $s$ .

La loi d'écoulement est de type puissance :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left( \frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (4.8)$$

$\dot{\gamma}_0$  est la vitesse de glissement initiale et  $m$  est l'exposant de sensibilité à la vitesse de glissement.

Pour la relation associée à la cission résolue critique  $\tau_c^s$ , deux choix s'offrent à nous : considérer un effet moyen de l'influence des dislocations les unes sur les autres et dans ce cas un coefficient de proportionnalité  $\alpha$  est utilisé (eq. 4.9 – avec  $\alpha \approx 0,3-0,5$ ) ; ou bien conserver une relation générale dans laquelle on fait intervenir une matrice d'écrouissage  $d^{su}$  (eq. 4.10).  $d^{su}$  représente l'écrouissage relatif aux interactions des dislocations du système  $s$  avec celles du système  $u$ . Si  $s \neq u$  on parle d'écrouissage latent et d'auto-écrouissage lorsque  $s = u$ .

$$\tau_c = \alpha \mu b \sqrt{\sum_{s=1}^N \rho^s} \quad (4.9)$$

$$\tau_c^s = \mu b \sqrt{\sum_{u=1}^N d^{su} \rho^u} \quad (4.10)$$

L'équation 4.9 correspond à la relation de Taylor [106, 107] tandis que l'équation 4.10 en est la forme généralisée à l'échelle du système  $s$  de glissement considéré.

La loi d'évolution de la densité de dislocations est donnée par l'équation 4.11 à partir de l'équation proposée par Essmann et Mughrabi [108] :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left( \frac{\sqrt{\sum_{u=1}^N a^{su} \rho^u}}{K} - 2\gamma_c \rho^s \right) \dot{\gamma}^s \quad (4.11)$$

Avec  $a^{su}$  la matrice d'interactions/d'immobilisation liée à l'influence des dislocations de type forêt du système  $u$  sur les dislocations du système  $s$ .  $K$  est un facteur de proportionnalité entre le libre parcours moyen d'une dislocation et les dislocations de la forêt.  $\gamma_c = R\beta$  est un terme d'annihilation des dislocations. Il est homogène à une distance moyenne d'annihilation avec  $R$  le rayon de capture et  $\beta$  un facteur correctif (l'annihilation de deux dislocations n'étant jamais parfaite).

L'équation 4.11 peut être réécrite afin de faire apparaître le libre parcours moyen des dislocations  $L^s$  :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left( \frac{1}{L^s} - 2y_c \rho^s \right) \dot{\gamma}^s$$

$$\text{avec } L^s = \frac{K}{\sqrt{\sum_{u=1}^N a^{su} \rho^u}} \quad (4.12)$$

Cette loi étant basée sur des variables physiques, une attention toute particulière doit être accordée à l'identification des paramètres matériau et au regard des valeurs obtenues. Ainsi, la distance d'annihilation  $y_c$  ne doit pas être éloignée, en terme d'ordre de grandeur, de plus de quelques fois le vecteur de Burgers, tout comme les matrices d'écroissage/d'interactions doivent être obtenues sur la base d'une étude précise des mécanismes de plasticité (simulation par dynamique des dislocations par exemple ou revue bibliographique).

#### Prise en compte de la taille de grains

Dans sa forme originale, la loi de Teodosiu-Raphanel-Tabourot ne présente qu'un effet de taille moyen : le libre parcours moyen des dislocations  $L^s$  n'est modulé ni par la taille du grain considéré, ni par une distance au joint de grain. Cependant, suivant les travaux de Ashby [1], Lefebvre [115] et Keller *et al.* [121], un terme en  $\frac{k}{d}$  peut être introduit dans la loi d'évolution de la densité de dislocations afin de prendre en compte les effets de taille.

Si l'on introduit uniquement un terme en  $\frac{k}{d}$ , de manière analogue aux travaux de Lefebvre [115], l'équation d'évolution de la densité de dislocations devient :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left( \max \left( \frac{1}{L^s}, \frac{k}{d} \right) - 2y_c \rho^s \right) \dot{\gamma}^s \quad (4.13)$$

Ce terme permet de moduler l'écroissage en fonction de la taille de grains mais présente deux inconvénients :

- il ne modifie pas la limite d'élasticité,
- il ne dépend pas de la déformation alors que l'effet de taille de grains (associé à la formation de GND) est maximal en début de plasticité [1].

La figure 4.9 illustre ces observations grâce aux résultats obtenus par S. Lefebvre [115] dans son manuscrit de thèse sur des échantillons de cuivre.

Afin de mieux modéliser les effets de taille, notamment associés à la formation de GND en début de plasticité, la loi d'évolution suivante est proposée :

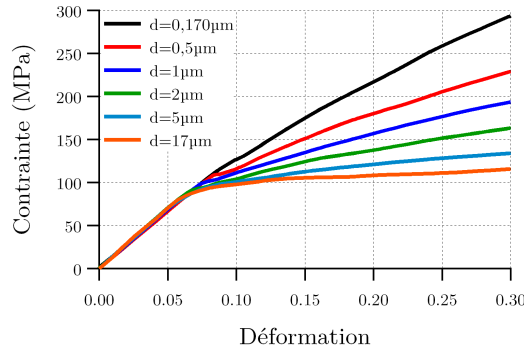


FIGURE 4.9 – Courbes contrainte-déformation obtenues avec l’approche S. Lefebvre basée sur une loi quasi-physique [103] modifiée afin de tenir compte des effets de taille [115].

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left( \frac{1}{L^s} + \frac{k^*}{d_g} \left( 1 - \min \left( 1, \frac{\rho^s}{\rho^{sat}} \right) \right) - 2y_c \rho^s \right) \dot{\gamma}^s \quad (4.14)$$

$$\text{avec } \rho^{sat} = \frac{k^*}{b d_g} \varepsilon^{sat}$$

Par rapport à l’équation constitutive initiale, un terme relatif à la contribution des joints de grains à l’écrouissage est ajouté. Ce terme en  $\frac{k^*}{d_g}$  (basé sur les travaux de Ashby [1]) représente la formation de GND dans les régions proches des joints de grains. La formation de GND n’intervenant principalement qu’aux premiers instants de la déformation, ce terme est modulé par un terme saturant  $\rho^{sat}$ . Cette densité de dislocations saturante repose sur la taille de grain  $d_g$  ainsi que sur un niveau de déformation saturant donné  $\varepsilon^{sat}$ .

La figure 4.10 présente des résultats préliminaires obtenus avec ce formalisme sur un cas simple résolu sur un point d’intégration (*i.e.* sans prise en compte des orientations).

La taille de grain est calculée de la même manière que pour le modèle de Méric-Cailletaud modifié selon le schéma présenté à la figure 4.7.

### Prise en compte de la distance aux joints de grains

De manière analogue, on peut affiner cet effet des joints de grains sur l’écrouissage en tenant compte de la distance au joint de grain (*cf.* figure explicative 4.8).

Il s’agit de la même expression qu’à l’équation 4.14, en remplaçant simplement  $d_g$  par  $d_{gb}$  :



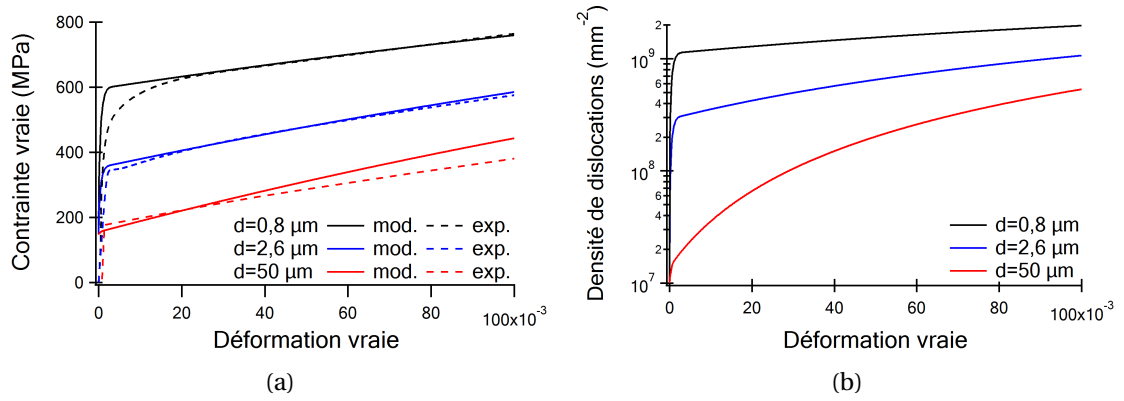


FIGURE 4.10 – Courbes (a) contrainte-déformation et (b) densité de dislocations-déformation obtenues avec le modèle de Kocks-Mecking analytique [158] modifié afin de tenir compte des effets de taille en suivant le formalisme de l'équation 4.14.

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left( \frac{1}{L^s} + \frac{k^*}{d_{gb}} \left( 1 - \min \left( 1, \frac{\rho^s}{\rho^{sat}} \right) \right) - 2\gamma_c \rho^s \right) \dot{\gamma}^s \quad (4.15)$$

$$\text{avec } \rho^{sat} = \frac{k^*}{bd_{gb}} \varepsilon^{sat}$$

## 4.2 Identification des paramètres matériau

### 4.2.1 Processus d'identification

Dans les lois de comportement présentées précédemment, de nombreux paramètres sont propres au matériau considéré et doivent être identifiés. Cette étape d'identification est présentée dans les paragraphes suivant sur la base de la loi de Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grains. Même si les paramètres matériaux diffèrent de ceux de la loi de Teodosiu-Raphanel-Tabourot, le processus d'identification reste similaire et, pour un souci de synthèse, seule l'identification relative à la loi de Méric-Cailletaud modifiée est présentée.

**Paramètres d'élasticité** En première approximation, on pose l'hypothèse de l'élasticité isotrope. Les paramètres associés sont ceux classiquement utilisés pour un acier inoxydable austénitique :

- Module de Young :  $E = 200 \text{ GPa}$
- Coefficient de Poisson :  $\nu = 0.3$

**Paramètres n'intervenant pas dans les effets de taille** Dans le modèle de Méric-Cailletaud, les paramètres matériau  $Q$ ,  $b$ ,  $h^{su}$ ,  $K$  et  $n$  sont communs à tous les grains (quelle que soit leur taille) dans l'équation constitutive décrivant l'écroutissage isotrope.

$Q$  et  $b$  décrivent la saturation de l'écrouissage isotrope. Ces deux paramètres sont identifiés à l'aide d'une courbe de traction expérimentale obtenue à la suite d'un essai de traction sur une éprouvette d'acier inoxydable 316L avec une taille de grains moyenne et conventionnelle de  $50 \mu m$ . La figure 4.11 présente la courbe numérique après identification des paramètres ainsi que la courbe expérimentale associée (après une traction monotone à une déformation totale de 5%). La figure 4.11 présente également l'agrégat polycristallin utilisé (125 grains équiaxes) pour l'identification des paramètres matériau n'intervenant pas dans les effets de taille.

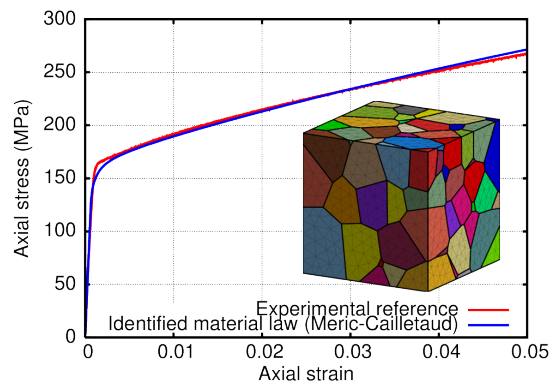


FIGURE 4.11 – Courbes de traction expérimentale et numérique après identification des paramètres matériau globaux.

Dans les aciers inoxydables austénitiques et plus généralement dans les matériaux CFC à température ambiante, le mouvement des dislocations a lieu sur les systèmes de glissement octaédriques (*i.e.* sur les plans  $\{111\}$  et le long des directions  $\langle 110 \rangle$ ). Au sein de la matrice d'interaction  $h^{su}$ , cela se traduit par seulement 6 coefficients indépendants caractérisant les interactions intragranulaires entre les 12 systèmes de glissement.  $h^{su}$  est défini comme suit :

- Selon Franciosi [159] : les termes diagonaux décrivent l'auto-écrouissage (*i.e.* interactions entre dislocations d'un même système) tandis que les termes extra-diagonaux sont relatifs à l'écrouissage latent (*i.e.* interactions entre dislocations de différents systèmes de glissement).
- On peut distinguer en particulier :
  - $h_1 - h_{SH}$  : auto-écrouissage (Self-Hardening - SH),
  - $h_2 - h_{CP}$  : interactions coplanaires (CoPlanar interactions - CP),
  - $h_3 - h_{HL}$  : verrous de Hirth (Hirth Locks - HL),
  - $h_4 - h_{CS}$  : glissement dévié (Cross-Slip interactions - CS),
  - $h_5 - h_{GJ}$  : jonctions glissiles (Glissile Junctions - GJ),
  - $h_6 - h_{LC}$  : verrous de Lomer-Cottrel (Lomer-Cottrel locks - LC).

$$h^{su} = \begin{pmatrix} h_1 & h_2 & h_2 & h_4 & h_5 & h_5 & h_5 & h_6 & h_3 & h_5 & h_3 & h_6 \\ h_2 & h_1 & h_2 & h_5 & h_3 & h_6 & h_4 & h_5 & h_5 & h_5 & h_6 & h_3 \\ h_2 & h_2 & h_1 & h_5 & h_6 & h_3 & h_5 & h_3 & h_6 & h_4 & h_5 & h_5 \\ h_4 & h_5 & h_5 & h_1 & h_2 & h_2 & h_6 & h_5 & h_3 & h_6 & h_3 & h_5 \\ h_5 & h_3 & h_6 & h_2 & h_1 & h_2 & h_3 & h_5 & h_6 & h_5 & h_5 & h_4 \\ h_5 & h_6 & h_3 & h_2 & h_2 & h_1 & h_5 & h_4 & h_5 & h_3 & h_6 & h_5 \\ h_5 & h_4 & h_5 & h_6 & h_3 & h_5 & h_1 & h_2 & h_2 & h_6 & h_5 & h_3 \\ h_6 & h_5 & h_3 & h_5 & h_5 & h_4 & h_2 & h_1 & h_2 & h_3 & h_5 & h_6 \\ h_3 & h_5 & h_6 & h_3 & h_6 & h_5 & h_2 & h_2 & h_1 & h_5 & h_4 & h_5 \\ h_5 & h_5 & h_4 & h_6 & h_5 & h_3 & h_6 & h_3 & h_5 & h_1 & h_2 & h_2 \\ h_3 & h_6 & h_5 & h_3 & h_5 & h_6 & h_5 & h_5 & h_4 & h_2 & h_1 & h_2 \\ h_6 & h_3 & h_5 & h_5 & h_4 & h_5 & h_3 & h_6 & h_5 & h_2 & h_2 & h_1 \end{pmatrix}$$

Une identification précise des coefficients de la matrice  $h^{su}$  requiert des essais de traction spécifiques (sur des monocristaux) ou des simulations (en utilisant, par exemple, la dynamique des dislocations). Des travaux ont également proposé une procédure d'identification de ces coefficients sur la base d'essais d'indentation avec une bonne corrélation entre essais expérimentaux et résultats numériques [160]. La sensibilité des résultats de simulation aux coefficients de la matrice d'interactions est accrue dans le cas de chargements mécaniques complexes (tels que des essais combinés traction - cisaillement par exemple). C. Gérard a en particulier montré que les ordres de grandeur des coefficients relatifs aux interactions colinéaires et aux verrous de Hirth pouvaient être très différents de ceux des autres interactions dans le cas de chargements non-proportionnels [161–163]. Dans notre cas, des études préliminaires ont montré une faible influence de ces coefficients sur le comportement en traction simple. C'est pourquoi, dans ce travail, les coefficients  $h^{su}$  sont repris du travail de Méric *et al.* sur du cuivre CFC [93]. On peut noter que les valeurs de  $h^{su}$  données dans ces travaux [93] respectent la force théorique des interactions entre dislocations :  $h_{SH} \leq h_{CP} \simeq h_{HL} \simeq h_{CS} \simeq h_{GJ} \leq h_{LC}$ .

L'effet visqueux est décrit par  $K$  et  $n$  (paramètres relatifs à la viscosité de Norton) qui sont fixés de telle manière à limiter la sensibilité du modèle à la vitesse de déformation. La viscosité est utilisée ici pour assurer une bonne stabilité numérique au cours du calcul.

L'intégralité des paramètres matériau globaux peuvent être retrouvés dans la table 4.1.

TABLEAU 4.1 – Paramètres matériau globaux et relatifs à l'élasticité.

$E$ (GPa)	$\nu$	$Q$ (MPa)	$b$	$K$ (MPa.s $^{\frac{1}{n}}$ )	$n$
200	0.3	10	9.06	9	24
$h_{SH}$	$h_{CP}$	$h_{HL}$	$h_{CS}$	$h_{GJ}$	$h_{LC}$
$h_1$	$h_2$	$h_3$	$h_4$	$h_5$	$h_6$
1.00	4.40	4.75	4.75	4.75	5.00

**Paramètres intervenant dans la prise en compte de la taille de grains** Une autre stratégie d'identification est nécessaire pour les paramètres matériau intervenant dans la prise

en compte de la taille de grains. Ces termes locaux sont ceux qui diffèrent d'un grain à un autre. On s'intéresse ici, en particulier, au terme  $R_0^*$ . Au sein de l'expression de  $R_0^*$  (éq. 4.5),  $r_0^*$  et  $k^*$  sont homogènes à l'ensemble des grains et seul  $d_g$  dépend de la taille du grain considéré.  $d_g$  est calculé sur la base du volume de chaque grain en 3D (resp. la surface en 2D) et sur l'hypothèse que les grains sont des sphères (resp. des disques).

Si  $V_g$  est le volume d'un grain d'un agrégat 3D, alors :

$$d_g = \left( \frac{6V_g}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (4.16)$$

$r_0^*$  est calculé sur l'hypothèse que le début de la plasticité à l'échelle du grain est liée à la plasticité généralisée (*i.e.* macroscopique - à l'échelle de l'agrégat) au travers du coefficient de Taylor (donné ici dans le cas de matériaux sans texture cristallographique) comme dans l'équation 4.17.

$$r_0^* = \frac{r_{0 \text{ macro}}}{M_{Taylor}} \quad \text{avec} \quad M_{Taylor} = 3.06 \quad (\text{matériau isotrope}) \quad (4.17)$$

Pour l'acier AISI 316L, différentes valeurs de  $r_{0 \text{ macro}}$  sont données dans la littérature [12, 33]. Ici,  $r_{0 \text{ macro}} = 105$  MPa en accord avec de précédents travaux expérimentaux [33].

$k^*$  est identifié numériquement à l'aide de quatre agrégats polycristallins différents. La figure 4.12 montre à la fois les microstructures et les courbes associées utilisées pour l'identification de  $k^*$ . Pour ces agrégats la morphologie et l'orientation cristallographique des grains restent identiques et seule la taille de grains moyenne varie. Plusieurs calculs successifs ont été réalisés afin d'identifier la valeur de  $k^*$ . Pour chaque valeur de  $k^*$ ,  $\sigma_{0,2\%}$  est récupérée pour les quatre tailles de grains afin de tracer la relation de Hall-Petch (fig. 4.12). La pente de ce tracé est ensuite calculée et comparée à la valeur de  $k_{\text{macro}}$  donnée par [33] : si les deux valeurs sont proches, alors  $k^*$  est identifié.

Les valeurs identifiées de ces termes locaux sont résumées dans la table 4.2.

TABLEAU 4.2 – Paramètres matériau intervenant dans la prise en compte de la taille de grains.

$d_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_0^*$ (MPa)	$k^*$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ )
propre au grain	34.3	200

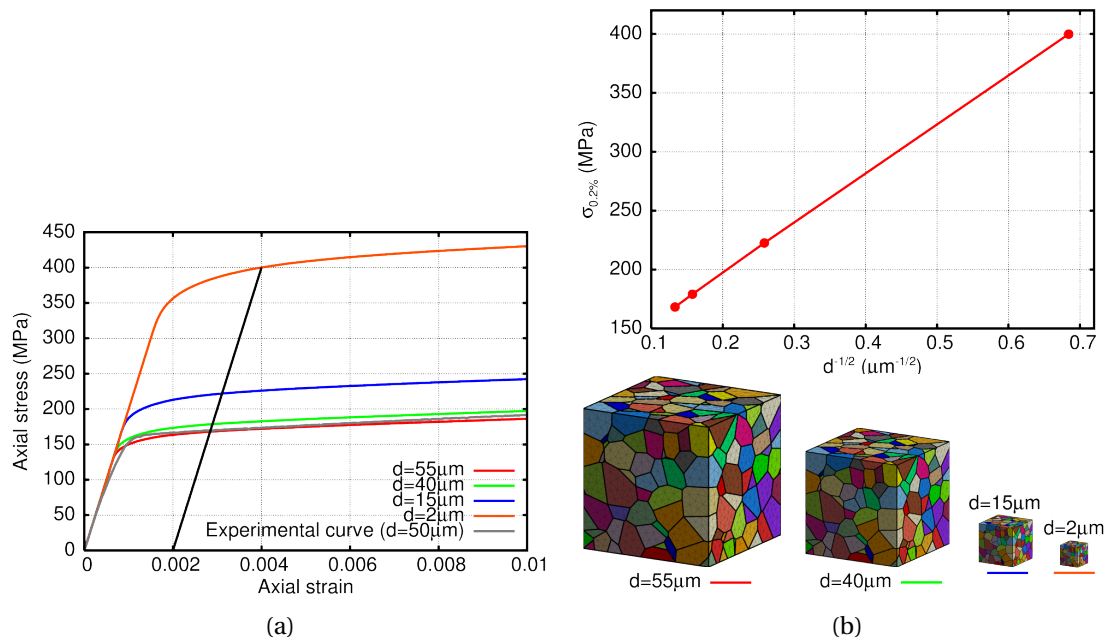


FIGURE 4.12 – Processus d’identification de  $k^*$  : (a) Courbes de traction pour 4 tailles de grains différentes avec  $k^*$  fixé. (b) Graphe de Hall-Petch et agrégats polycristallins utilisés pour l’identification. La pente du graphe de Hall-Petch obtenu à partir des courbes de traction numériques est comparée à la valeur expérimentale macroscopique afin de valider l’identification de  $k^*$ .

#### 4.2.2 Paramètres matériau identifiés

Cette sous-section ne présente que les paramètres matériau identifiés pour les différentes lois de comportement utilisées dans ces travaux. Ceux-ci sont regroupés sous la forme de tableaux afin de faciliter la lecture et une éventuelle réutilisation future.

##### Modèle de Méric-Cailletaud

Les paramètres matériau identifiés dans le cadre des lois Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grains et de la distance aux joints de grains sont présentés, respectivement, aux tableaux 4.3 et 4.4. Les paramètres de la matrice d’interactions  $h^{su}$  viennent du travail de Méric *et al.* sur du cuivre monocristallin [93].

##### Modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot

Les paramètres matériau identifiés dans le cadre des lois Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains et de la distance aux joints de grains sont présentés, respectivement, aux tableaux 4.5 et 4.6. Les paramètres des matrices d’interactions/écrouissage  $a^{su}/d^{su}$  sont extraits des travaux récents de C. Ling sur de l’acier inoxydable 316L [164].

TABLEAU 4.3 – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains.

Paramètres d'élasticité					
$E$ (GPa)			$\nu$		
200			0.3		
Termes viscoplastique globaux					
	$Q$ (MPa)	$b$	$K$ (MPa.s <sup><math>\frac{1}{n}</math></sup> )	$n$	
	10	9.06	9	24	
$h_{SH}$	$h_{CP}$	$h_{HL}$	$h_{CS}$	$h_{GJ}$	$h_{LC}$
$h_1$	$h_2$	$h_3$	$h_4$	$h_5$	$h_6$
1.00	4.40	4.75	4.75	4.75	5.00
Termes viscoplastique locaux					
$d_g$ ( $\mu\text{m}$ )		$r_0^*$ (MPa)		$k^*$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ )	
propre au grain		34.3		200	

TABLEAU 4.4 – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec un effet de distance aux joints de grains.

Paramètres d'élasticité					
$E$ (GPa)			$\nu$		
200			0.3		
Termes viscoplastique globaux					
	$Q$ (MPa)	$b$	$K$ (MPa.s <sup><math>\frac{1}{n}</math></sup> )	$n$	
	10	9.06	9	24	
$h_{SH}$	$h_{CP}$	$h_{HL}$	$h_{CS}$	$h_{GJ}$	$h_{LC}$
$h_1$	$h_2$	$h_3$	$h_4$	$h_5$	$h_6$
1.00	4.40	4.75	4.75	4.75	5.00
Termes viscoplastique locaux					
$d_{gb}$ ( $\mu\text{m}$ )		$r_0^*$ (MPa)		$k^*$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ )	
propre à l'élément		34.3		70	

TABLEAU 4.5 – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec effet de taille de grains.

Paramètres d'élasticité					
$E$ (GPa) 200			$\nu$  0.3		
Termes viscoplastiques globaux					
$\dot{\gamma}_0$	$m$ (MPa)	$\mu u$ (MPa)	$K$ (MPa.s $^{\frac{1}{n}}$ )	$b$ (m)	$y_c$ (m)
0.001	0.067	66000	25	$2.54.10^{-10}$	$1.32.10^{-9}$
$a_{SH}$	$a_{CP}$	$a_{HL}$	$a_{CS}$	$a_{GJ}$	$a_{LC}$
$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	$a_5$
0.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
$d_{SH}$	$d_{CP}$	$d_{HL}$	$d_{CS}$	$d_{GJ}$	$d_{LC}$
$d_0$	$d_1$	$d_2$	$d_3$	$d_4$	$d_5$
0.124	0.124	0.07	0.625	0.137	0.122
Termes viscoplastiques locaux					
$d_g$ ( $\mu\text{m}$ ) propre au grain		$r^{sat}$		$k^*$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ )	
		0.0015		100	

TABLEAU 4.6 – Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec effet de distance aux joints de grains.

Paramètres d'élasticité					
$E$ (GPa) 200			$\nu$  0.3		
Termes viscoplastiques globaux					
$\dot{\gamma}_0$	$m$ (MPa)	$\mu u$ (MPa)	$K$ (MPa.s $^{\frac{1}{n}}$ )	$b$ (m)	$y_c$ (m)
0.001	0.067	66000	25	$2.54.10^{-10}$	$1.32.10^{-9}$
$a_{SH}$	$a_{CP}$	$a_{HL}$	$a_{CS}$	$a_{GJ}$	$a_{LC}$
$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	$a_5$
0.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
$d_{SH}$	$d_{CP}$	$d_{HL}$	$d_{CS}$	$d_{GJ}$	$d_{LC}$
$d_0$	$d_1$	$d_2$	$d_3$	$d_4$	$d_5$
0.124	0.124	0.07	0.625	0.137	0.122
Termes viscoplastiques locaux					
$d_{gb}$ ( $\mu\text{m}$ ) propre à l'élément		$r^{sat}$		$k^*$ (MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ )	
		0.002		15	

## 4.3 Synthèse

Le processus de génération de microstructures a été détaillé ainsi que les algorithmes utilisés. Les agrégats polycristallins uni- et bimodaux ainsi générés et maillés vont ensuite pouvoir être utilisés dans des calculs éléments finis dont les résultats seront présentés dans le chapitre suivant. Les lois de comportement modifiées pour prendre en compte les effets de taille et donc le caractère bimodal des microstructures vont être appliquées sur tout un ensemble de microstructures. Celles-ci, présentant des tailles de grains, fractions volumiques et morphologies de populations différentes, vont permettre une étude détaillée de l'effet de ces différents paramètres microstructuraux sur le comportement macroscopique et local de ces agrégats.





# 5

## Analyses numériques

D'après la littérature sur la modélisation numérique, peu de travaux ont été menés sur les distributions bimodales de taille de grains, notamment en champs complets. L'analyse des résultats préliminaires obtenus par simulation numérique doit permettre de compléter les analyses expérimentales réalisées. La modélisation peut ainsi appuyer certaines observations expérimentales et permettre d'identifier les configurations les plus propices au compromis résistance mécanique / ductilité recherché. Par extension, elle pourra aussi constituer un outil pour guider l'ingénierie de matériaux bimodaux.

Afin de limiter l'influence d'artefacts numériques sur les résultats, une première étape préliminaire consiste à définir un maillage, des conditions limites et un volume élémentaire représentatif pour les agrégats bimodaux considérés. On s'intéresse ensuite à l'influence de divers paramètres microstructuraux sur le comportement mécanique des alliages bimodaux.

Une majeure partie des analyses présentées ici sont réalisées avec le modèle phénoménologique de Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grains. Des études plus approfondies avec, notamment, des modèles à variables internes sont également présentées et une dernière partie s'intéresse à la comparaison des résultats en fonction des différentes lois de comportement. Le tableau [5.1](#) présente les différents agrégats modélisés.

TABLEAU 5.1 – Agrégats uni- et bimodaux modélisés.

Dim. modèle	Uni- ou Bimodal	Nb. grains	Nb. CG	Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )		Ratio de taille CG/(U)FG	Fract. vol. CG	Ori. CG
				(U)FG	CG			
2D-ext.	Unimodal	400	0	0,5	/	/	0%	/
				2	/	/		/
				5	/	/		/
				10	/	/		/
				20	/	/		/
				55	/	/		/
	Bimodal	85	1	2	10	5	20%	[001] [123]
				418	9	2	10	5
		734	9	2	10	5	20%	[001] [123] aléa. aléa.
				0,5	2,5			
		921	9	2	10	5	17%	[001] [123] aléa. aléa.
				0,5	2,5			
		1642	9	2	20	10	30%	aléa.
		2907	9	2	20	10	20%	aléa.
				0,5	5			
		3656	9	2	20	10	16%	aléa.
0,5	5							
765	9	2	10	5	20%	[001] [123]		
2125	25	2	10	5	20%	[001] [123]		
566	9	0,5	5	10	47%	[001]		
175	9	0,5	2,5	5	41%	aléa.		
		2	10					
171	9	0,5	2,5	5	44%	aléa.		
179	9	0,5	2,5	5	40%	aléa.		
560	9	2	20	10	46%	aléa.		
3D	Unimodal	343	0	0,5	/	/	0%	/
				2,5	/	/		/
				70	/	/		/
Bimodal	960	10	2,5	12,5	5	24%	aléa.	

UFG : UltraFine Grain - FG : Fine Grain - CG : Coarse Grain ; aléa. = aléatoire.

## 5.1 Analyses préliminaires

### 5.1.1 De la nécessité de la plasticité cristalline

Dans sa conception initiale, la motivation d'un polycristal bimodal est de combiner deux populations de grains, distinctes par leurs tailles moyennes de grains et donc par leurs propriétés mécaniques, pour tenter de trouver une solution de compromis entre résistance mécanique et ductilité. Il s'agit donc d'une motivation comparable à celle de la conception d'un composite biphasé. La question peut donc être posée de la nécessité d'une approche à champs complets en plasticité cristalline pour déterminer les propriétés effectives (macroscopiques) d'un polycristal à deux populations de tailles de grains : chaque population pourrait en première approche être considérée comme une phase aux propriétés isotropes et homogènes plutôt que comme un milieu polycristallin fortement hétérogène.

Cette approche est dite du modèle composite macro-homogène (MH) : elle consiste à prendre en compte explicitement la microstructure composite et à attribuer à chaque phase les propriétés effectives (homogènes et isotropes) de la population polycristalline qu'elle représente, respectivement UFG et CG. La figure 5.1 présente de façon schématique le même agrégat bimodal avec un modèle macro-homogène et un modèle de plasticité cristalline.

Cette section préliminaire propose une analyse comparative des propriétés effectives et des champs locaux obtenus en plasticité cristalline ou avec le modèle macro-homogène pour déterminer la pertinence et les limites de l'approche macro-homogène.

Toute la suite des analyses sera basée sur des essais de traction simple en déformation totale imposée de 1%. Les principales grandeurs utilisées seront la déformation axiale  $\epsilon_{33}$  et la contrainte axiale  $\sigma_{33}$ , que l'on désignera simplement par "déformation" et "contrainte".

#### Echelle macroscopique

L'analyse des propriétés effectives est basée sur les limites d'élasticité obtenues pour les différentes tailles de (U)FG et ratios de tailles présentés dans le tableau 5.1 dans le cas bimodal 2D-extrudé. Les résultats sont présentés en figure 5.2, pour chaque couple de tailles données, dans un diagramme en fonction de la fraction volumique de CG en y ajoutant la borne supérieure issue de l'hypothèse de Voigt (loi des mélanges linéaire).

Dans l'ensemble les limites d'élasticité sont proches de la borne de Voigt et celle-ci peut être considérée comme une bonne première approximation, en déformation imposée tout du moins. Concernant la différence de prédiction entre modèle MH et modèle CP, celle-ci est négligeable pour un petit ratio de taille de grains mais tend à augmenter significativement avec la fraction volumique de CG pour les 2 combinaisons UFG/CG avec un ratio de 10. Cet effet est *a priori* à associer à la présence de clusters de CG pour les plus grandes fractions volumiques de CG ; pour les petites fractions, les CG sont présents essentiellement sous forme d'inclusions isolées et la configuration rejoint celle d'un schéma dilué dans un pro-

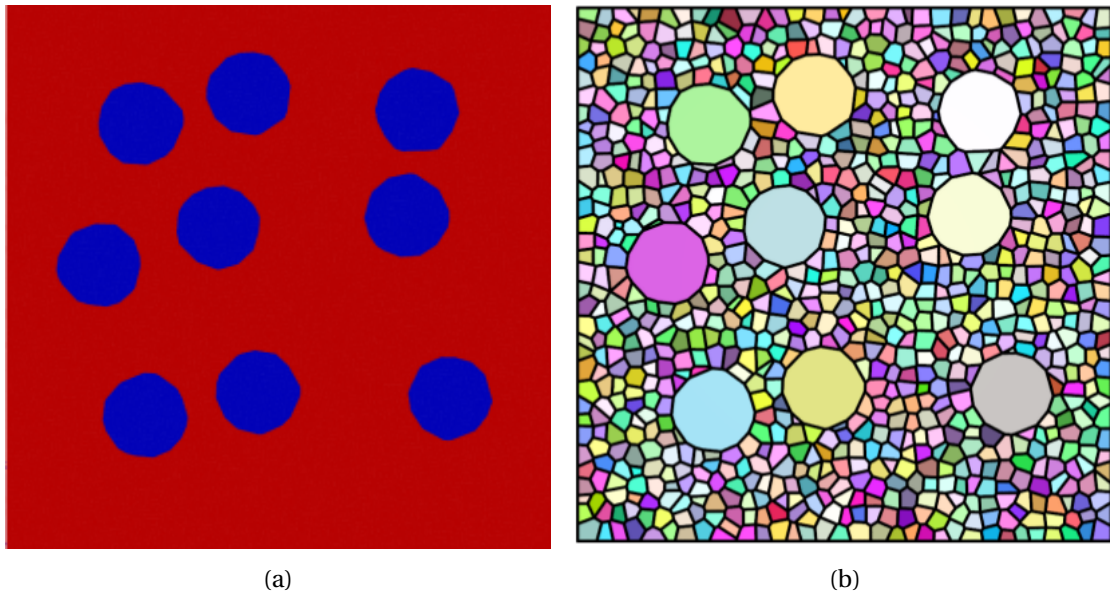


FIGURE 5.1 – Représentation schématique du même agrégat bimodal avec (a) un modèle macro-homogène constitué de deux matériaux différents et (b) un modèle polycristallin dans lequel chaque grain possède une orientation cristallographique et une taille de grain donnée.

blème d'homogénéisation.

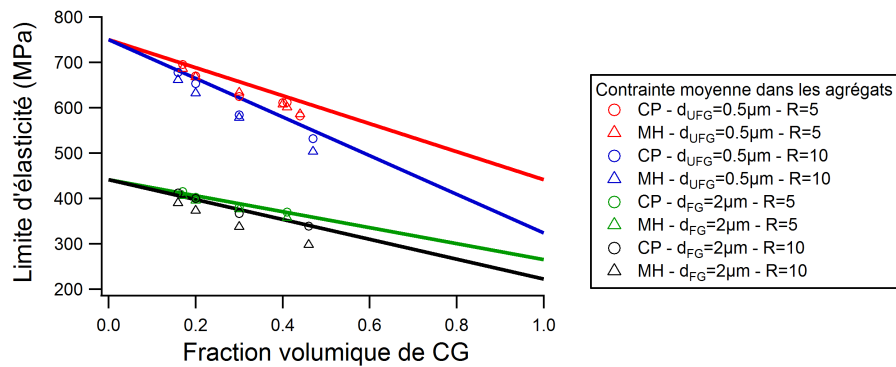


FIGURE 5.2 – Limite d'élasticité en fonction de la fraction volumique de CG pour les agrégats bimodaux utilisés dans ces travaux. Les bornes de Voigt sont également représentées pour chaque couple (U)FG - CG. CP = Crystal Plasticity; MH = Macro-Homogeneous.

### Echelle du comportement moyen par phase (UFG ou CG)

Pour l'analyse à l'échelle des propriétés moyennes par phase, nous choisissons deux mesures basées sur les réponses moyennes dans la phase CG : respectivement la déformation axiale  $\langle \varepsilon \rangle_{CG}$  et la contrainte axiale  $\langle \sigma \rangle_{CG}$ . Ces mesures sont normalisées par les réponses moyennes du polycristal ( $\langle \varepsilon \rangle_{PX}$  et  $\langle \sigma \rangle_{PX}$ ).

Les résultats sont présentés dans la figure 5.3 en fonction de la fraction volumique de CG, pour deux tailles de (U)FG (0,5 et 2  $\mu m$ ) et deux ratios (5 et 10). Les contraintes moyennes obtenues par modèle MH ou modèle CP sont très proches, et ce quelles que soient les fractions volumiques de CG considérées. Les déformations moyennes sont quant à elles légèrement plus sensibles au ratio de taille de grains entre les deux populations en fonction de la loi de comportement utilisée; cette sensibilité ne semble cependant pas dépendre de la fraction volumique de CG, contrairement aux propriétés effectives.

### Echelle intragranulaire

Les champs de déformation et contrainte pour un cas bimodal avec un ratio de taille de 5 et une matrice constituée de grains de  $d=0,5 \mu m$  sont présentés à la figure 5.4. Les champs obtenus en plasticité cristalline (figs. 5.4c et 5.4d) y sont comparés à ceux obtenus avec le modèle composite macro-homogène (figs. 5.4a et 5.4b). A l'inverse des réponses macroscopiques, qui restent proches d'un modèle à l'autre, la prise en compte du caractère polycristallin de chaque population de grains a une forte influence sur les champs locaux. L'apparition de bandes de déformation n'est visible que dans le cas de la plasticité cristalline. De même, seule la plasticité cristalline semble capable d'apporter des réponses concernant les hétérogénéités locales de contraintes. Le modèle macro-homogène rend compte des concentrations de contrainte entre CG et matrice (U)FG ainsi que des canaux de faible contrainte entre CG dans la direction de traction mais les hétérogénéités locales ne tiennent pas compte des orientations cristallographiques.

#### 5.1.2 Problème d'un unique CG dans une matrice UFG

Afin de mieux comprendre l'influence des orientations cristallographiques et des tailles de grains effectives sur le comportement mécanique des systèmes bimodaux, trois microstructures bimodales avec un unique grain central de type CG sont générées (cf. fig. 5.5). La figure 5.5 présente les courbes de traction de trois agrégats polycristallins avec des orientations cristallographiques qui diffèrent à la fois dans le CG ([001] ou [123]) et dans les grains de la matrice UFG. Dans ce dernier cas, seules les orientations cristallographiques changent : les grains UFG conservent leur position, leur forme et leur taille entre les différents calculs. On observe une légère influence des orientations cristallographiques sur les propriétés mécaniques effectives des agrégats considérés.

La figure 5.6 présente les fonctions de densité de probabilités (Probability Density Functions (PDF)) de la déformation axiale  $\rho(\varepsilon_{33})$  (fig. 5.6a) et de la contrainte axiale  $\rho(\sigma_{33})$  (fig. 5.6b)

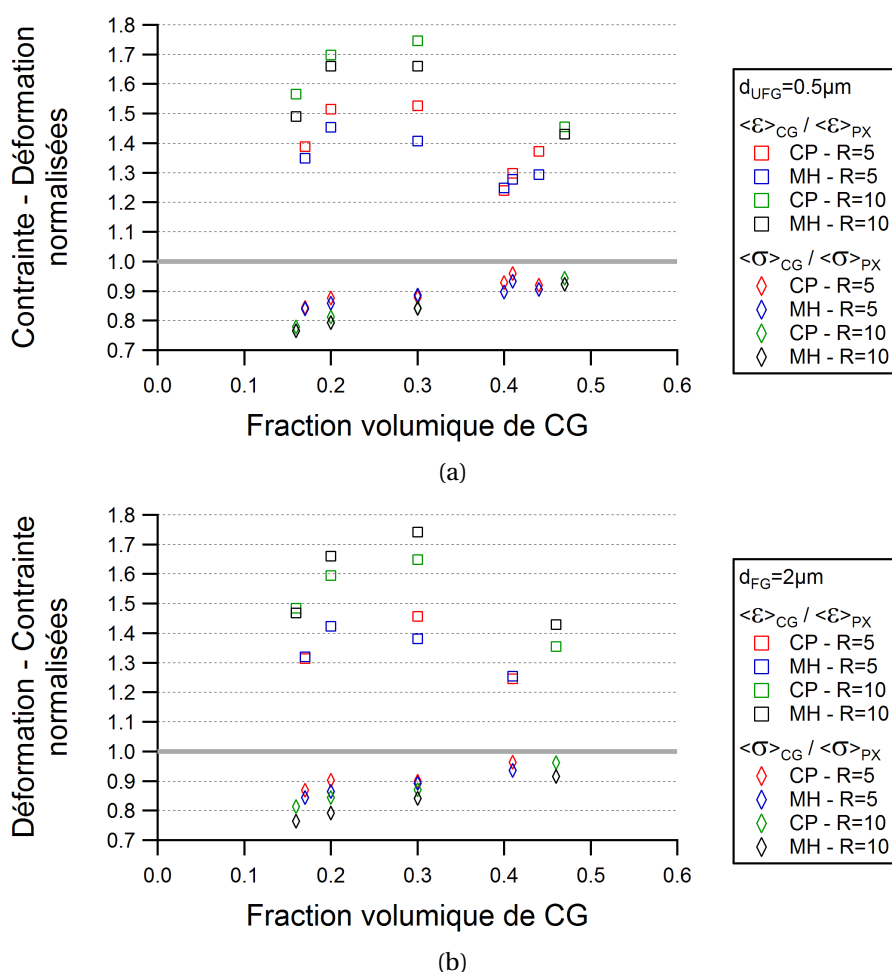


FIGURE 5.3 – Contrainte et déformation moyennes normalisées en fonction de la fraction volumique de CG pour les agrégats bimodaux utilisés dans ces travaux. Résultats obtenus pour une taille de grains moyenne de la matrice (U)FG de (a)  $0,5 \mu m$  et de (b)  $2 \mu m$ . PX = Polycrystal; CG = Coarse Grains; CP = Crystal Plasticity; MH = Macro-Homogeneous.

pour les agrégats présentés figure 5.5. Ces PDF sont calculées sur la base des valeurs de déformation et contrainte aux points d'intégration du modèle. On peut les voir comme des instantanés (à une déformation totale donnée, ici 1%) des répartitions locales de  $\epsilon_{33}$  et  $\sigma_{33}$  dans les agrégats. Les valeurs relatives aux points d'intégration des CG sont représentées par des lignes pleines et celles des UFG par des lignes en tirets. Pour une valeur donnée de déformation (resp. de contrainte) une valeur élevée de la PDF signifie qu'un grand nombre de points d'intégration du modèle prend cette valeur de déformation (resp. contrainte).

Dans tous les cas présentés ici, les CG tendent à supporter la majeure partie des déformations

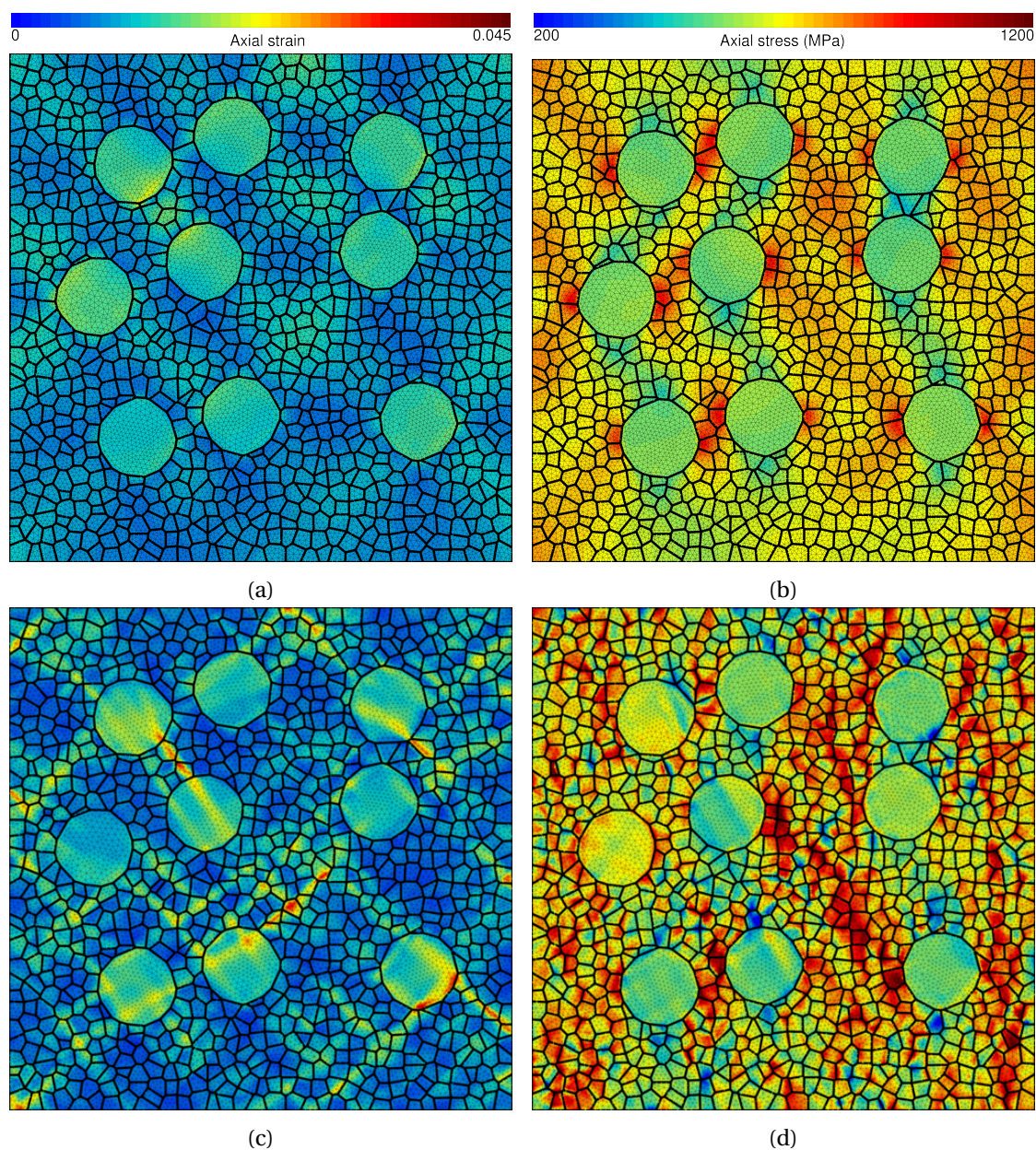


FIGURE 5.4 – Champs locaux de (a,c) déformation et (b,d) contrainte obtenus respectivement avec le modèle (a,b) macro-homogène et (c,d) par plasticité cristalline (modèle Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain). La direction de traction est verticale.

locales tandis que les UFG concentrent les contraintes locales les plus élevées. Pour l'orientation [123] du CG, la déformation du CG et des UFG est moins élevée que dans le cas [001]. On observe une tendance similaire sur la contrainte même si celle-ci est moins marquée. Lo-



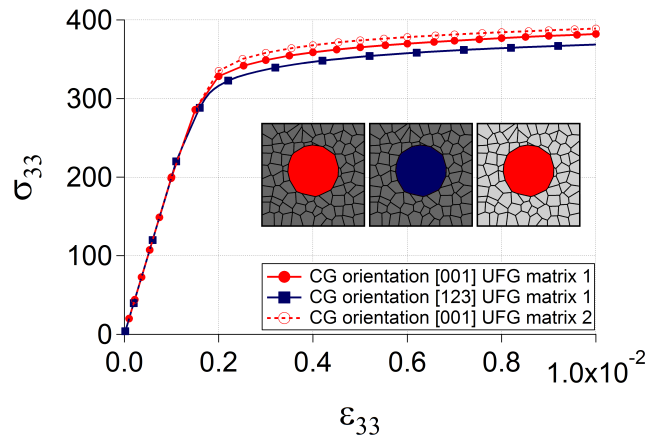


FIGURE 5.5 – Courbes de traction (1% de déformation totale) pour une microstructure bimodale avec 1 CG central et 84 UFG. Seules les orientations cristallographiques de la matrice UFG varient d’une réalisation à l’autre.

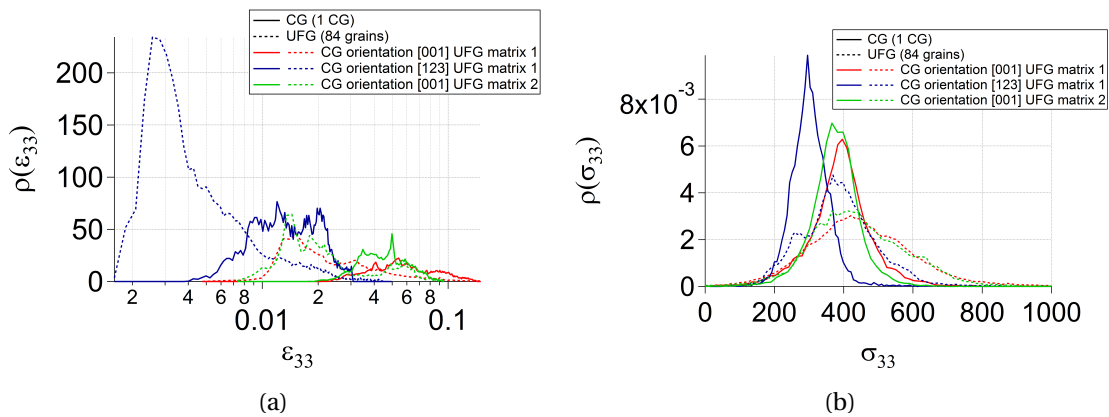


FIGURE 5.6 – Fonctions de densité de probabilité de (a) la déformation et (b) la contrainte pour une microstructure bimodale avec un unique grain central. Les courbes relatives aux CG sont pleines tandis que celles associées aux UFG sont en tirets.

calement, l’orientation cristallographique du CG semble avoir une influence non négligeable sur les niveaux, en particulier, de déformation aussi bien dans le CG que dans la matrice UFG alentour. Cela tend à mettre en avant l’existence d’un couplage, dépendant notamment des orientations cristallographiques, entre le comportement des CG et de la matrice UFG.

La figure 5.7 (resp. 5.8) présente les champs de déformation (resp. contrainte) ainsi que les valeurs aux points d’intégration et les valeurs moyennes par grain extraites dans la zone grisée traversant le CG central. Ces figures délivrent des informations supplémentaires sur l’influence des orientations cristallographiques sur les réponses locales.

Dans le cas de la déformation, celle-ci tend à localiser de manière similaire pour une même matrice UFG (fig. 5.7a et 5.7b). Dans ce cas, l'influence de l'orientation du CG central semble donc limitée et n'affecte que légèrement les niveaux de déformation observés (*cf.* fig. 5.6a et 5.7b). En revanche, lorsque les orientations cristallographiques de la matrice UFG changent (fig. 5.7c), la localisation de la déformation change également.

Comme déjà souligné avec la figure 5.6b, l'effet des orientations cristallographiques du CG et des UFG est limité sur les champs de contrainte. Avec un CG orienté en glissement simple ([123]), les contraintes locales sont légèrement plus faibles dans l'agrégat (fig. 5.8b). On peut observer un effet de relaxation de contrainte suivant la direction de traction associé à la présence du CG et une zone de concentration de contrainte à l'interface CG/UFG suivant la perpendiculaire à la direction de traction. Ces zones de concentrations de contrainte sont mises en avant par les valeurs extraites aux points de Gauss des figures 5.8d, 5.8e et 5.8f.

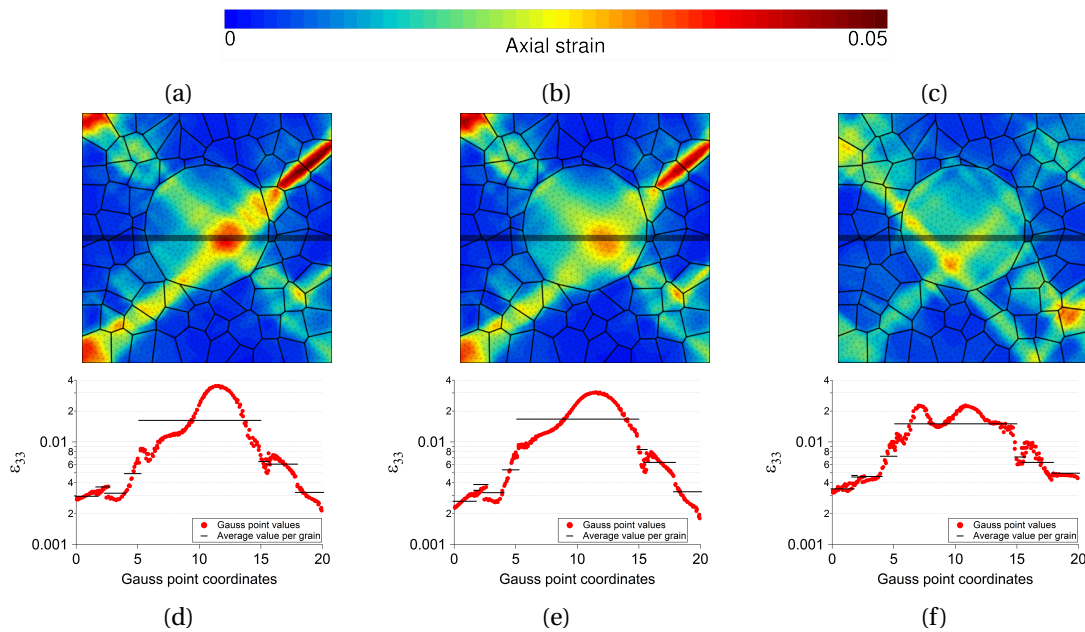


FIGURE 5.7 – Champs de déformation pour : (a) CG [001] - matrice UFG 1, (b) CG [123] - matrice UFG 1 et (c) CG [001] - matrice UFG 2. (d-f) Déformation aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c).

### 5.1.3 Bilan

Ces résultats préliminaires ont permis d'appuyer la nécessité de l'utilisation de la plasticité cristalline par rapport à un modèle macro-homogène classique si l'on souhaite accéder à des champs locaux représentatifs. Au regard des propriétés effectives, le modèle macro-

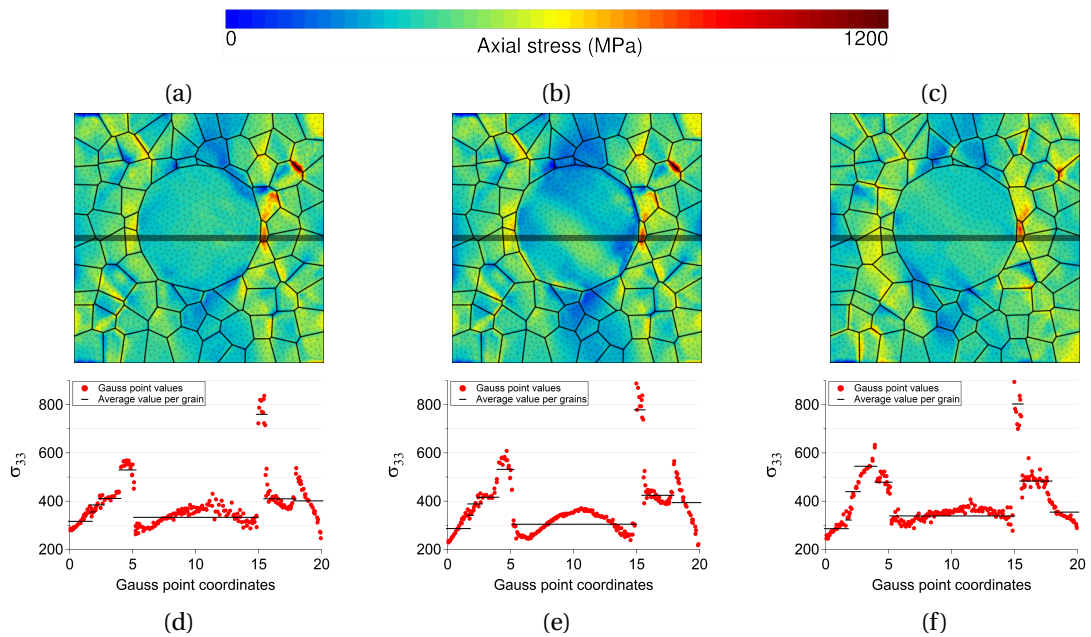


FIGURE 5.8 – Champs de contrainte pour : (a) CG [001] - matrice UFG 1, (b) CG [123] - matrice UFG 1 et (c) CG [001] - matrice UFG 2. (d-f) Contrainte aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c).

homogène peut sembler suffisant pour prédire en première approche le comportement macroscopique en traction mais plus la fraction volumique sera élevée plus l'on s'expose à des différences par rapport au modèle en plasticité cristalline. Néanmoins, la prise en compte des orientations cristallographiques et des tailles de grains semble nécessaire afin de mieux représenter les hétérogénéités locales pouvant exister au sein du matériau.

Pour cette étude, la simulation numérique a pour objectif d'orienter les analyses expérimentales en fournissant à coût faible à la fois des prédictions de comportement effectif mais aussi des champs mécaniques locaux dans une large gamme de microstructures bimodales (différentes tailles, ratios et fractions volumiques). Les sections suivantes présentent ainsi des résultats où la simulation en plasticité cristalline à champs complets est utilisée afin d'étudier l'influence de différents paramètres microstructuraux sur les réponses mécaniques aux différentes échelles des polycristaux considérés.

## 5.2 Approche phénoménologique

Tel que précisé en introduction de ce chapitre, une grande partie des analyses dans ce travail a été réalisée avec le modèle phénoménologique de Méric-Cailletaud [153] modifié afin de tenir compte des tailles de grains. Du fait du nombre important de paramètres nu-

mériques, cristallographiques et/ou microstructuraux à investiguer, c'est, dans un premier temps, ce modèle qui a été retenu pour étudier les influences de ces paramètres sur le comportement. Son approche pragmatique et peu coûteuse en temps et ressources de calcul permet effectivement d'apporter rapidement des réponses et de ne retenir, pour une modélisation plus complexe telle que celle avec des lois quasi-physiques, que les configurations de bimodalité les plus intéressantes.

### 5.2.1 Études du maillage et des conditions limites

Le raffinement de maillage a été défini sur la base d'études préliminaires et les résultats macroscopiques obtenus sont représentatifs et reproductibles avec la taille de maille choisie. Des effets locaux sont toujours susceptibles d'apparaître mais le raffinement de maillage actuel permet un bon compromis entre résultats et temps de calcul.

Des agrégats 3D et 2D-extrudés sont utilisés dans ces travaux. Une étude des conditions limites (CL), notamment en 2D-extrudé, est nécessaire afin d'obtenir des résultats représentatifs.

Au regard des agrégats 3D, les conditions limites sont similaires à celles d'un essai de traction simple : les déplacements dans la direction de traction sont bloqués sur un des côtés (le bas sur toutes les figures), son côté opposé subit un déplacement imposé et les autres côtés sont libres (*cf.* fig. 5.9a). Bien que non représentées, des CL relatives aux mouvements de corps rigides sont également imposées.

En 3D, si l'agrégat considéré est un volume élémentaire représentatif alors les résultats sont supposés être représentatifs du comportement d'un macro-volume polycristallin dont serait extrait l'agrégat. La question des conditions limites se pose principalement sur les agrégats 2D-extrudés. Ces microstructures peuvent être vues comme une fine tranche d'un agrégat 3D : dans ce cas, le nombre de grains est représentatif dans 2 directions sur 3. Les deux directions représentatives ( $y$  et  $z$  sur la figure 5.9b) ont des CL classiques : les deux côtés de normale  $y$  ( $y=0$  et  $y=L_y$ ) sont libres tandis que les deux côtés de normales parallèles à la direction de traction (en  $z=0$  et  $z=L_z$ ) se voient chacun imposés un déplacement. L'étude des conditions limites se concentre donc sur la troisième direction ( $x$  - celle de l'extrusion) et différentes conditions limites sont analysées :

- les côtés  $x=0$  et  $x=L_x$  restent libres,
- les côtés  $x=0$  et  $x=L_x$  sont bloqués en déplacement dans la direction  $x$ ,
- $x=0$  est bloqué en déplacement dans la direction  $x$  et tous les points du côté  $x=L_x$  subissent le même déplacement (condition de contrainte multipoints (MultiPoints Constraint - MPC)).

Avec cette troisième solution, tous les grains subissent une même déformation moyenne suivant la direction  $x$ , indépendamment de leur orientation cristallographique ou de leur taille

de grain.

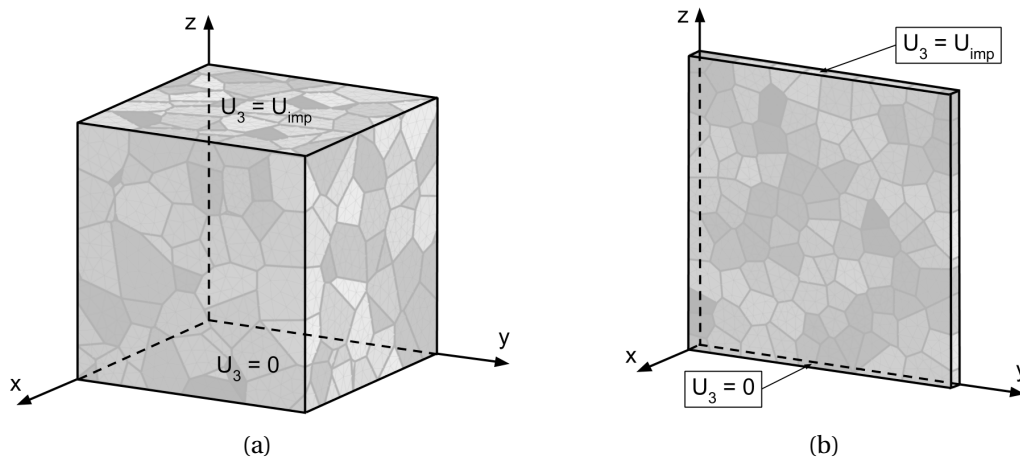


FIGURE 5.9 – Conditions limites des agrégats (a) 3D et (b) 2D-extrudés.

Les figures 5.10a et 5.10b présentent les courbes de traction pour les différentes conditions limites décrites précédemment. Les courbes de la première figure (fig. 5.10a) sont relatives à des agrégats 2D-extrudés qui possèdent le même nombre de grains suivant les directions représentatives (*i.e.* 7) que le VER 3D unimodal défini dans les travaux de Barbe *et al.* [96]. Comme des différences non négligeables existent entre la courbe 3D de référence et les agrégats 2D-extrudés bimodaux, une seconde microstructure avec un CG de taille similaire et presque deux fois plus de grains suivant les directions représentatives est étudiée. Les résultats sont similaires (*cf.* fig. 5.10b) : le cas 2D-extrudé avec des CL de contrainte plane ( $x=0$  et  $x=L_x$  libres) ne présente pas un écrouissage satisfaisant tandis que le cas 2D-extrudé avec des CL de déformation plane ( $x=0$  et  $x=L_x$  encastés) présente le même écrouissage que le cas 3D mais la pente du domaine élastique est différente. Le cas avec  $x=0$  bloqué et  $x=L_x$  avec une condition MPC donne un bon compromis entre les deux CL précédentes. La limite d'élasticité est légèrement surestimée par rapport au cas 3D mais l'écrouissage est proche. On retient donc ce dernier cas pour nos simulations en 2D-extrudé.

### 5.2.2 Volume Élémentaire Représentatif (VER)

Déterminer la taille d'un VER est nécessaire pour pouvoir tirer des conclusions sur le comportement qui ne soient pas dépendantes du domaine d'étude choisi dans le milieu polycristallin bimodal considéré. Pour notre approche à partir de microstructures virtuelles, ce domaine d'étude doit correspondre à une réalisation de microstructure et à des propriétés attachées à cette microstructure qui soient représentatives de n'importe quelle autre réalisation de microstructure obtenue avec les mêmes paramètres de génération. Bien entendu la taille du VER dépend *a priori* du milieu polycristallin bimodal considéré (des tailles de UFG et CG et des fractions volumiques de CG en particulier) mais elle dépend aussi des propriétés que l'on étudie. A la connaissance de l'auteur, aucune étude n'a encore été réalisée sur la

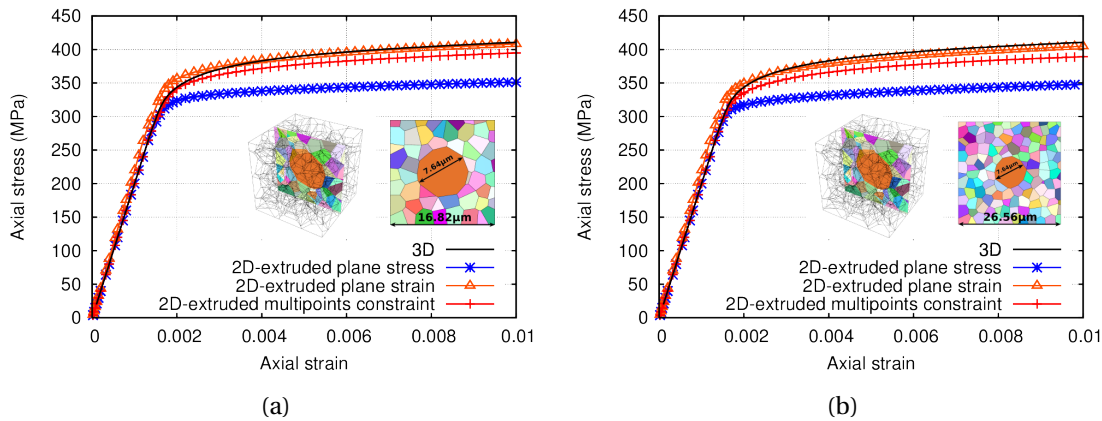


FIGURE 5.10 – Comparaison des courbes de traction pour des agrégats polycristallins 2D-extrudés et 2D avec différentes conditions limites suivant la direction  $x$ . Deux microstructures 2D-extrudé sont utilisées afin de s'assurer que les résultats sont indépendants du nombre de UFG : (a) 7 et (b) 14 grains suivant les directions  $y$  et  $z$ .

recherche d'un VER pour un milieu polycristallin bimodal donné. Cette question étant très large du fait de la large gamme de paramètres microstructuraux définissant la bimodalité, nous proposons ici une analyse élémentaire sur l'effet de la taille du domaine d'étude de telle sorte à s'assurer que les résultats obtenus offrent une représentativité "acceptable".

Des travaux ont montré, à la fois numériquement et expérimentalement, que pour une distribution unimodale de taille de grains et des grains équiaxes il était nécessaire d'avoir à minima 7 grains par côtés afin d'éviter tout effet de surface libre [96, 121, 145]. Dans ces travaux, on s'intéresse principalement à des agrégats 2D-extrudés et une étude supplémentaire pourrait être nécessaire afin d'étendre les résultats présentés ci-dessous à un cas 3D.

L'étude du VER est séparée en différentes étapes :

- l'étude des réponses macroscopiques sur des microstructures modèles : les positions spatiales des CG sont régulières et seul le nombre de CG varie. Des agrégats avec 1, 4, 9, 16 et 25 CG sont considérés ici.
- l'étude des réponses locales sur trois microstructures modèles (avec 1, 9 et 25 CG). On s'intéresse en particulier aux réponses du CG central et à l'influence de l'environnement (orientations cristallographiques des autres CG par exemple) sur les champs locaux observés.

Toutes ces analyses sont basées sur des essais de traction simple à déformation imposée de 1%. Lorsqu'une déformation ou une contrainte est mentionnée, il s'agira de sa composante dans la direction de traction  $\varepsilon_{33}$  ou  $\sigma_{33}$ .

### Étude macroscopique sur microstructures modèles

On s'intéresse dans cette partie à l'influence du nombre de CG et à leurs orientations cristallographiques sur la réponse macroscopique. Trois orientations cristallographiques sont étudiées pour les CG :

- une orientation (initialement) en glissement multiple ([001]),
- une orientation (initialement) en glissement simple ([123]),
- des orientations aléatoires.

Pour l'orientation [001], 8 systèmes de glissement sont supposés être actifs au début de la plasticité tandis qu'un seul système ne sera activé dans le cas [123]. Les orientations et positions des petits grains sont générées aléatoirement.

La figure 5.11 présente la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2\%}$  en fonction du nombre de CG et des différentes orientations cristallographiques considérées. On observe une convergence de la limite d'élasticité et 9 CG semble être un bon compromis entre des résultats représentatifs et un coût de calcul limité.

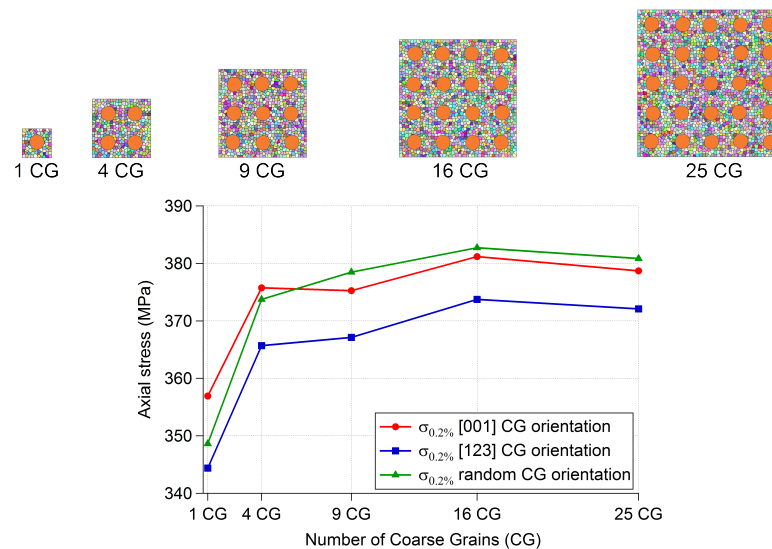


FIGURE 5.11 – Diagramme de convergence de la limite d'élasticité  $\sigma_{0,2\%}$  en fonction du nombre de CG.

### Influence de l'environnement sur les réponses locales du CG central

Les figures 5.12 et 5.13 présentent un zoom sur le CG central dans les cas des microstructures modèles avec 1, 9 et 25 CG. Ici, tous les CG ont la même orientation ([001]). De la même manière que lors des études préliminaires présentées au début de ce chapitre, en plus des champs de déformation et contrainte, on trace les valeurs aux points de Gauss et moyennes

dans les grains dans les zones grisées visibles sur les figures de champs.

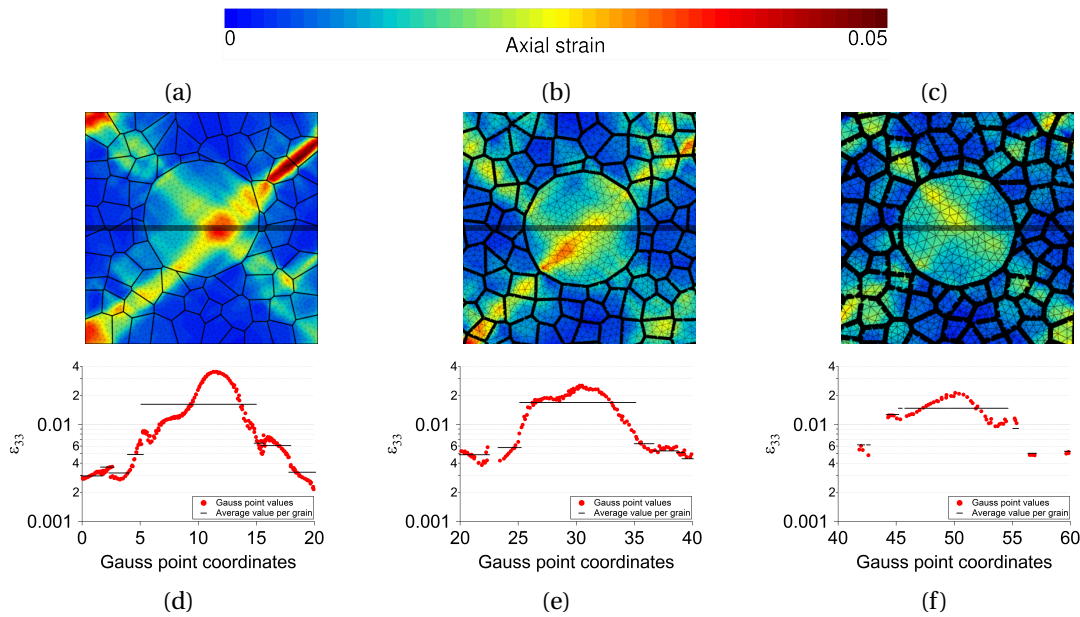


FIGURE 5.12 – (a-c) Champs de déformation (axiale -  $\epsilon_{33}$ ) sur des microstructures régulières. (b) et (c) correspondent à des zooms sur le CG central des microstructures modèles à 9 et 25 CG. (d-f) Déformation aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). Tous les CG ont la même orientation cristallographique ([001]).

Dans le cas ne présentant qu'un seul CG, les contraintes locales au sein de celui-ci sont légèrement affectées par la matrice UFG (*cf.* fig. 5.13d). Cet effet est encore plus limité dans les cas avec 9 et 25 CG avec une valeur quasi-constante des contraintes locales au sein du CG central (figs. 5.13e et 5.13f).

La répartition des déformations locales est bien plus hétérogène que celle des contraintes. Dans tous les cas, les déformations sont supérieures au sein du CG central que dans la matrice environnante. Les valeurs moyennes dans le CG central sont similaires indépendamment du nombre de CG bien que les déformations locales soient un peu plus hétérogènes dans le cas où il n'y a qu'un seul CG (figs. 5.12d, 5.12e et 5.12f). Les champs de déformation et en particulier la localisation de la déformation reste similaire peu importe le nombre de CG (figs. 5.12a, 5.12b et 5.12c).



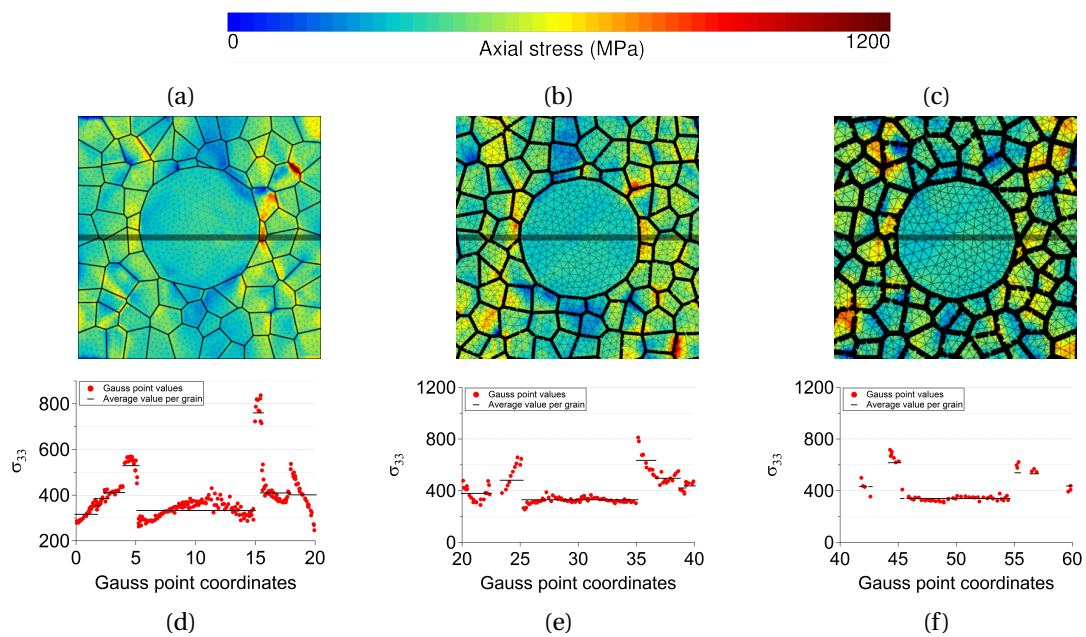


FIGURE 5.13 – (a-c) Champs de contrainte (axiale -  $\sigma_{33}$ ) sur des microstructures régulières. (b) et (c) correspondent à des zooms sur le CG central des microstructures modèles à 9 et 25 CG. (d-f) Contrainte aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). Tous les CG ont la même orientation cristallographique ([001]).

### 5.2.3 Influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations

Tel que souligné dans l'introduction de ce chapitre, les propriétés mécaniques effectives (macroscopiques) des alliages bimodaux sont facilement accessibles via des essais mécaniques conventionnels. En revanche, l'étude précise et la compréhension des mécanismes de déformation nécessite de réaliser des analyses longues et systématiques par MET et/ou MEB ou d'avoir accès à des moyens expérimentaux pointus (synchrotron par exemple). Dans ces travaux, le parti pris a été d'utiliser la simulation afin d'accéder aux champs locaux de contrainte / déformation.

Dans le cas des matériaux bimodaux, l'analyse des champs locaux doit permettre une meilleure compréhension de l'influence des différentes populations de taille de grains et de leur morphologie sur le comportement mécanique. Les lois de comportement utilisées reposent, bien entendu, sur des formulations plus ou moins phénoménologiques mais l'idée est ici d'identifier, en première approche, quels paramètres microstructuraux ont un impact sur la réponse locale et macroscopique des matériaux bimodaux.

Dans les sous-sections suivantes on s'intéresse aux effets de taille, notamment associés à

la taille de grains de la matrice (U)FG et au contraste ou ratio de taille de grains entre les deux populations, CG et (U)FG. Une étude de l'influence de la morphologie de la population de CG sera également proposée.

Afin d'étudier l'effet de la taille des (U)FG et du ratio de taille entre CG et (U)FG, 4 cas ont été retenus. Ceux-ci sont résumés dans le tableau 5.2 qui précise les caractéristiques microstructurales de ces échantillons.

TABLEAU 5.2 – Tailles des grains (U)FG et CG et ratio de taille CG/(U)FG pour les 4 microstructures considérées.

Taille des (U)FG ( $\mu\text{m}$ )	0,5	0,5	2	2
Ratio de taille CG/(U)FG	5	10	5	10
Taille des CG ( $\mu\text{m}$ )	2,5	5	10	20

Ces 4 cas ont été choisis car ils sont représentatifs d'une partie de nos essais expérimentaux (séries II et III obtenues par métallurgie des poudres et SPS - cf. section 3.2). Pour des problèmes liés aux coûts de calcul, un ratio de taille de grains ( $\approx 50$ ) proche de celui de la série expérimentale IV n'a pas pu être modélisé.

Pour chaque paire de paramètres (*i.e.* taille des (U)FG + ratio CG/(U)FG), trois morphologies de CG sont générées, correspondant chacune à une fraction volumique de CG donnée :

- Les CG peuvent former des clusters (fig. 5.14a et 5.14d),
- Les CG peuvent se toucher mais ils ne s'inter-pénètrent pas : il n'y a pas de "clustering" dans ce cas (fig. 5.14b et 5.14e) - on parle de groupes de CG,
- Les CG sont isolés au sein de la matrice (U)FG (fig. 5.14c et 5.14f).

Cela conduit à 12 cas d'études différents. L'effet de la morphologie de la population de CG sur le comportement sera étudié dans la sous-section correspondante et on ne va s'intéresser, dans un premier temps, qu'au cas où les CG sont isolés afin d'étudier l'influence de la taille des (U)FG et du ratio CG/(U)FG sur la réponse mécanique des microstructures bimodales. La figure 5.14 présente 6 des 12 cas modélisés : seuls les cas avec une matrice (U)FG avec une taille de grains de  $0,5 \mu\text{m}$  sont présentés.

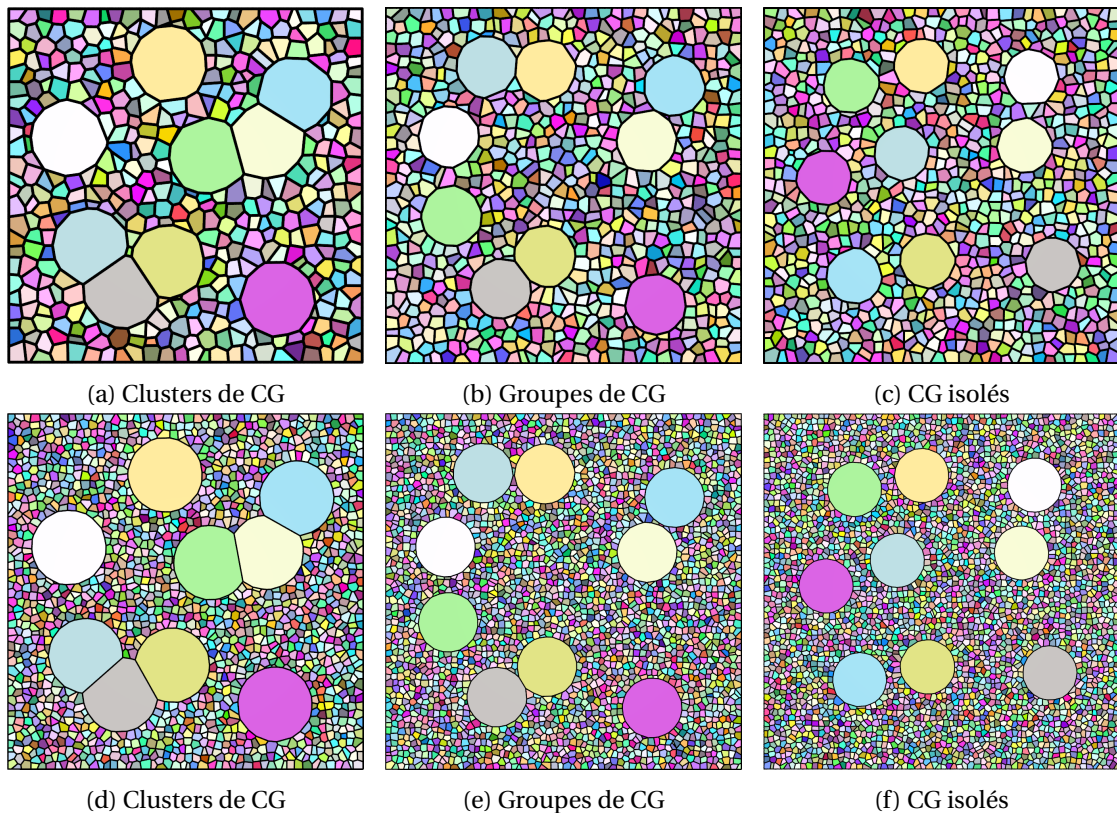


FIGURE 5.14 – Microstructures utilisées pour étudier l'influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations sur le comportement mécanique. (a-c) Ratio CG/(U)FG = 5 et (d-f) ratio CG/(U)FG = 10. La taille de grains de la matrice (U)FG est ici de  $0,5 \mu m$ .

### Effet de la taille des grains de la matrice (U)FG et du contraste de taille de grains entre CG et (U)FG pour une fraction volumique et une morphologie de CG données

La figure 5.15 montre un effet de taille clair du raffinement de la taille de grains de la matrice (U)FG sur le comportement effectif des agrégats considérés. L'effet du ratio de taille entre CG et (U)FG est quant à lui plus limité.

Les champs présentés aux figures 5.16 et 5.17 montrent une influence de la taille de grains de la matrice sur les niveaux de contrainte. Les concentrations de contrainte sont ainsi localement plus élevées dans le cas où  $d_{UFG}=0,5 \mu m$ . Celles-ci se concentrent principalement perpendiculairement à la direction de traction et aux interfaces CG/(U)FG du fait des incompatibilités de déformation entre les CG et la matrice (U)FG. La taille de grains de la matrice n'influence pas la position des zones de concentrations de contrainte, mais uniquement les niveaux de contrainte (cf. figs. 5.16b et 5.16d par exemple). Dans tous les cas, les champs et niveaux de déformation restent, en revanche, similaires.

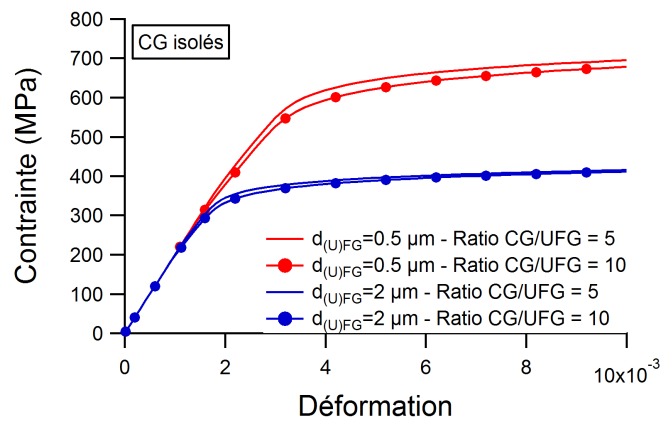


FIGURE 5.15 – Courbes de traction macroscopiques dans le cas où les CG sont isolés les uns des autres avec deux ratios de taille de grains entre CG et (U)FG (5 et 10) et deux tailles de grains pour la matrice (U)FG ( $0,5 \mu m$  et  $2 \mu m$ ).

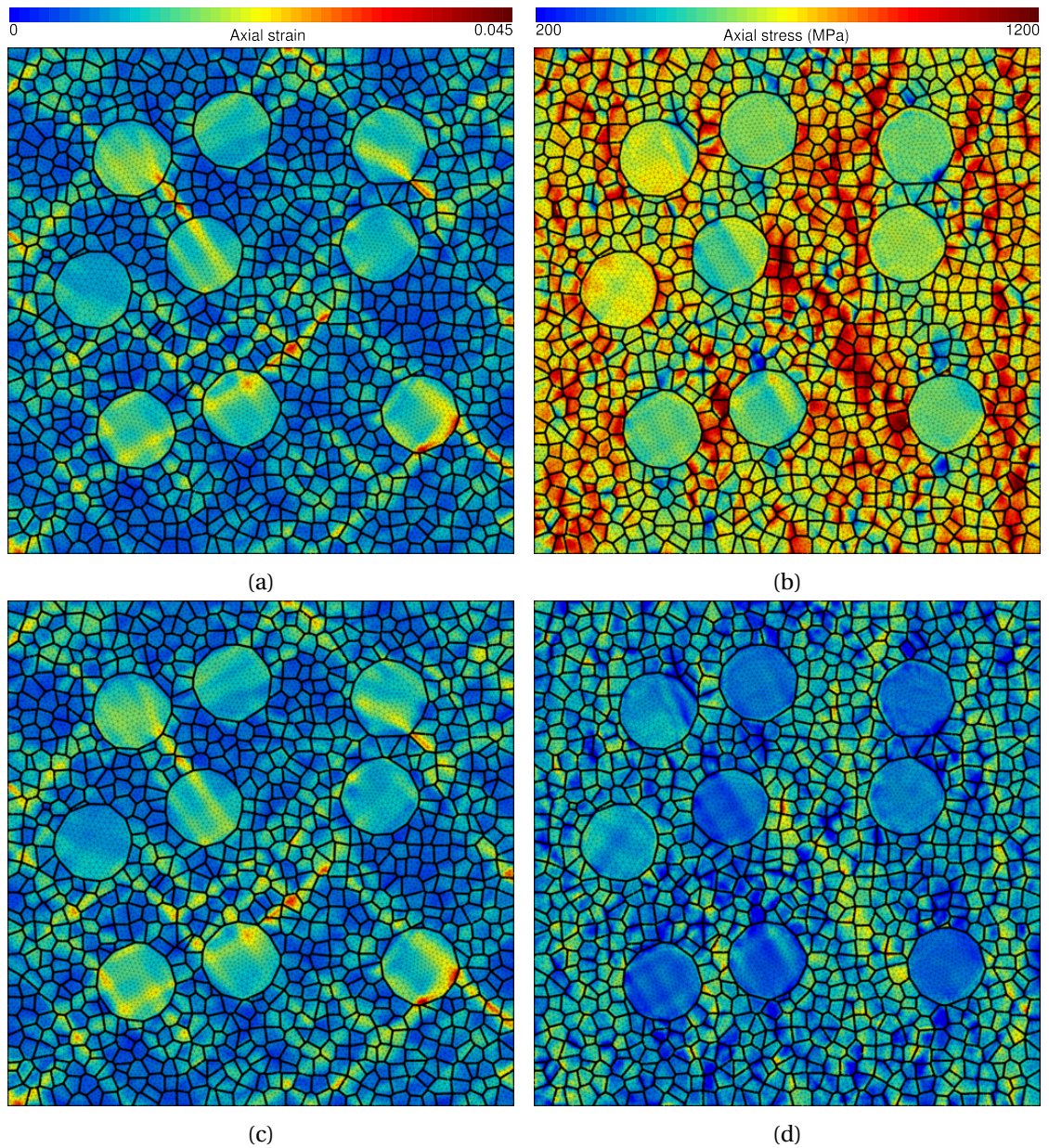


FIGURE 5.16 – Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b)  $0,5 \mu m$  et (c,d)  $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale.

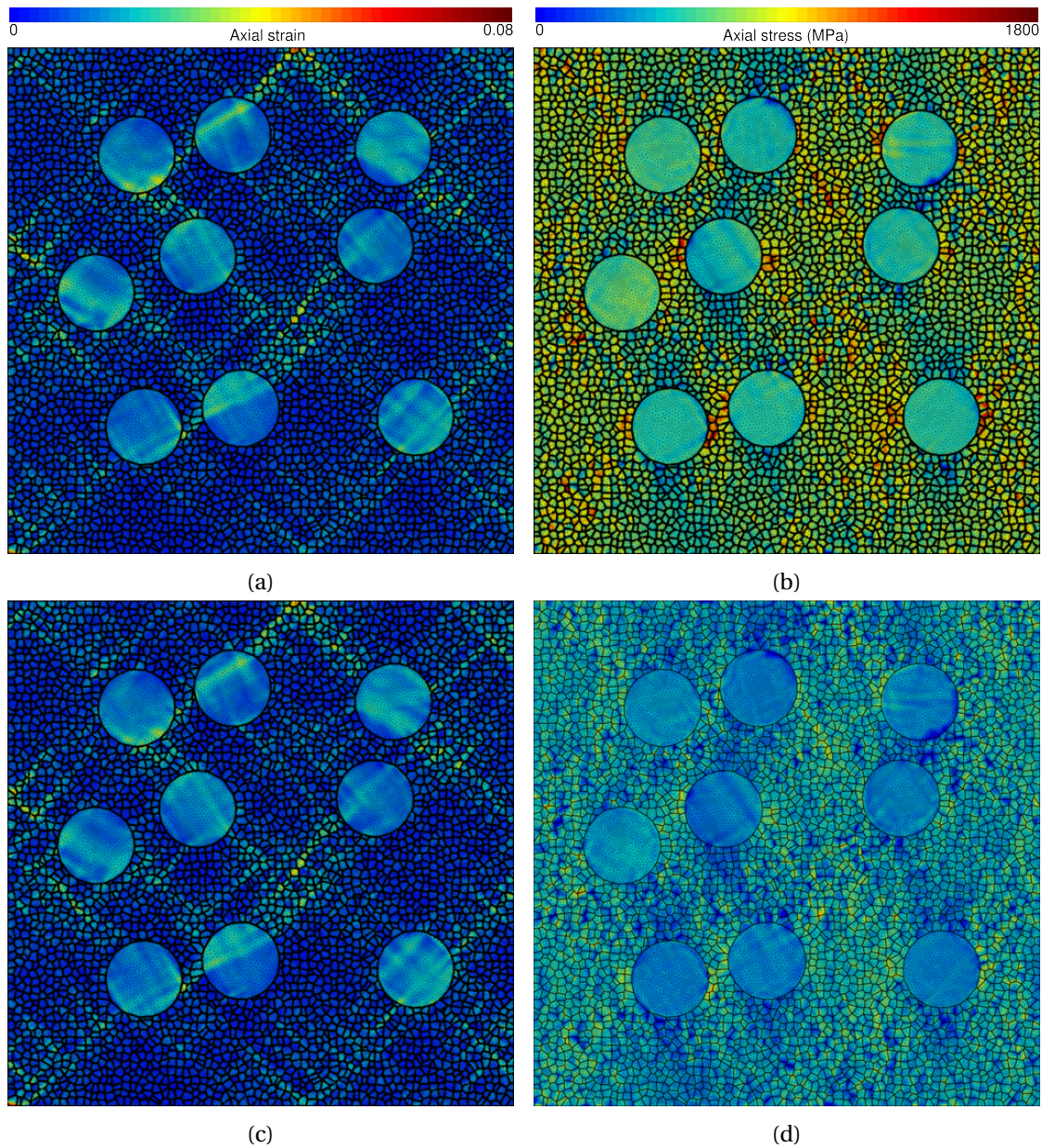


FIGURE 5.17 – Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 10 et la taille des grains (U)FG est de (a,b)  $0,5 \mu m$  et (c,d)  $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale.

### Effet de la morphologie de la population de CG

L'effet de la morphologie est plus ou moins marqué sur les réponses mécaniques macroscopiques notamment en fonction des tailles et ratios de taille de grains en présence. Les graphiques figure 5.18 comparent l'influence des tailles de grains et de la morphologie des CG à ratio de taille de grains CG/(U)FG constant.

La présence de clusters de CG tend à diminuer la limite d'élasticité des agrégats utilisés pour cette étude. La limite d'élasticité des agrégats avec des CG groupés ou isolés est quant à elle très proche. On peut néanmoins classer les limites d'élasticité des différentes morphologies, indépendamment des tailles de grains et des ratios de taille considérés, comme suit :  $\sigma_{0,2\%}(\text{Clusters}) < \sigma_{0,2\%}(\text{Groupes}) < \sigma_{0,2\%}(\text{Isolés})$ . Ces observations doivent néanmoins être nuancées car les fractions de CG diffèrent légèrement en fonction de la morphologie considérée.

Les graphiques de la figure 5.18 soulignent l'effet du ratio de taille de grains entre CG et UFG avec, notamment, dans le cas de CG clusterisés une forte influence du ratio sur la limite d'élasticité. Dans ce cas (Clusters de CG et ratio CG/(U)FG = 10), les zones très ductiles formées par les CG clusterisés impliquent une limite d'élasticité plus faible par rapport aux agrégats avec des CG groupés ou isolés. L'étude du cas où les CG forment des clusters nous intéresse en premier lieu car nos échantillons expérimentaux présentent une morphologie de CG similaire.

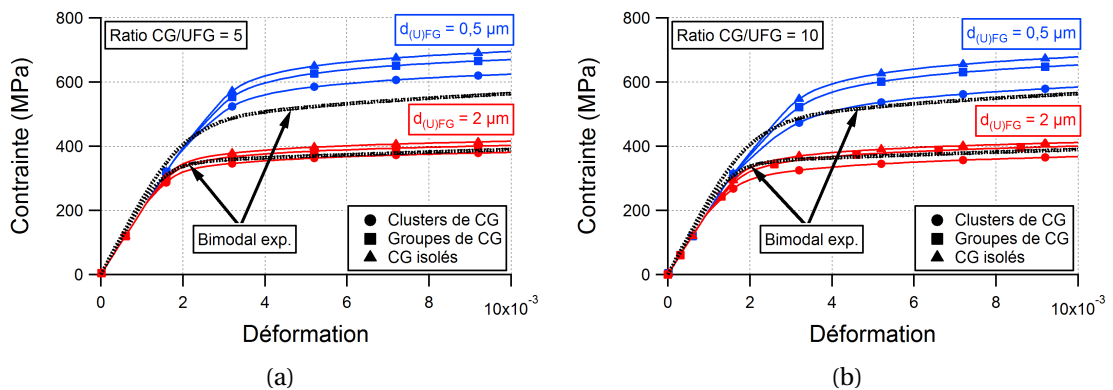


FIGURE 5.18 – Influence de la morphologie des CG sur les réponses macroscopiques : (a) ratio CG/(U)FG = 5 et (b) ratio CG/(U)FG = 10.

La figure 5.19 condense les observations et analyses réalisées précédemment en traçant la limite d'élasticité de tous les agrégats bimodaux étudiés.

Les champs de déformation et de contrainte des figures 5.20 et 5.21 appuient les observations réalisées sur les courbes macroscopiques. Localement, on observe ainsi, dans le cas

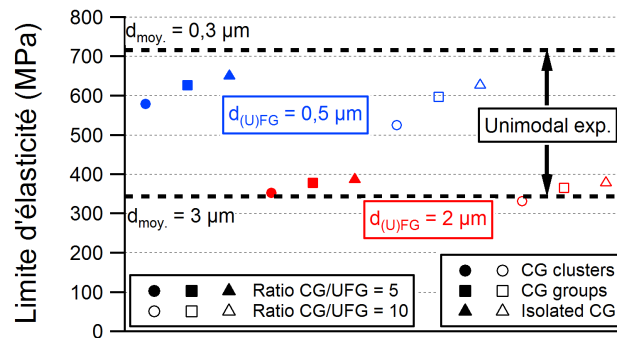


FIGURE 5.19 – Synthèse sur l’influence de la morphologie des CG : limite d’élasticité de tous les agrégats bimodaux avec différentes distributions de taille de grains et ratios CG/(U)FG.

où les CG sont clusterisés, la formation de bandes de déformation très locales. Cet effet diminue dans le cas des CG groupés (les CG se touchent mais ne s’inter-pénètrent pas) et disparaît presque totalement dans le cas où les CG sont isolés. Le ratio de taille entre CG et (U)FG influence, quant à lui, peu les bandes de déformation et les zones de concentrations de contrainte.

D’après ces premières analyses, il semble clair que la morphologie de la population des CG ainsi que les distributions de taille de grains ont une forte influence sur la réponse mécanique des agrégats bimodaux. Expérimentalement, on a montré qu’il existait un fort couplage entre CG et (U)FG avec un effet de relaxation des contraintes (internes) dans le matériau associé à la présence des CG/clusters de CG. L’accès à des variables internes telles que l’évolution des densités de dislocations au cours de la déformation doit permettre d’affiner nos analyses réalisées avec le modèle phénoménologique de Méric-Cailletaud. La section suivante va ainsi développer certains des cas étudiés précédemment avec, cette fois, un modèle quasi-physique.



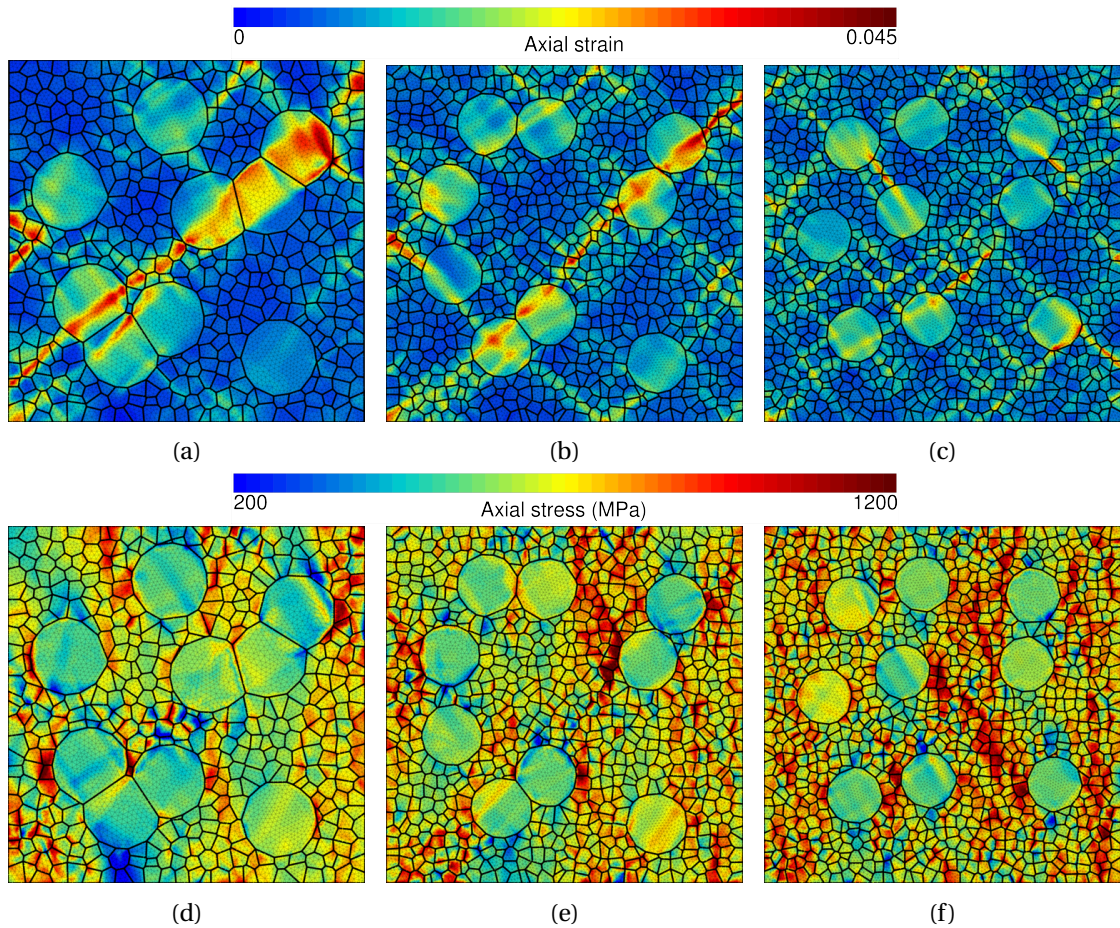


FIGURE 5.20 – Champs de (a,b,c) déformation et (d,e,f) contrainte pour trois agrégats bimodaux avec : (a,d) des clusters de CG, (b,e) des CG groupés et (c,f) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de  $0,5 \mu\text{m}$ . La direction de traction est verticale.

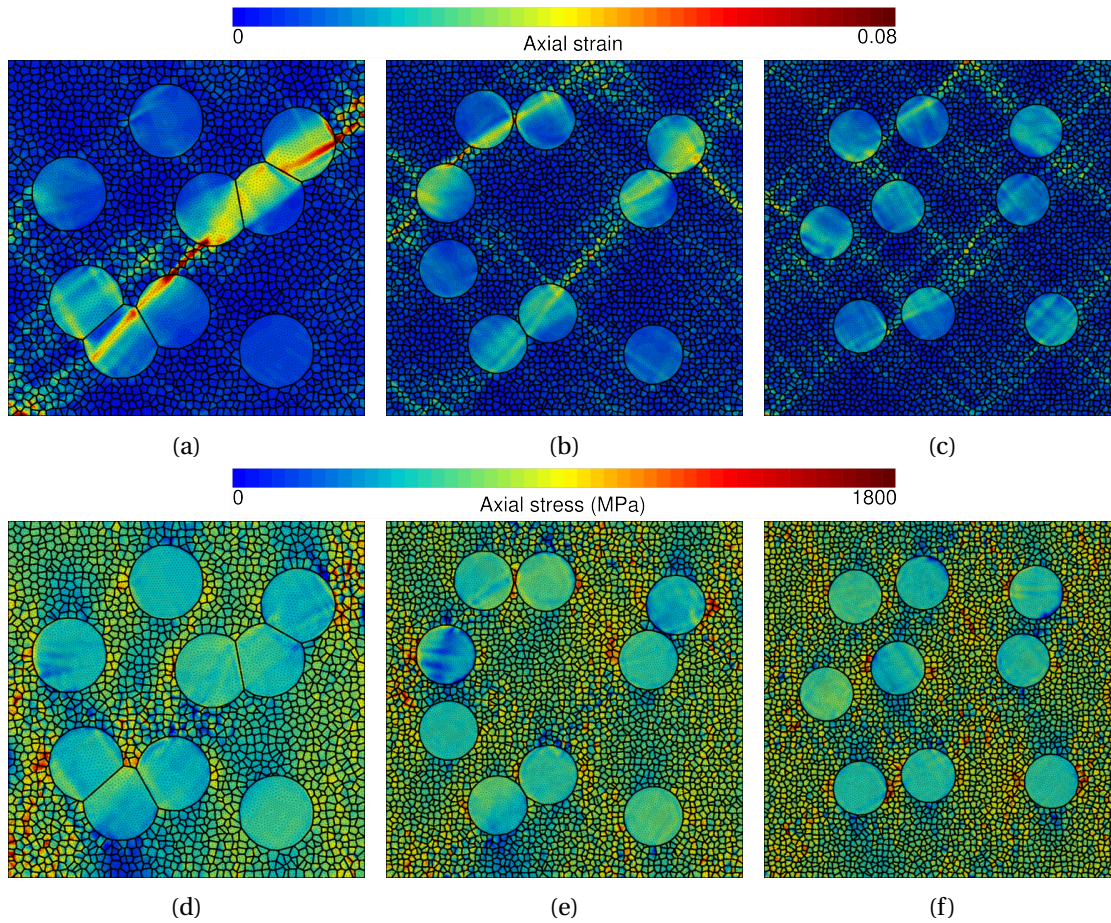


FIGURE 5.21 – Champs de (a,b,c) déformation et (d,e,f) contrainte pour trois agrégats bimodaux avec : (a,d) des clusters de CG, (b,e) des CG groupés et (c,f) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 10 et la taille des grains (U)FG est de  $0,5 \mu\text{m}$ . La direction de traction est verticale.

### 5.3 Modèle quasi-physique

L'utilisation d'une loi de comportement basée sur la physique nous permet d'accéder à l'évolution de variables internes au cours de la déformation et en particulier aux champs locaux associés. La prise en compte des effets de taille au sein de l'équation constitutive relative à la loi d'évolution de la densité de dislocations doit également permettre une modélisation plus précise des interfaces avec une meilleure description des incompatibilités de déformation locales et des zones de concentrations de contrainte.

Les résultats présentés dans les paragraphes suivants proposent une extension de l'étude réalisée précédemment avec le modèle phénoménologique avec prise en compte de la taille de grains. Seule une partie des cas d'étude de la section précédente sont ici développés.

Toutes les analyses présentées ici concernent des essais de traction simple à déformation imposée et les grandeurs considérées sont la déformation axiale  $\varepsilon_{33}$  et la contrainte axiale  $\sigma_{33}$ , désignées simplement et respectivement par "contrainte" et "déformation" dans les paragraphes suivants.

#### 5.3.1 Influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations

Les cas étudiés ci-dessous se limitent au ratio de taille de grains de 5 entre CG et (U)FG ainsi qu'aux cas où les CG sont sous forme de clusters ou isolés. Les deux tailles de grains moyennes de la matrice (U)FG sont en revanche représentées. Le tableau 5.3 recense les caractéristiques des agrégats considérés dans cette section.

TABLEAU 5.3 – Tailles des grains (U)FG et CG et ratio de taille CG/(U)FG pour les agrégats utilisés avec la loi de Tabourot avec prise en compte de la taille de grains.

Taille des (U)FG ( $\mu\text{m}$ )	0,5	2
Ratio de taille CG/(U)FG	5	5
Taille des CG ( $\mu\text{m}$ )	2,5	10

#### Réponses macroscopiques

Les courbes de traction présentées à la figure 5.22 montrent une assez bonne adéquation du comportement macroscopique par rapport aux courbes expérimentales. On observe un effet marqué de la taille de grains à la fois sur la limite d'élasticité du matériau et sur son écrouissage, notamment au début de la plasticité. Les courbes correspondant aux agrégats avec une matrice (U)FG avec une taille  $d_{FG} = 2 \mu\text{m}$  sont, en revanche, moins sensibles à la morphologie de la population de CG : c'est dans le cas  $d_{UFG} = 0,5 \mu\text{m}$  que l'on observe une vraie différence sur les propriétés effectives entre clusters de CG et CG isolés. Au regard des réponses macroscopiques, plus la taille de grains de la matrice (U)FG est faible plus la limite

d'élasticité est élevée tandis que les clusters de CG tendent à diminuer la contrainte d'écoulement par rapport aux CG isolés. Il faut néanmoins prendre en compte un effet également de la fraction de CG, plus élevée dans le cas où les CG sont clusterisés, sur la réponse macroscopique. Dans les paragraphes suivants, on s'intéresse principalement aux cas où la matrice est ultrafine ( $0,5 \mu m$ ) car c'est pour ceux-ci que l'effet de la morphologie (et de la fraction de CG) sur le comportement est le plus marqué.

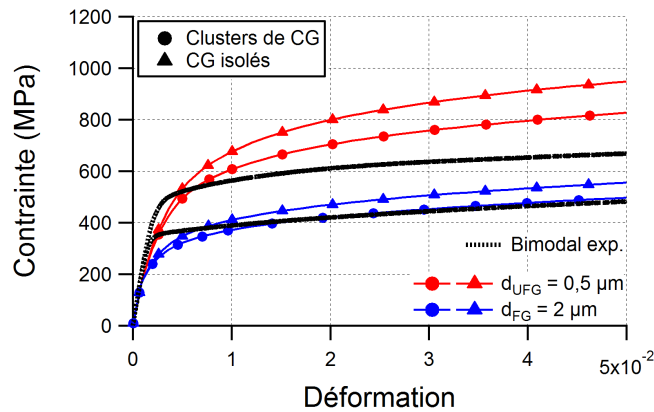


FIGURE 5.22 – Courbes de traction macroscopiques obtenues avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. Deux morphologies de CG sont proposées, isolés ou clusterisés, ainsi que deux tailles de grains pour la matrice (U)FG ( $0,5 \mu m$  et  $2 \mu m$ ).

### Réponses locales

Les champs locaux des figures 5.23 (clusters de CG) et 5.24 (CG isolés) indiquent une localisation des déformations dans les CG avec la propagation de ces bandes au sein de la matrice, notamment dans le cas où les CG sont clusterisés (figs. 5.23a et 5.23c). La répartition des contraintes est, quant à elle, plus hétérogène avec la présence de concentrations de contrainte aux interfaces CG/(U)FG. Le raffinement de la taille de grains dans le cas où la matrice est UFG ( $0,5 \mu m$ ) impliquent des contraintes locales plus élevées que dans le cas où  $d_{FG} = 2 \mu m$ . Cet effet est d'autant plus marqué dans le cas où les CG sont isolés (cf. fig. 5.23b). La présence des CG tend néanmoins à limiter les contraintes dans la matrice en particulier dans la direction de traction à proximité des CG ductiles.

Au vu de ces observations, l'influence réciproque de chaque population de taille de grains est à approfondir. Les diagrammes présentés à la figure 5.25 présentent les fonctions de densité de probabilité de la déformation et de la contrainte moyenne dans chaque élément du maillage. Dans les cas bimodaux (notés B), les populations de grains UFG et CG ont été séparées et deux cas unimodaux (noté U) proches de la taille de grains des CG et des UFG sont représentés à titre de comparaison.

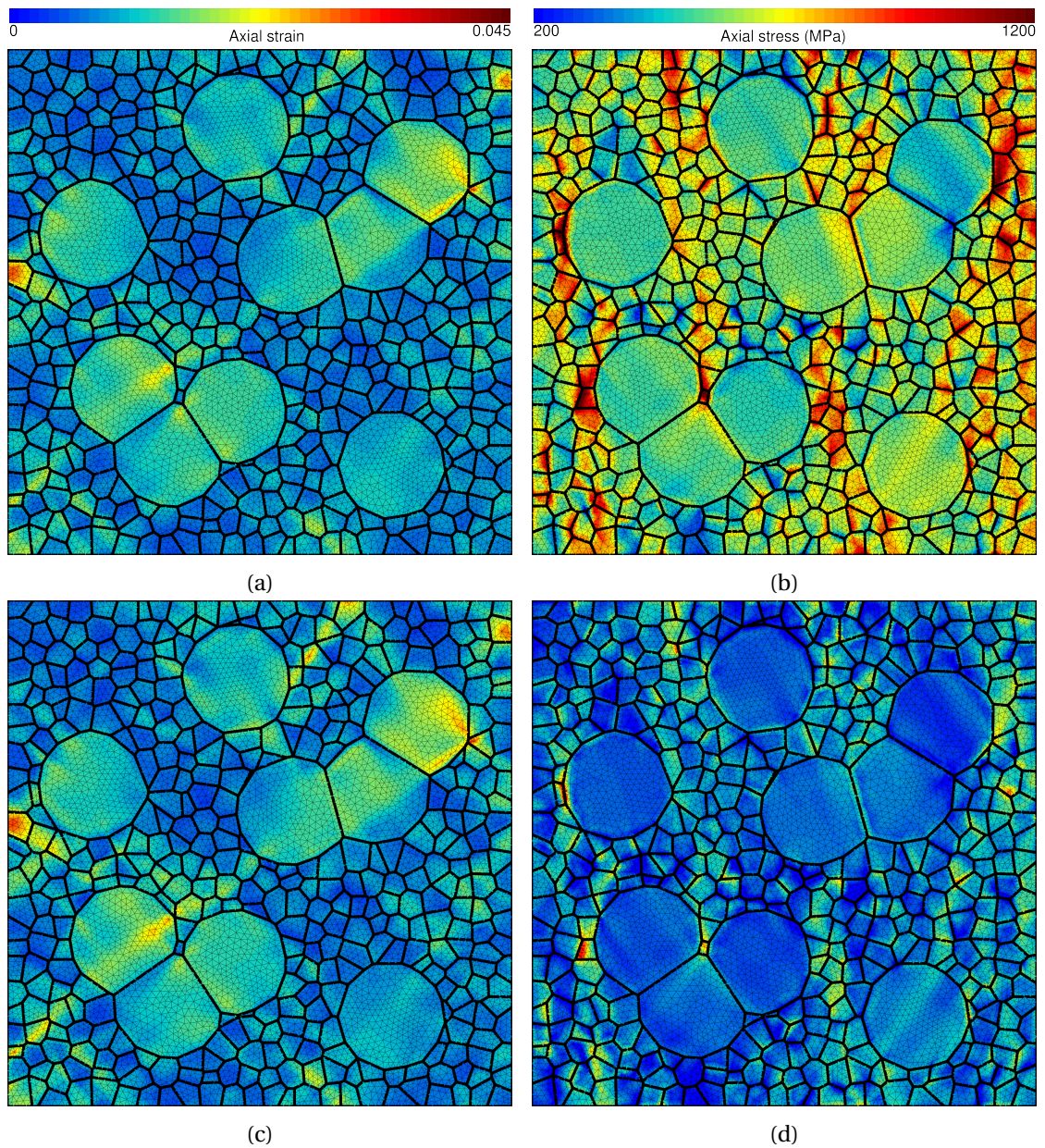


FIGURE 5.23 – Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG clusterisés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b)  $0,5 \mu\text{m}$  et (c,d)  $2 \mu\text{m}$ . La direction de traction est verticale et les résultats sont obtenus avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. La déformation totale est imposée à 1%.

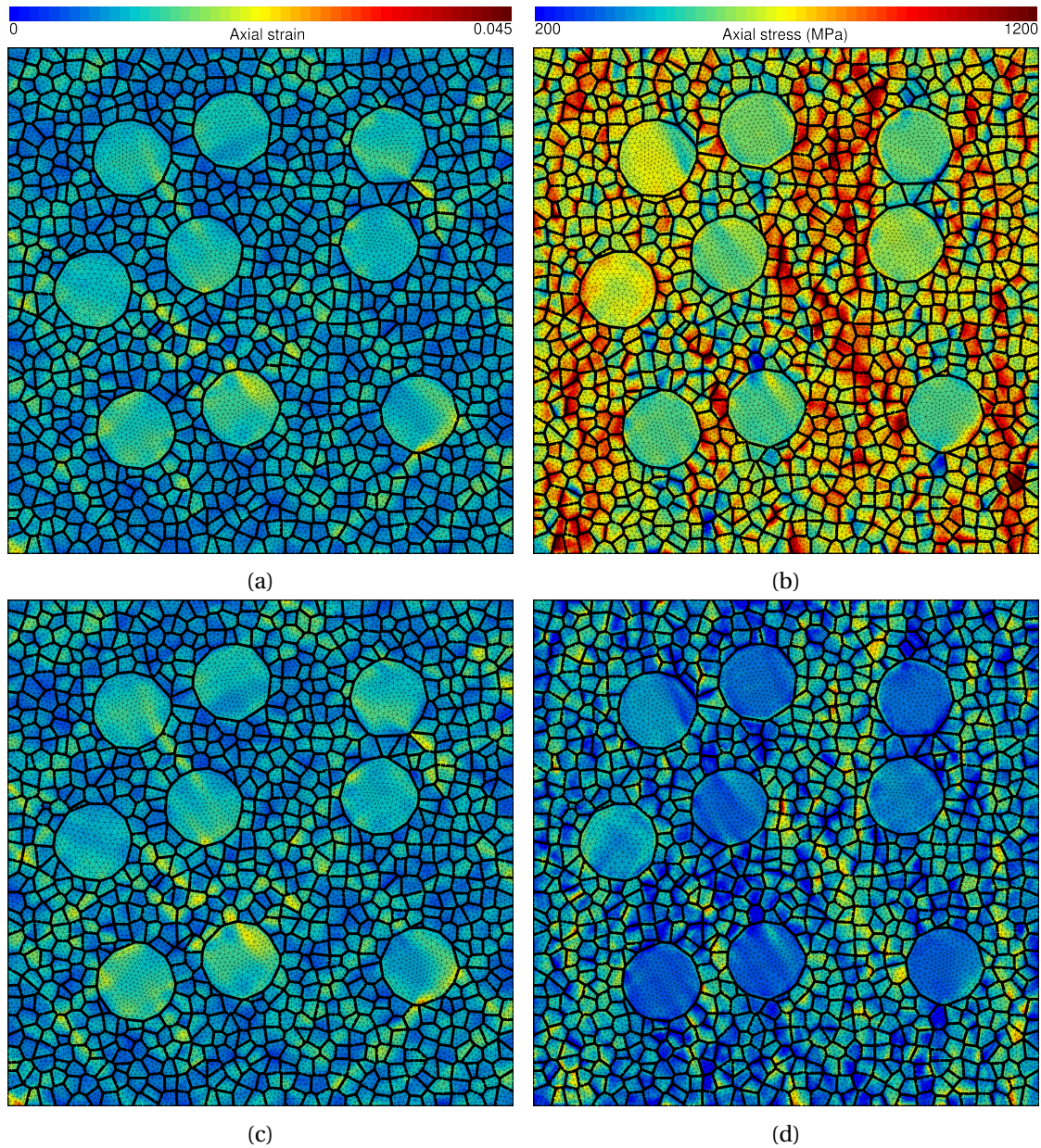


FIGURE 5.24 – Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b)  $0,5 \mu m$  et (c,d)  $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale et les résultats sont obtenus avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. La déformation totale est imposée à 1%.

Indépendamment de la morphologie des CG considérée, le caractère bimodal tend à augmenter légèrement la déformation locale au sein des CG en comparaison du cas unimodal équivalent. Dans le cas bimodal, ce surcroît de déformation pourrait être lié à la propagation de bandes de déformation de CG en CG ainsi qu'à l'accommodation des incompatibilités de déformation au sein de la matrice et aux interfaces CG/UFG.

Au regard des contraintes locales, lorsque les CG sont isolés les contraintes les plus élevées sont observées au sein de la matrice (fig. 5.25d). Dans ce cas, la matrice UFG induit également une augmentation des contraintes au sein des CG par rapport à l'agrégat unimodal de référence. Lorsque les CG sont sous forme de clusters, le couplage est plus fort entre les deux populations au regard des contraintes (fig. 5.25b). On observe ainsi que les CG sont localement sujets à des concentrations de contrainte tandis que d'autres zones ont une réponse en contrainte similaire à celle du cas de référence (U -  $d=2,5 \mu m$ ).

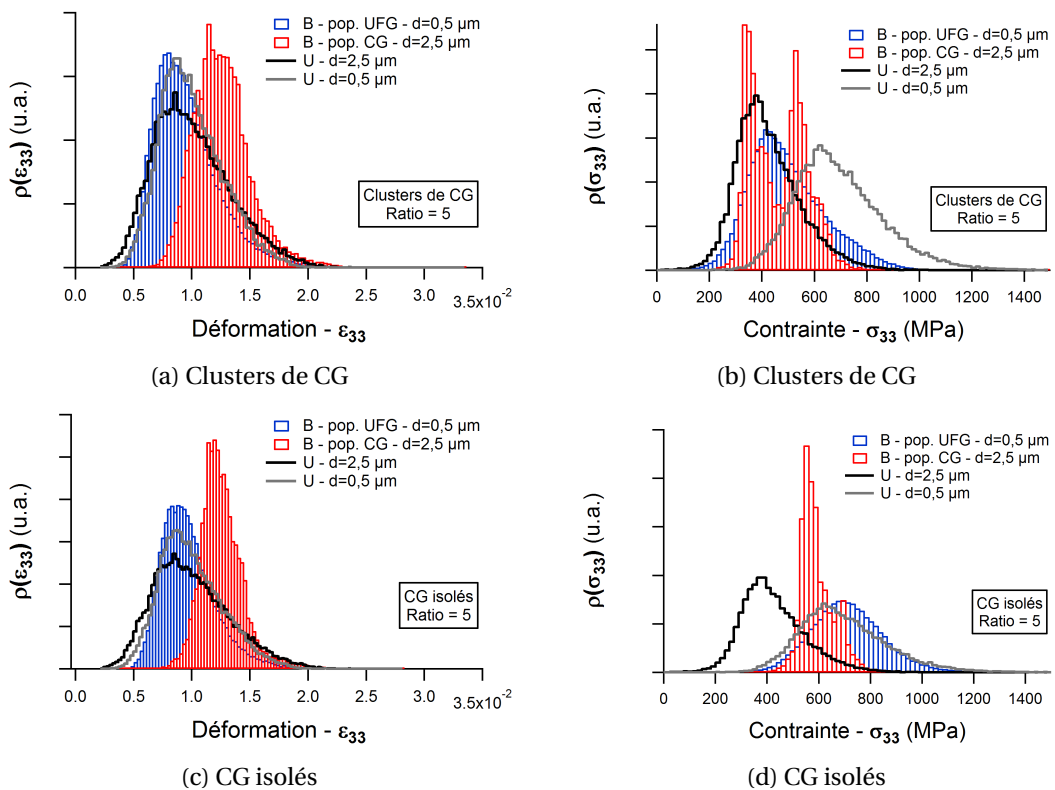


FIGURE 5.25 – Fonctions des densités de probabilités pour (a,c) la déformation et (b,d) la contrainte. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu m$ . A titre de comparaison, dans chaque cas, la fonction de densité de probabilités des cas unimodaux avec des tailles moyennes proches de celles des CG et des UFG sont tracées.

### Densités de dislocations

Les équations constitutives, basées pour certaines sur des observations physiques, du modèle de Tabourot font appel à la densité de dislocations en tant que variable interne. Nous proposons d'analyser les champs de cette variable dans deux agrégats, figure 5.26 : le premier composé de clusters de CG et le second de CG isolés. Indépendamment de la morphologie de la population de CG, les plus fortes densités de dislocations se concentrent dans certains grains ultrafins de la matrice tandis que les CG présentent quant à eux des densités de dislocations plus faibles de l'ordre de  $1.10^{14} \text{ m}^{-2}$ . La morphologie de la population de CG semble avoir un effet limité sur les densités de dislocations même si celles-ci semblent plus homogènes au sein de la matrice dans le cas où les CG sont clusterisés. Les clusters de CG permettraient donc de limiter la densité de dislocation au sein de la matrice, ce qui expliquerait la relaxation des contraintes observée à la figure 5.23b en opposition au cas où les CG sont isolés (fig. 5.24d).

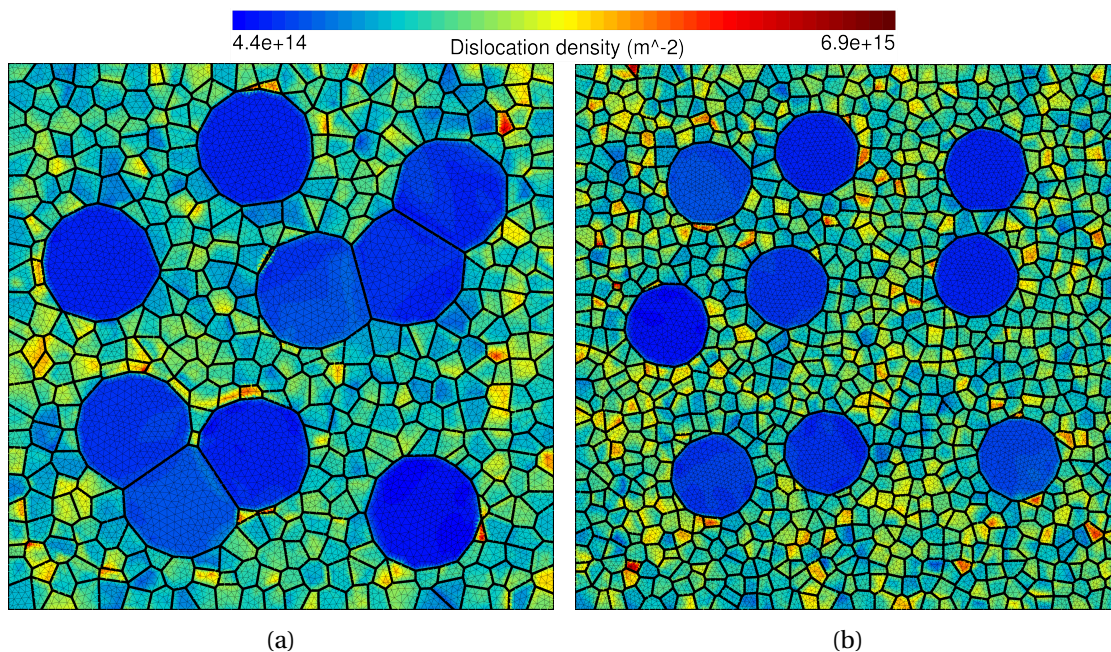


FIGURE 5.26 – Champs de densité de dislocations pour les agrégats bimodaux avec (a) des clusters de CG et (b) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains UFG est de  $0,5 \mu\text{m}$ . Direction de traction verticale et déformation totale 1%. Résultats obtenus avec le modèle quasi-physique de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains.

La figure 5.28 vient compléter les observations précédentes en traçant, pour les deux morphologies de CG, la densité de dislocations moyenne dans chaque élément en fonction de leur distance au joint de grain. Les densités de dislocations les plus élevées sont associées



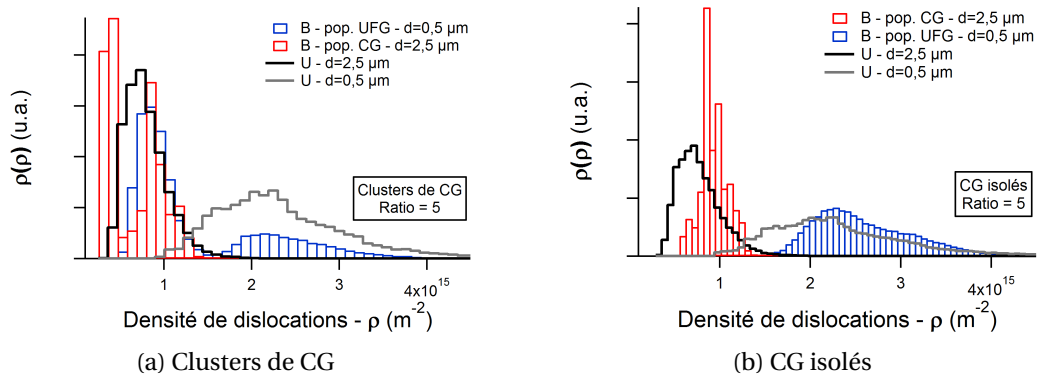


FIGURE 5.27 – Fonctions des densités de probabilités pour les densités de dislocations. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu\text{m}$ . A titre de comparaison, dans chaque cas, la fonction de densité de probabilités des cas unimodaux avec des tailles moyennes proches de celles des CG et des UFG sont tracées.

aux éléments proches des joints de grains ainsi qu’au sein des grains de la matrice (distance au joint de grain  $< 0,4 \mu\text{m}$ ). Pour les éléments les plus éloignés des joints de grains (comme dans les CG par exemple), les densités de dislocations locales restent faibles et appuient les remarques réalisées sur les champs de la figure 5.26.

Les fonctions de densités de probabilités relatives à la densité de dislocations moyenne par élément de la figure 5.27 montre, de manière similaire aux PDF en contrainte de la figure 5.25, un fort couplage dans le cas bimodal avec des clusters de CG (fig. 5.27a). Que ce soit au sein des CG ou des UFG, on observe deux zones distinctes en terme de densité de dislocations : une zone où la densité de dislocations est plus faible que dans les cas unimodaux associés et une zone où les niveaux de densité sont similaires à ceux obtenus dans les cas unimodaux. On observe cette fois l’effet du couplage entre CG et UFG au sein des deux populations de taille de grains. Cet effet n’est pas visible pour des CG isolés (fig. 5.27b). Dans ce cas, les niveaux de densité de dislocations au sein des deux populations sont proches de ceux des unimodaux correspondants.

Enfin, la figure 5.29 trace les déformations/contraintes locales par élément en fonction de leurs distances aux joints de grains. Une échelle de couleur est également ajoutée afin de connaître les densités de dislocations associées. En présence de clusters de CG les déformations locales tendent à être légèrement plus dispersées (fig. 5.29a) que dans le cas où les CG sont isolés (fig. 5.29c). Dans le cas des CG isolés (fig. 5.29c), les valeurs locales de déformation au sein des CG évoluent de la façon suivante en fonction de la distance au joint de grain : à cœur celles-ci sont comprises entre 0,01 et 0,015 tandis qu’à mesure que la distance au joint de grain diminue, une partie des éléments sont sujets à des niveaux de déformation plus éle-

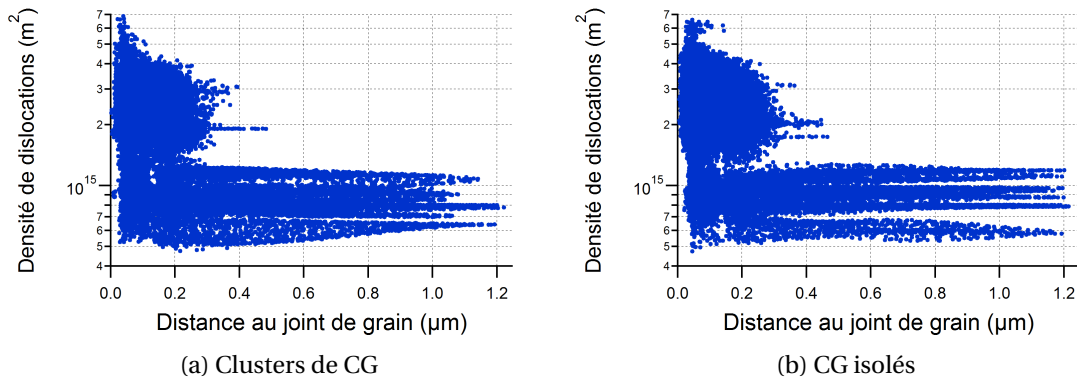


FIGURE 5.28 – Densité de dislocations en fonction de la distance au joint de grain : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu m$ .

vés. Dans le cas où les CG forment des clusters, cette zone de déformations modérées à coeur est plus limitée et les CG/clusters de CG présentent des niveaux de déformation locales très dispersés même à coeur. Les bandes de déformations observées à la figure 5.23a peuvent expliquer ces niveaux de déformations locales très variables (de 0,0075 à 0,025).

Les contraintes locales (figs. 5.29b et 5.29d) sont, quant à elles, peu sensibles à la morphologie de la population de CG. Les plus petits grains et les éléments les plus proches des joints de grains concentrent les contraintes les plus élevées associées à des niveaux de densités de dislocations supérieurs à  $3 \cdot 10^{15} m^{-2}$ . C'est aussi pour les plus petites distances aux joints de grains que l'on observe le plus de dispersion sur les niveaux de contrainte. A l'inverse, dans les CG et à de plus grandes distances des joints de grains les contraintes observées localement sont moins dispersées et restent comprises entre 400 et 700 MPa.

Ces analyses des champs en fonction de la distance aux joints de grains permettent de retrouver certaines tendances qui avaient été observées dans les travaux de Barbe *et al.* [97] avec un polycristal à distribution unimodale et la loi de Méric-Cailletaud : des déformations et des contraintes faiblement dispersées au coeur des grains et qui se dispersent largement à l'approche des joints de grains. Les analyses présentées ici sont préliminaires et seront complétées pour déterminer l'effet moyen de la distance aux joints de grains : si en moyenne les champs dépendent peu de la distance aux joints de grains avec la loi de Méric-Cailletaud sans effet de taille et un polycristal unimodal [97], en est-il de même pour les modélisations de bimodaux avec prise en compte des effets de taille ou avec un modèle basé sur les densités de dislocations? Par ailleurs, que ce soit dans un bimodal ou dans un unimodal, existe-t-il des corrélations entre les différentes variables du comportement et comment évoluent-elles en fonction de la distance aux joints de grains? D'après les diagrammes de la figure 5.29, les réponses ne sont pas évidentes.

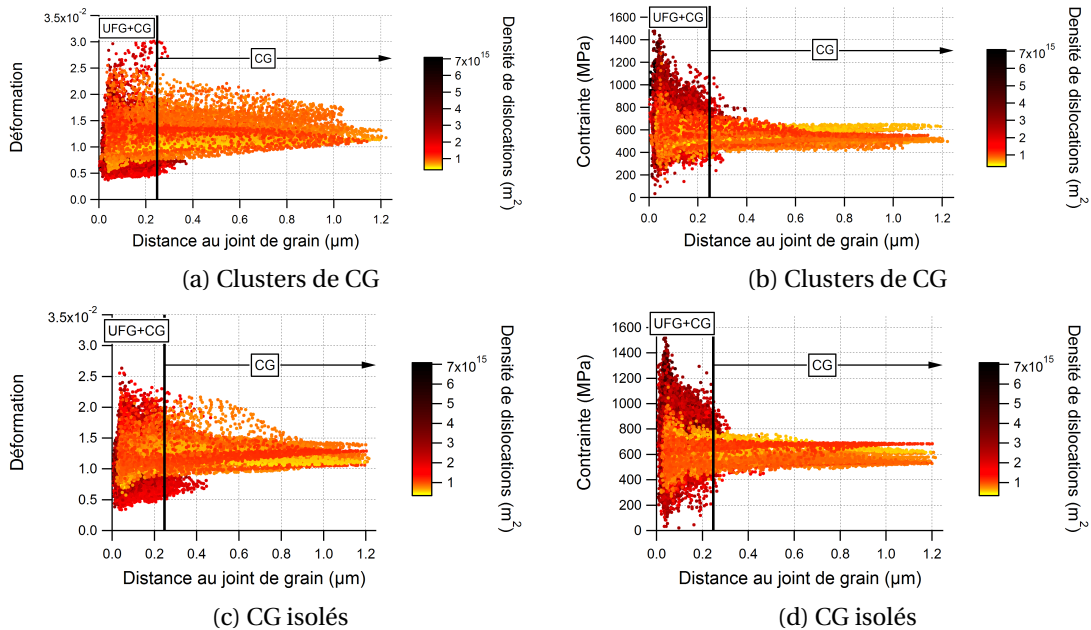


FIGURE 5.29 – (a,c) Déformation et (b,d) contrainte moyennée sur chaque élément après 1% de déformation totale. La densité de dislocations pour chaque élément considéré est représentée par une échelle de couleurs. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu m$ .

### 5.3.2 Mise en perspective de la prise en compte de la taille de grains

Après avoir vu un corpus de résultats obtenus avec deux lois de comportement en plasticité cristalline, on peut se demander quelles sont les différences, si elles existent, entre l'approche phénoménologique de la loi Méric-Cailletaud et celle basée sur la physique de Teodosiu-Raphanel-Tabourot.

Pour cela, on s'intéresse en premier lieu aux réponses macroscopiques à travers les courbes de traction de la figure 5.30. Pour les deux morphologies de CG étudiées ici (clusters de CG (fig. 5.30a) et CG isolés (fig. 5.30b)), les conclusions sont similaires :

- pour une matrice FG avec une taille de grains moyenne de  $d_{FG}=2 \mu m$ , les réponses mécaniques obtenues avec les deux lois de comportement sont toutes deux proches de la courbe expérimentale bimodale (3/15  $\mu m$  - 75/25%).
- les différences sont plus marquées en ce qui concerne la matrice à grains ultrafins ( $d_{UFG}=0,5 \mu m$ ) : le modèle de Méric-Cailletaud présente une limite d'élasticité plus importante que celle du modèle de Tabourot qui, quant à lui, semble mieux décrire l'écroutissement du matériau.

Ces observations peuvent être complétées par la figure de synthèse 5.31 qui trace les limites

d'élasticité pour les différents cas de la figure 5.30. Les tendances observées entre clusters de CG et CG isolés avec le modèle de Méric-Cailletaud reste les mêmes avec le modèle de Tabourot : la limite d'élasticité est plus faible dans le cas où les CG forment des clusters.

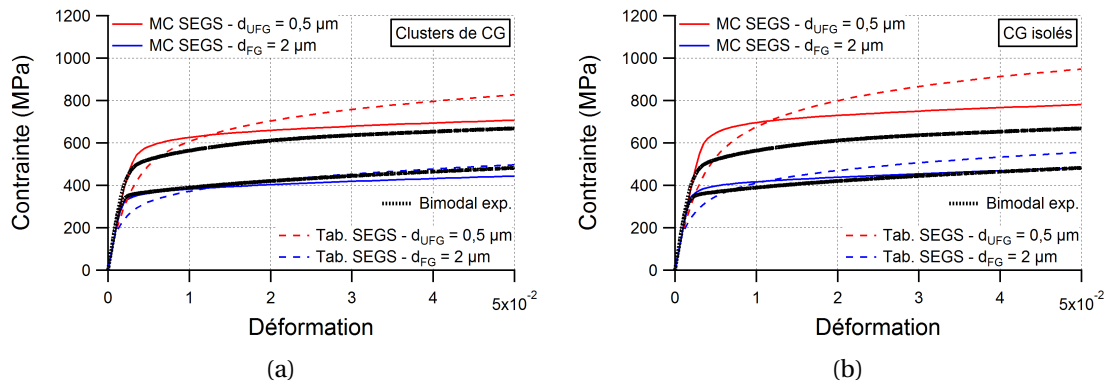


FIGURE 5.30 – Courbes de traction macroscopiques obtenues avec les modèles de Méric-Cailletaud et de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu m$  et  $2 \mu m$ . MC = Méric-Cailletaud; Tab. = Tabourot; SEGS = Size Effect : Grain Size.

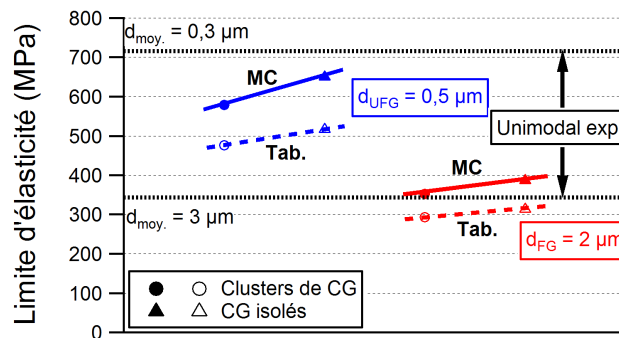


FIGURE 5.31 – Figure de synthèse reprenant les limites d'élasticité des agrégats bimodaux avec clusters de CG et CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu m$  et  $2 \mu m$ . Les résultats obtenus avec les modèles de Méric-Cailletaud et Teodosiu-Raphanel-Tabourot sont représentés.

La figure 5.32 compare les champs de déformation et de contrainte obtenus avec les deux lois de comportement utilisées dans cette partie. Les niveaux de contrainte et les zones de

concentrations de contrainte restent les mêmes (*cf.* figs. 5.32b et 5.32d) indépendamment de la loi de comportement utilisée. Le champ de déformation est plus hétérogène avec le modèle de Méric-Cailletaud, avec la présence de bandes de déformation très marquées, tandis que ces bandes, bien que toujours présentes, localisent moins les déformations avec le modèle de Tabourot. Dans ce dernier cas, les déformations locales sont réparties entre les CG et la matrice UFG ce qui donne un champ de déformation plus homogène en terme de niveaux locaux. Cette différence pourrait être liée aux équations constitutives des deux lois de comportement.

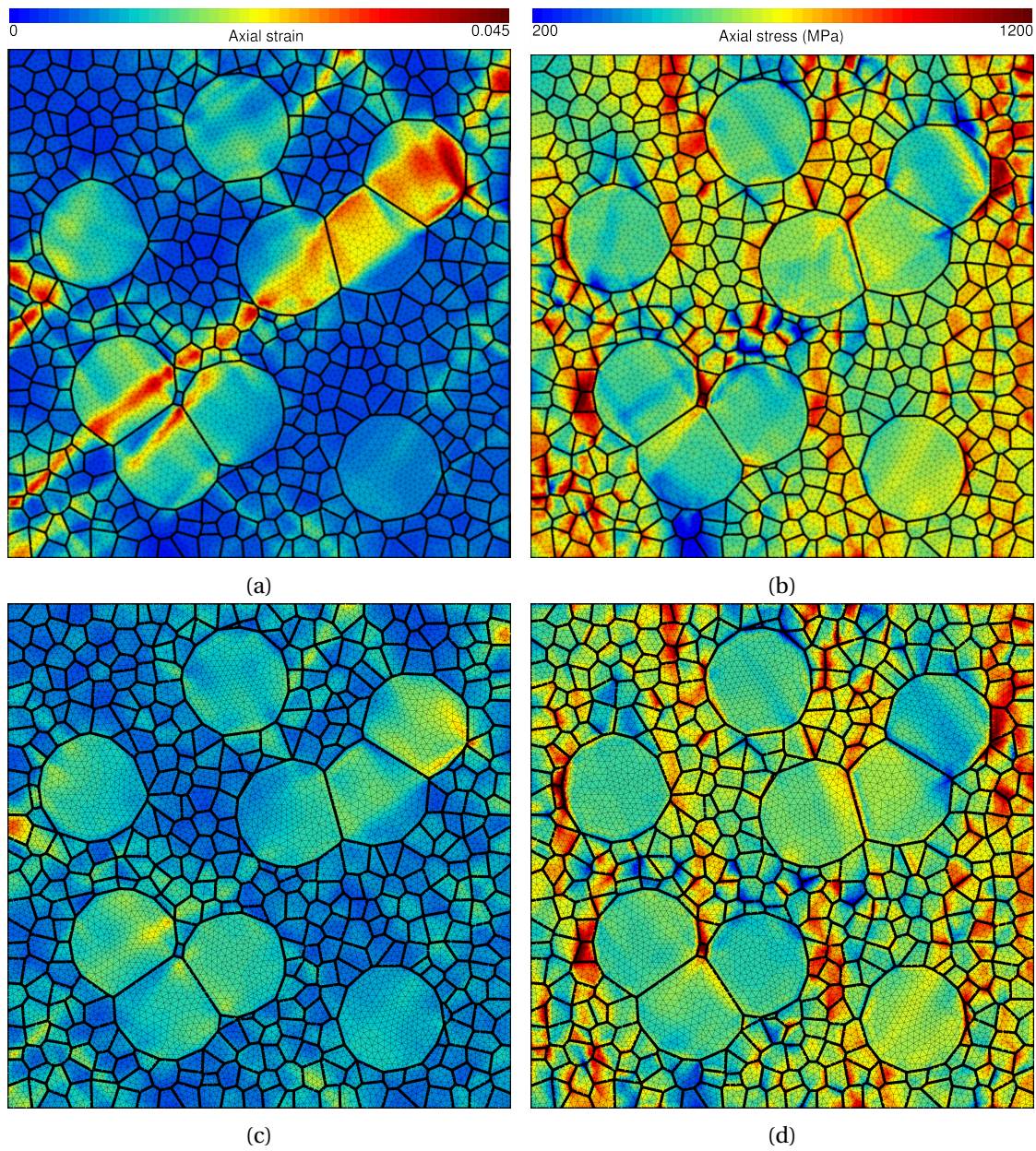


FIGURE 5.32 – Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour le même agrégat bimodal avec des clusters de CG. Les modèles utilisés sont (a,b) celui de Méric-Cailletaud et (c,d) celui de Teodosiu-Raphael-Tabourot. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains UFG est de  $0,5 \mu\text{m}$ . Direction de traction verticale et déformation totale 1%.

## 5.4 Conclusions et perspectives

Les résultats numériques présentés dans ce chapitre sont destinés à être le point de départ d'une étude plus complète et exhaustive de l'influence de plusieurs descripteurs microstructuraux sur le comportement mécanique des systèmes bimodaux. Les résultats préliminaires présentés ici ont néanmoins permis de définir et d'investiguer :

- les conditions limites adéquates pour des agrégats polycristallins 2D-extrudés et 3D,
- le volume élémentaire représentatif en 2D-extrudé pour les agrégats bimodaux : 9 CG sont ainsi nécessaires afin d'obtenir une convergence des propriétés effectives,
- l'influence des orientations cristallographiques des CG et des UFG sur les réponses macroscopiques et locales dans le cas de microstructures bimodales modèles (*i.e.* régulières),
- l'influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations, en particulier celle des CG, sur le comportement.

L'étude associée à la taille de grains de la matrice (U)FG et à la morphologie de la population de CG a été étendue à l'utilisation de deux lois de comportement. Les réponses mécaniques des agrégats ont ainsi pu être analysées à deux degrés différents de précision par rapport à la physique du comportement des cristaux dans un agrégat.

La prise en compte de la taille effective de chaque grain au sein de la loi de comportement de Méric-Cailletaud a souligné la présence de zones de localisation des déformations à l'échelle locale. Dans le cas où les CG forment des clusters la déformation localise notamment sous la forme de bandes de déformation. Ces bandes s'initient dans les CG et se propagent ensuite de cluster en cluster suivant les directions de cisaillement maximales orientées à 45° par rapport à la direction de traction. Les contraintes locales tendent, quant à elles, à se concentrer aux interfaces CG/(U)FG perpendiculairement à la direction de traction, là où les incompatibilités de déformation entre les CG et la matrice sont les plus importantes. Cet effet de concentration de contrainte aux interfaces est d'autant plus marqué dans le cas où les CG sont isolés.

L'utilisation de la loi de comportement de Teodosiu-Raphanel-Tabourot, plus proche de la physique, a complété les résultats obtenus avec le modèle de Méric-Cailletaud. Ces nouveaux résultats, obtenus avec la prise en compte de la taille effective, là aussi, de chaque grain, ont permis une corrélation entre réponses locales et densités de dislocations. Les densités de dislocations, bien qu'hétérogènes, sont plus élevées au sein de la matrice (U)FG que dans les CG. Les contraintes locales les plus importantes semblent ainsi être associées aux grains présentant les plus fortes densités de dislocations. De même, la proximité des joints de grains tend à localement concentrer les contraintes et augmenter les densités de dislocations. Au regard des déformations locales, celles-ci sont réparties de manière plus homogène que dans le cas du modèle phénoménologique de Méric-Cailletaud : on devine toujours des bandes de déformations (dans les mêmes zones spatiales) mais cet effet est moins marqué. Dans ce cas, la

matrice (U)FG se déforme plus et les bandes de déformation au sein des CG/Clusters de CG présentent des niveaux de déformation plus modérés.

D'après ces résultats, un travail, à la fois sur les formulations et sur l'identification des paramètres matériau, semble encore nécessaire afin d'améliorer la représentativité des lois de comportement notamment vis-à-vis des matériaux à grains ultrafins et à distribution bimodale de taille de grains. L'utilisation des lois de comportement prenant en compte la distance au joint de grain présentées dans le chapitre 4 peuvent notamment permettre une modélisation plus précise des champs locaux mais l'identification des paramètres matériau doit encore être améliorée et certains d'entre eux (telles que les densités locales de dislocations) nécessitent d'être validés avec des observations expérimentales (MET par exemple).

La figure 5.33 présente les perspectives de l'utilisation de ces lois de comportement avec prise en compte de la distance aux joints de grains : avec ce formalisme on modélise plus finement les densités de dislocations à proximité des joints de grains (fig. 5.33h). Les champs de déformation et de contrainte s'en trouvent modifiés avec, par exemple, des concentrations de contrainte plus marquées aux interfaces et également au sein des clusters de CG. Les bandes de déformation à 45° par rapport à la direction de traction (fig. 5.33c) ainsi que les canaux de plus faible contrainte entre les CG dans la direction de traction (fig. 5.33f) sont quant à eux toujours présents avec cette loi de comportement. Ce formalisme présente des perspectives intéressantes afin d'accroître la précision des modèles vis-à-vis de la prise en compte des effets de taille et des interfaces.

L'utilisation d'agrégats 3D bimodaux est également à l'étude afin, notamment, d'introduire et d'étudier les effets de nouveaux descripteurs microstructuraux tels que, par exemple, la notion de percolation des populations de taille de grains sur le comportement mécanique. Bien qu'une étude précise du volume élémentaire représentatif pour un agrégat bimodal 3D semble encore nécessaire, les développements réalisés au cours de ces travaux constituent une base de travail aux études à venir. A titre d'illustration, la figure 5.34 présente un cas bimodal 3D et les champs associés obtenus avec le modèle de Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains.



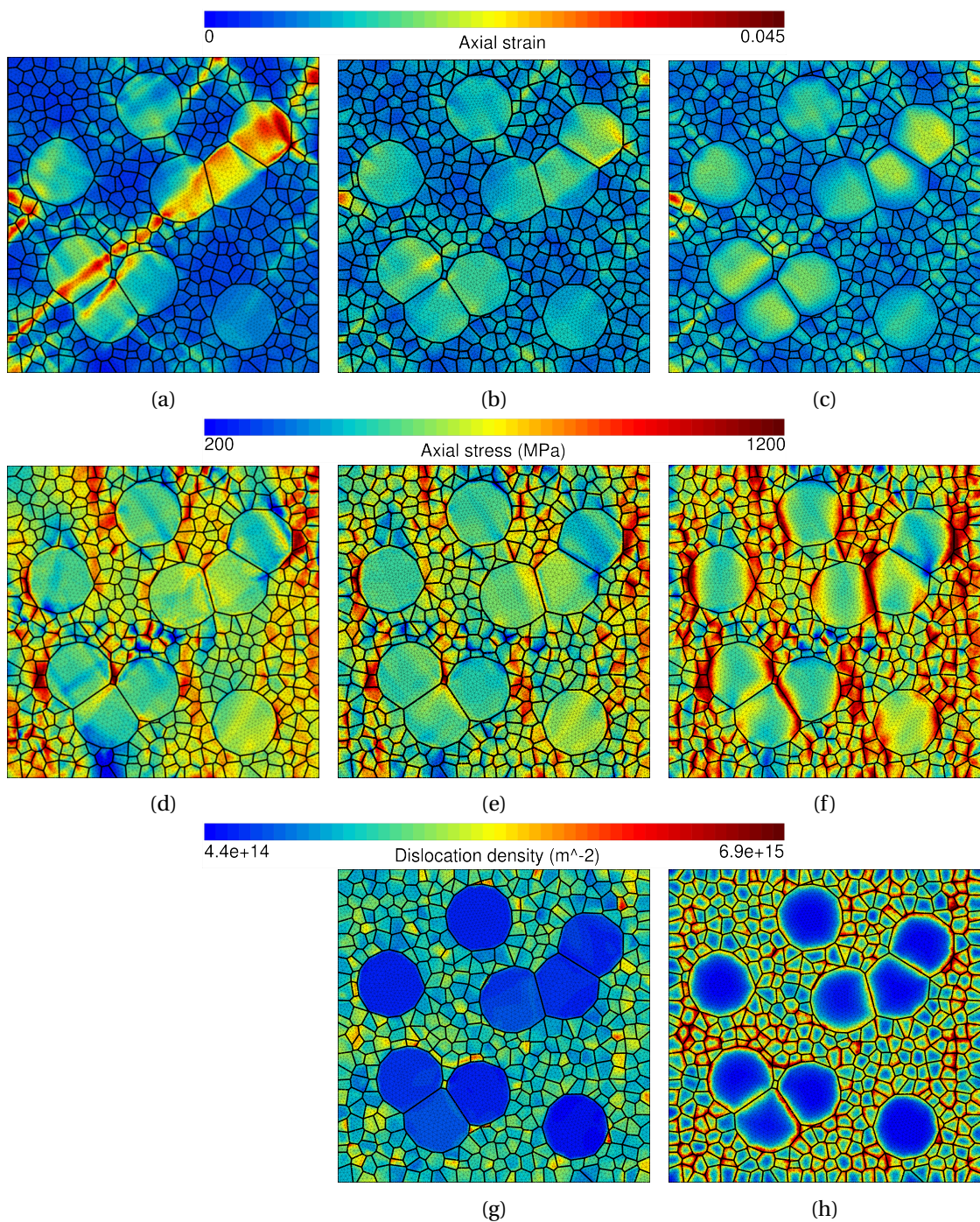


FIGURE 5.33 – Champs (a,b,c) de déformation, (d,e,f) de contrainte et (g,h) de densités de dislocations pour le même agrégat bimodal (clusters de CG). Les lois de comportement utilisées sont celles de : (a,d) Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain, (b,e,g) Tabourot avec prise en compte de la taille de grain et (c,f,h) Tabourot avec prise en compte de la distance aux joints de grains. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains UFG est de  $0,5 \mu\text{m}$ . La direction de traction est verticale.

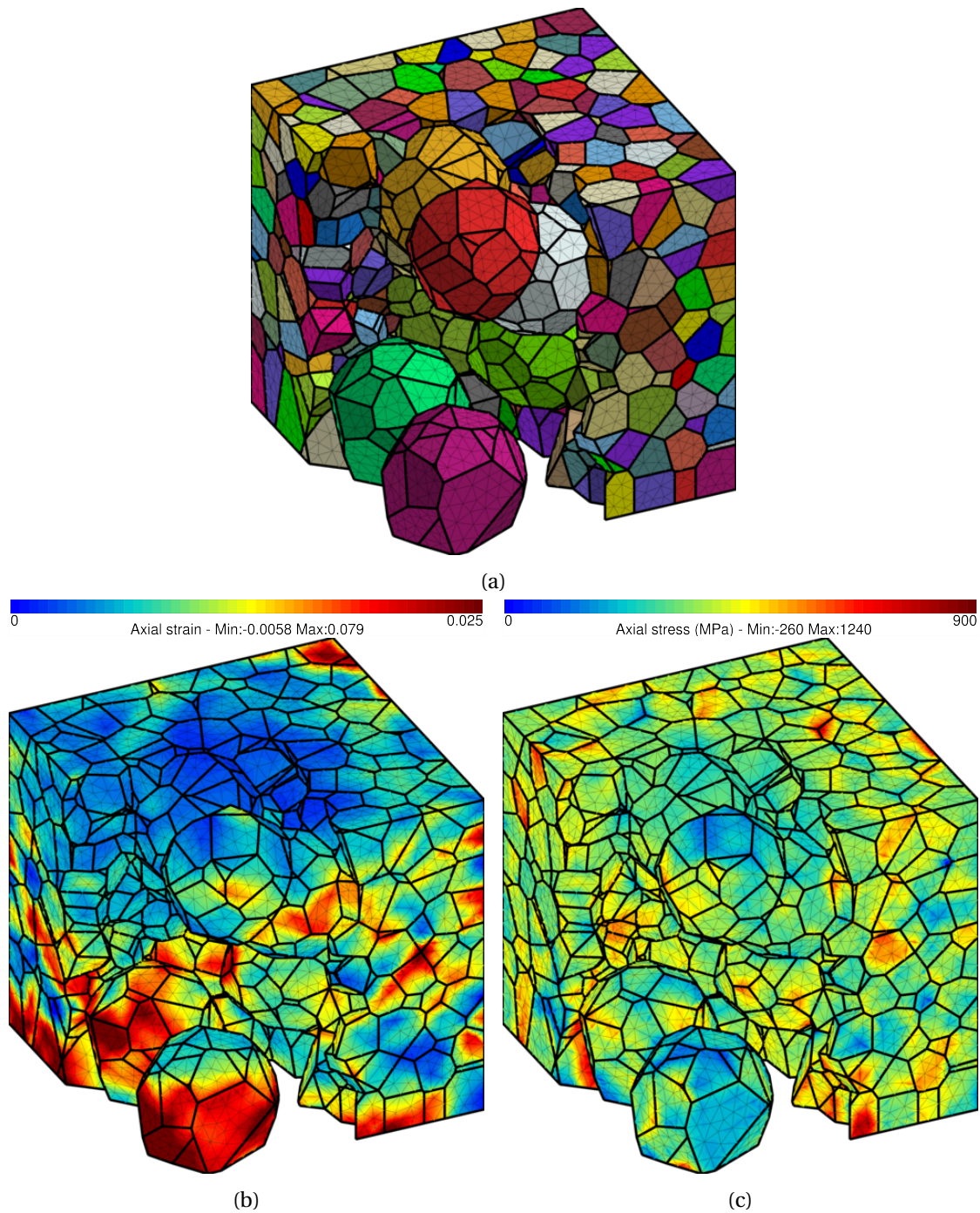


FIGURE 5.34 – Agrégat bimodal 3D : (a) microstructure et champs (b) de déformation et (c) de contrainte. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de  $0,5 \mu m$ . La direction de traction est verticale.



## **Discussion et conclusion**



# Discussion

Les résultats expérimentaux obtenus, notamment sur les échantillons issus de la métallurgie des poudres, ont permis une meilleure compréhension des mécanismes de plasticité au sein des matériaux à distribution bimodale de taille de grains. L'utilisation de la partition des contraintes sur des essais de charges-décharges couplée à l'analyse de fractographies MEB et à une caractérisation préalable des microstructures nous renseigne sur les interactions entre UFG et CG et leurs influences sur le comportement mécanique des échantillons. Ce chapitre de discussion a donc pour but de mettre en perspectives les résultats, expérimentaux et numériques, obtenus. On s'intéressera en particulier au rôle de la distribution bimodale sur les mécanismes de déformation et de rupture, puis de manière plus détaillée à l'influence de la contrainte interne au sein de ces alliages. Enfin on mettra en évidence le rôle des caractéristiques microstructurales, notamment l'influence des distributions statistiques de taille de grains et des répartitions spatiales des grains, sur le comportement mécanique des systèmes bimodaux.

## Rôle de la distribution bimodale sur les mécanismes de déformation et de rupture

L'analyse du comportement des échantillons unimodaux montre une très faible ductilité, notamment pour les échantillons présentant les tailles de grains les plus fines. L'écroutissage de ces échantillons est très élevé aux premiers instants de la déformation plastique avec l'apparition d'un nouveau stade d'écroutissage (noté stade I') pour lequel  $\sigma=10000$  MPa. Au vu des capacités limitées d'écroutissage des grains ultrafins, une contrainte seuil est rapidement atteinte et la présence d'oxydes aux interfaces précipite l'endommagement des interfaces. Cet endommagement est, dans un premier temps, caractérisé par la rupture de pente sur la loi de Hall-Petch puis ensuite par la rupture des échantillons. En d'autres termes, les mécanismes classiques de mouvement et stockage des dislocations sont limités par les faibles tailles de grains et conduisent rapidement à des concentrations de contrainte aux joints de grains. La rupture est ensuite pilotée par la présence des oxydes : on observe des cupules de petites dimensions, très proches des tailles de grains caractérisées avant essai, caractéristiques d'une rupture ductile intergranulaire.

Dans le cas des matériaux à distribution bimodale de taille de grains, la présence de grains de taille conventionnelle au sein de la matrice à grains ultrafins semble retarder la rupture du matériau. Les gros grains, grâce à une capacité et des mécanismes d'écroutissage plus classiques, apportent au matériau une ductilité améliorée. Dans le cas du 316L élaboré par métallurgie des poudres et frittage flash, les résultats obtenus sur les échantillons bimodaux sont prometteurs bien que le gain de ductilité reste faible, en particulier dans les cas où la matrice est à grains ultrafins (*cf.* fig. 6.1a). La disposition hétérogène des CG au sein de la matrice ainsi que la présence d'oxydes aux joints de grains limitent la déformation plastique à rupture. En

comparaison, l'échantillon bimodal harmonique de 316L (0,02/3,5  $\mu m$  - 48/52%) obtenu par Fujiwara *et al.* [44] présente un meilleur compromis résistance mécanique / ductilité avec une limite d'élasticité proche des 500 MPa et une déformation plastique à rupture autour de 0,35. Dans ce cas, la meilleure qualité des interfaces (obtenue grâce à un contrôle strict de tout risque de contamination à l'oxygène tout au long du processus d'élaboration) ainsi que le caractère harmonique de la microstructure permettent d'optimiser le comportement mécanique en limitant les effets néfastes associés aux incompatibilités de déformation et aux concentrations de contrainte qui en résultent.

Lorsque la taille des grains de la matrice (U)FG n'est plus ultrafine et/ou lorsque la fraction volumique de grains (U)FG devient trop faible, la limite d'élasticité reste proche de celle des échantillons unimodaux correspondants. Dans ce cas, l'effet du caractère bimodal de la microstructure est limité sur le comportement mécanique.

Avec la seconde voie d'élaboration proposée dans ce travail, les problèmes liés à l'oxydation du matériau sont écartés. Dans cette approche top-down, la bimodalité du matériau est obtenue par une succession de transformations de phase respectivement par laminage puis traitements thermiques. La littérature sur le sujet s'est principalement intéressée à la possibilité de réaliser des matériaux à grains ultrafins, mais peu de travaux ont été dédiés à l'obtention d'échantillons bimodaux (lorsque ceux-ci ont été rencontrés, ils n'ont pas été considérés comme une opportunité d'innovation à explorer plus en profondeur). Le compromis résistance mécanique / ductilité obtenu pour nos échantillons offre de belles perspectives. Par rapport aux propriétés effectives d'échantillons unimodaux UFG de 304L tirées de la littérature [165, 166], on observe, notamment en terme d'écrouissage et de contrainte ultime, des propriétés mécaniques améliorées dans les cas bimodaux (*cf.* fig. 6.1b). Les travaux d'Ameyama *et al.* ont montré des propriétés mécaniques similaires sur des microstructures bimodales harmoniques. Le gain observé en terme d'écrouissage et de contrainte ultime est dans ce cas associé à la formation privilégiée de GND aux interfaces UFG/CG [47]. Un mécanisme similaire pourrait donc être à l'origine de l'amélioration de l'écrouissage observée sur nos échantillons.

Indépendamment de la voie d'élaboration, la simulation numérique permet aussi de mettre en évidence le rôle des CG sur la distribution de la déformation (fig. 6.2). Sur la figure 6.2a on observe clairement la localisation de la déformation dans les CG sous la forme de bandes de déformation. La matrice (U)FG se déforme, quant à elle, relativement peu et cet effet tend à s'accroître à des niveaux de déformation totale plus élevés (fig. 6.2b). Cette dernière figure représente les densités de probabilités de la déformation axiale dans les deux populations de taille de grains, pour 1 et 5% de déformation totale. A mesure que la déformation totale de l'agrégat augmente, on s'attend donc à observer des incompatibilités de déformation entre la matrice et les CG toujours plus importantes.

Les faciès de rupture d'un échantillon unimodal et d'un autre bimodal, présentés dans la section 3.2 et rappelés ici à la figure 6.3, tendent à confirmer les observations précédentes. La rupture est similaire dans les deux échantillons : celle-ci semble donc s'initier au sein de





est près de 200 MPa supérieure à celle du cas unimodal. La présence des CG semble donc permettre un écrouissage supérieur du matériau associé à des phénomènes de relaxation de contrainte (au sein des CG et également dans la matrice UFG) ce qui a pour conséquence une amélioration à la fois de la ductilité du matériau et de sa contrainte ultime.

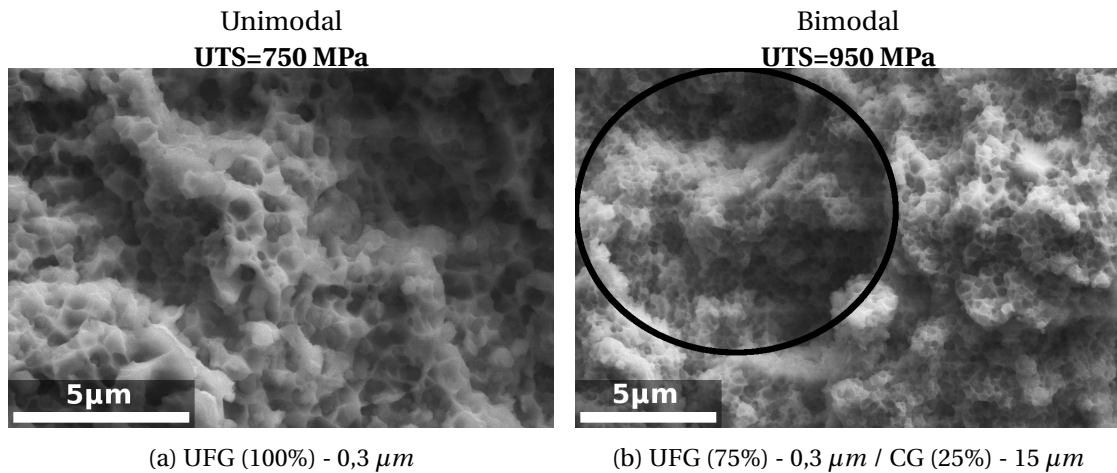


FIGURE 6.3 – Faciès de rupture pour un échantillon (a) unimodal et (b) bimodal. L'échantillon unimodal présente la même taille de grain que la matrice UFG de l'échantillon bimodal. Dans le cas bimodal, la zone entourée en noir désigne la position qui était occupée par un cluster de CG avant la rupture.

Ainsi, cette similarité des mécanismes de rupture montre que la présence de CG, en localisant les niveaux de déformation les plus élevés (fig. 6.2), contribue à relaxer les contraintes internes intergranulaires responsables de la rupture des interfaces.

## Rôle des caractéristiques de la distribution bimodale sur les réponses locales

Les essais de charges-décharges permettent, si l'on connaît la taille de grains, d'estimer les contraintes intergranulaires. En suivant le formalisme proposé par plusieurs auteurs [12, 141, 142], les composantes de la contrainte d'écoulement peuvent s'écrire à l'aide des équations suivantes :

$$\Sigma = \Sigma_{\text{eff}} + X \quad (6.1)$$

$$\Sigma_{\text{eff}} = \frac{\Sigma - \Sigma_r}{2} + \frac{\Sigma^*}{2} \quad (6.2)$$

Où  $\Sigma_{\text{eff}}$  représente la partie athermique de la contrainte,  $\Sigma^*$  la partie thermique et  $X$  la contrainte interne. Ces trois composantes peuvent aussi être étudiées avec le formalisme de Hall-Petch [12, 142] :

$$\Sigma_{\text{eff}} = \Sigma_{\text{eff}0} + \frac{k_{\Sigma_{\text{eff}}}}{\sqrt{d}} \quad (6.3)$$

$$\Sigma^* = \Sigma^*_0 + \frac{k_{\Sigma^*}}{\sqrt{d}} \quad (6.4)$$

$$X = X_0 + \frac{k_X}{\sqrt{d}} \quad (6.5)$$

$d$  représente ici la taille de grains moyenne. Ainsi, dans le cas des échantillons bimodaux, en utilisant la taille de grains moyenne obtenue par analyses MEB/EBSD il est possible de comparer les contraintes internes des matériaux à distribution unimodale et bimodale à l'aide du formalisme de Hall-Petch.

La figure 6.4 illustre pour deux niveaux de déformation ( $\varepsilon_t=0,003$  : fig. 6.4a et  $\varepsilon_t=0,03$  : fig. 6.4b) la relation de Hall-Petch pour les contraintes internes et effectives des échantillons uni- et bimodaux obtenus par SPS. Aux premiers instants de la déformation ( $\varepsilon_t=0,003$  : fig. 6.4a), on remarque une nette diminution des contraintes internes dans le cas des échantillons bimodaux avec les tailles de grains moyennes les plus faibles par rapport aux unimodaux UFG. Cette différence diminue ensuite aux niveaux de déformation supérieurs ( $\varepsilon_t=0,03$  : fig. 6.4b). La présence des CG influence le comportement global des échantillons bimodaux par la relaxation d'une partie des contraintes au sein du matériau ce qui conduit à une ductilité améliorée tout en conservant le gain en résistance mécanique apporté par la matrice UFG. Ces résultats soulignent également la nécessité de prendre en compte des descripteurs de second ordre afin de décrire les échantillons bimodaux car la seule taille de grains moyenne n'est pas capable de rendre compte du couplage qu'il semble exister entre matrice UFG et CG.

Cette relaxation des contraintes est aussi visible sur les champs de contrainte obtenus pour des agrégats bimodaux (fig. 6.5) dont le comportement mécanique est simulé grâce au modèle de Méric-Cailletaud (résultats similaires avec la loi de Tabourot). Deux cas sont ici analysés : un avec des clusters de CG et un autre avec des CG isolés.

Dans le cas de gros grains clusterisés (fig. 6.5a), on peut observer la présence de zones de concentration / relaxation de contrainte autour des CG. Dans la direction de traction, la présence de CG semble limiter les contraintes dans la matrice à proximité des CG. À l'inverse, on observe des zones de concentration de contrainte dues aux incompatibilités de déformation entre CG et UFG suivant la perpendiculaire à la direction de traction. La présence de clusters de CG tend à exacerber la localisation sous forme de bandes de déformation au sein des CG et dans la matrice alentour (cf. fig. 6.2a). Ces bandes de déformation sont orientées à  $45^\circ$  par rapport à la direction de traction ce qui correspond à la direction de cisaillement maximale. De telles bandes sont observables dans les polycristaux unimodaux comme dans les composites matrice-inclusion.

Dans le cas où les CG sont isolés (fig. 6.5b), les concentrations de contrainte au sein de la matrice tendent à augmenter et les canaux de relaxation de contrainte sont moins marqués

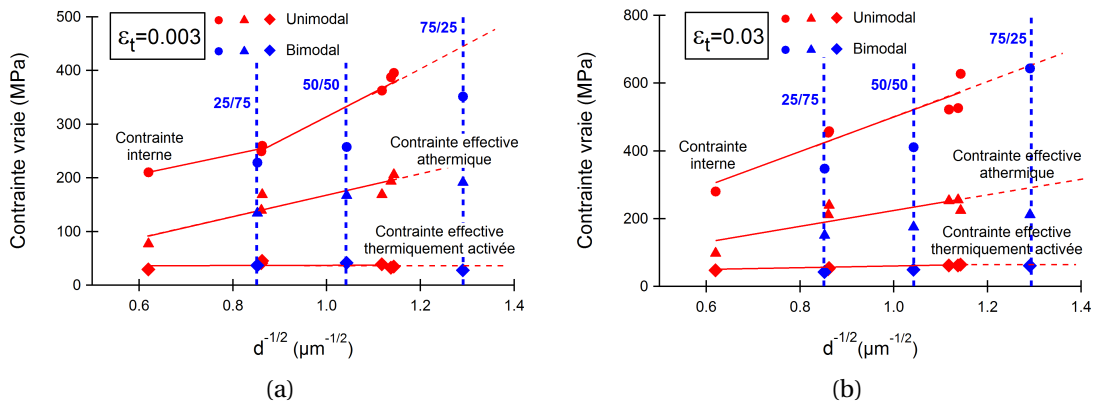


FIGURE 6.4 – Partition des contraintes appliquée sur les échantillons uni- et bimodaux élaborés par métallurgie des poudres avec l’utilisation du formalisme de Hall-Petch pour une déformation totale  $\epsilon_t$  de (a) 0,003 et (b) 0,03. Dans le cas des échantillons bimodaux, les fractions volumiques des différentes populations ((U)FG%/CG%) sont rappelées sur les figures.

que dans le cas où les CG forment des clusters.

L’utilisation de lois de comportement dont les équations constitutives sont basées sur les phénomènes physiques associés aux mouvements et interactions des dislocations peut permettre d’affiner l’analyse des champs locaux. La figure 6.6, reprise du chapitre 5, montre la répartition des contraintes au sein de deux agrégats bimodaux : un présentant des clusters de CG et l’autre des CG isolés. La figure 6.6a souligne l’existence d’interactions particulières non négligeables entre CG et UFG au regard des contraintes dans le cas où les CG sont clusterisés. Dans cette configuration (fig. 6.6a), les clusters de CG supportent une partie des contraintes de la matrice tout en conservant des zones où la contrainte reste relativement faible (du même ordre de grandeur environ que dans le cas d’un agrégat unimodal de taille de grains moyenne équivalente à celle des CG). Cet effet n’est pas visible lorsque les CG sont isolés : dans ce cas (fig. 6.6b), les CG supportent des contraintes plus élevées que dans le cas unimodal 100% CG mais celles-ci restent inférieures à celles vues par la matrice UFG.

La figure 6.7 représente les densités de probabilités de la contrainte (fig. 6.7a) et de la densité de dislocations (fig. 6.7b) dans la matrice UFG et dans les CG pour deux niveaux de déformation totale 1 et 5%. A faible niveau de déformation, la distribution des contraintes est fortement hétérogène dans le cas des CG comparativement à la matrice UFG tandis que pour les densités de dislocations, cette hétérogénéité est retrouvée pour les deux populations de grains. Pour ces faibles niveaux de déformation, les incompatibilités de déformation entre matrice UFG et CG sont maximales ce qui engendre une augmentation de la contrainte et des densités de dislocations aux niveaux des interfaces comparativement aux cœurs des grains. Ce phénomène induit en retour les distributions hétérogènes de contrainte et de densité de dislocations du fait des interactions entre les deux populations de grains. Avec une augmen-

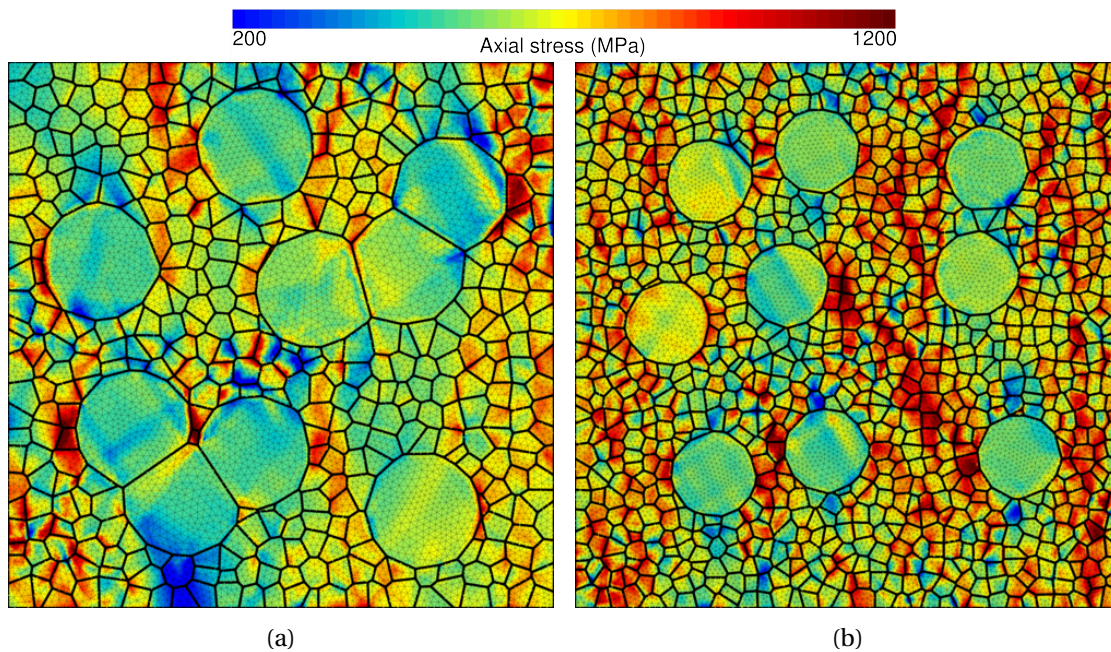


FIGURE 6.5 – Champs de contrainte (axiale) d'un échantillon bimodal avec (a) des CG clusterisés et (b) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 avec une taille d'UFG autour de  $0,5 \mu\text{m}$ . Loi de comportement Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains.

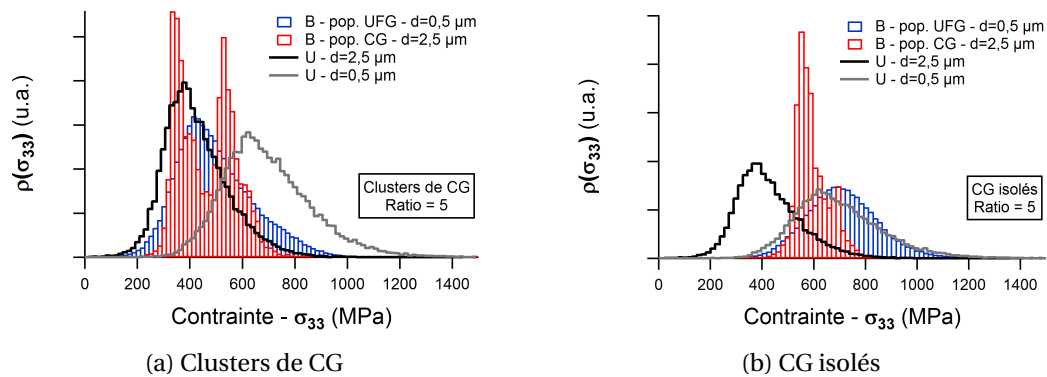


FIGURE 6.6 – Fonctions des densités de probabilités pour la contrainte axiale : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu\text{m}$ . Ces résultats sont obtenus avec la loi de Tabourot.

tation de la déformation, ces hétérogénéités disparaissent du fait d'une homogénéisation du comportement au sein de chaque population mais aussi entre les deux populations, ces dernières ayant accomodé leurs incompatibilités de déformation lors de l'écroutissage.

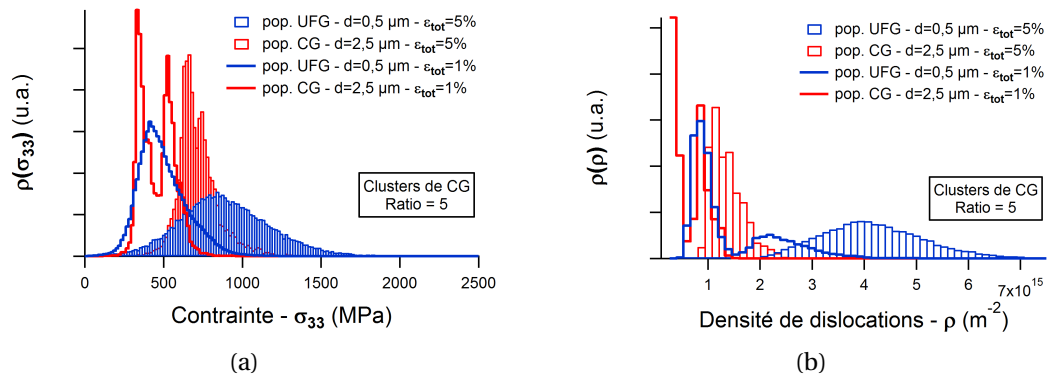


FIGURE 6.7 – Fonctions des densités de probabilités pour (a) la contrainte (axiale) et (b) la densité de dislocations pour un agrégat bimodal avec CG clusterisés. Les valeurs utilisées sont celles après 1% et 5% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de  $0,5 \mu\text{m}$ . Ces résultats sont obtenus avec la loi de Tabourot.

La mise en parallèle des champs de densité de dislocations et des champs de contrainte peut, par ailleurs, mettre en évidence des zones avec de fortes concentrations de contrainte et d'autres dans lesquelles les contraintes sont plus faibles. Les incompatibilités de déformation entre grains d'orientations différentes dans la matrice et également entre les CG et les (U)FG tend à localement augmenter les densités de dislocations. La figure 6.8 illustre ces propos avec deux morphologies de CG. Ces champs sont obtenus avec la loi de comportement de Teodosiu-Raphanel-Tabourot et avec une prise en compte de la distance aux joints de grains dans l'équation d'évolution des densités de dislocations.

Ces résultats viennent encore une fois appuyer les observations réalisées jusqu'à présent : la présence de CG, et notamment sous forme de clusters, permet de limiter localement les densités de dislocations et ainsi les zones de concentrations de contrainte associées (figs. 6.8a et 6.8b). Les CG forment alors des canaux de relaxation de contrainte dans la direction de traction ce qui, au vu des analyses expérimentales en partition des contraintes et des faciès de rupture, accroît la capacité d'écroutissage du matériau et lui confère une ductilité améliorée par rapport à un échantillon 100% UFG.

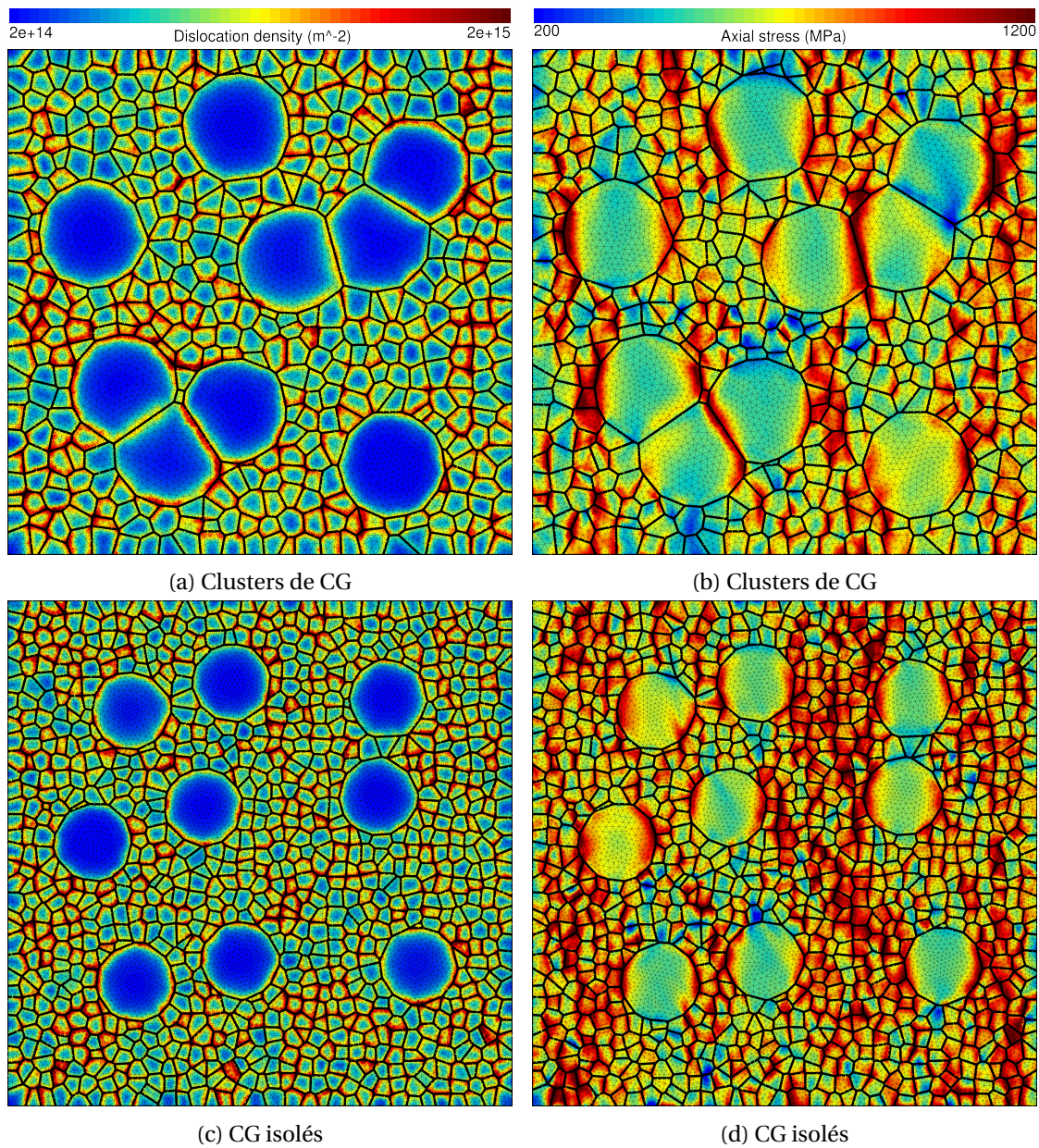


FIGURE 6.8 – Champs de (a,c) densité de dislocations et (b,d) contrainte (axiale) d'échantillons bimodaux avec CG clusterisés et isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG et ici de 5 avec une taille d'UFG autour de  $0,5 \mu\text{m}$ . Les résultats présentés ici sont obtenus avec la loi de Tabourot avec effet de distance aux joints de grains.



# Conclusions et perspectives

## Conclusions

Une des clés du développement industriel pour de nombreuses applications technologiques impliquant des sollicitations mécaniques repose sur l'utilisation de matériaux présentant à la fois une résistance mécanique et une ductilité élevées. Une stratégie pour aller dans ce sens repose sur les distributions bimodales de taille de grains : le matériau est ainsi composé d'une matrice à grains ultrafins lui apportant de la résistance mécanique et de grains de taille conventionnelle, sous forme d'inclusions, lui conférant sa ductilité.

Après une revue bibliographique des travaux, expérimentaux et numériques, menés sur des échantillons à grains ultrafins et à distribution bimodale de taille de grains, la portée de cette thèse a pu être définie. Bien qu'un certain nombre d'études de la littérature se soient intéressées à ce sujet, peu d'entre-elles ont fait le choix d'une étude systématique de l'influence des distributions de tailles de grains et de la morphologie des populations.

Notre étude s'est concentrée sur des échantillons d'aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L. Ce choix est motivé par leur utilisation industrielle, notamment dans les secteurs du transport, et les nombreuses études existantes, au sein de notre équipe de recherche et dans la littérature, sur ces alliages. Dans un souci de maîtrise fine des microstructures en présence, une première partie de ce travail s'est focalisée sur l'élaboration et sur la caractérisation microstructurale des échantillons obtenus. Après avoir détaillé les paramètres et conditions des deux procédés d'élaboration mis en œuvre, les tailles de grains en présence, les fractions de chaque population, ainsi que les oxydes et/ou phases en présence sont analysés. Neuf types d'échantillons bimodaux différents de 316L ont ainsi pu être synthétisés par métallurgie des poudres et frittage flash, représentatifs d'une large gamme de caractéristiques microstructurales en termes de tailles de grains et de proportions mises en combinaison. L'optimisation du procédé reposant sur les traitements thermomécaniques a, par ailleurs, permis la réalisation de plusieurs échantillons bimodaux présentant des distributions de taille de grains différentes.

Pour chaque échantillon, plusieurs éprouvettes de traction ont été réalisées afin d'effectuer des essais de traction simple et de charges-décharges. Dans la majorité des cas, ces essais ont été triplés afin de quantifier la dispersion expérimentale associée. L'analyse de ces essais a permis de créer une base de données des propriétés mécaniques en traction simple d'échantillons bimodaux avec des tailles de grains et fractions volumiques de chaque population variables. Les essais de charges-décharges ont, quant à eux, contribué à une meilleure compréhension des mécanismes de déformation au sein des échantillons bimodaux. L'analyse combinée des résultats issus de la partition des contraintes et des faciès de rupture a montré que la présence de grains de taille conventionnelle au sein d'une matrice à grains ultrafins permettait la relaxation d'une partie des contraintes internes, notamment aux pre-



miers instants de la plasticité, et limitait ainsi les concentrations de contrainte locales. Les mécanismes de rupture semblent être similaires entre échantillons à grains ultrafins unimodaux et échantillons bimodaux. La relaxation d'une partie des contraintes, notamment aux interfaces CG/UFG permet, en revanche, un écrouissage et une ductilité accrues du matériau dans le cas bimodal. On observe ainsi une augmentation à la fois de la contrainte ultime et de l'allongement à rupture. Les meilleurs compromis résistance mécanique / ductilité semblent être obtenus pour des échantillons présentant une matrice à grains ultrafins (UFG) et pour un ratio de taille entre les deux populations de 10. Afin d'observer une augmentation marquée de la limite d'élasticité du matériau, la fraction volumique de CG ne doit pas être trop élevée. Dans nos échantillons, au delà de 25% de CG, la limite d'élasticité chute et les propriétés mécaniques se rapprochent de celles d'un échantillon unimodal 100% CG.

Les analyses numériques proposées viennent appuyer ces résultats expérimentaux tout en permettant d'étendre l'étude à de nouvelles caractéristiques microstructurales telle que la morphologie des populations de taille de grains. Afin de contrôler ces caractéristiques, une méthodologie basée sur la tessellation de Laguerre-Voronoi a été établie. En s'inspirant de propositions de la littérature, des modifications ont été apportées à deux lois de plasticité cristalline existantes - l'une phénoménologique et l'autre quasi-physique, basée sur les densités de dislocations - afin de tenir compte explicitement d'une longueur interne dans la microstructure. Cette longueur interne peut être choisie comme étant la taille du grain considéré et agit sur le comportement moyen du grain; elle peut aussi être choisie comme étant la distance qui sépare le point considéré du joint de grain le plus proche, traduisant alors l'influence d'un joint de grain sur le comportement local intragranulaire. La modification apportée à la loi quasi-physique pour introduire cette longueur interne correspond à une proposition originale. Le terme introduit dans la loi d'évolution des densités de dislocations est destiné à rendre compte de manière simple de l'influence des joints de grains sur le taux de production de dislocations géométriquement nécessaires. Après avoir présenté la méthodologie employée pour identifier les paramètres matériaux de ces lois de comportement, en particulier ceux qui interviennent dans les termes de dépendance à la longueur interne, une première étude est réalisée afin de définir un volume élémentaire représentatif.

Des études plus complètes sont ensuite présentées, notamment sur l'influence des distributions de taille de grains (taille des grains de la matrice UFG et ratio de taille entre CG et UFG) et sur différentes morphologies (*i.e.* distributions spatiales) notamment concernant la population de CG. L'utilisation de deux lois de comportement en plasticité cristalline, l'une phénoménologique et l'autre quasi-physique, précise les analyses sur l'influence des divers paramètres microstructuraux mis en jeu. On montre ainsi la présence de bandes de localisation de la déformation au sein des agrégats bimodaux avec clusters de CG ainsi que des interactions importantes entre CG et UFG pour cette morphologie, notamment au regard des contraintes locales. Ces observations viennent appuyer celles réalisées sur nos échantillons expérimentaux qui présentent une morphologie de CG similaire : la présence de clusters de CG au sein d'une matrice UFG, en localisant les déformations, permet une relaxation des contraintes notamment le long de canaux de faible contrainte dans la direction de traction à

proximité des CG. Ce couplage est plus faible dans le cas où les CG sont isolés, même si les conclusions observées restent, dans une moindre mesure, similaires.

## **Perspectives**

A la suite de cette étude sur les alliages à distributions bimodales de taille de grains, les perspectives restent nombreuses, tant sur le plan expérimental que numérique.

L'élaboration à la fois de microstructures modèles dans lesquelles la distribution de taille et la morphologie des populations sont très bien maîtrisées ainsi que l'obtention d'échantillons bimodaux selon des procédés conventionnels en production de masse sont des voies qui doivent continuer à être développées.

La métallurgie des poudres associée à des procédés de synthèse (comme le frittage flash dans notre cas) propose déjà des résultats très intéressants, notamment dans le cas des microstructures bimodales harmoniques, mais la compréhension des mécanismes de déformation dans ces matériaux doit encore être améliorée. L'élaboration de matériaux multi-modaux ou à gradients de taille de grains est aussi une voie d'étude prometteuse. Les gradients de taille permettant de limiter les hétérogénéités locales entre populations, ce type de matériaux pourraient permettre d'obtenir un très bon compromis résistance mécanique / ductilité. D'un autre côté, les techniques d'élaboration associées à ces alliages "modèles" limitent souvent la taille des échantillons obtenus et, de ce fait, les applications industrielles de ceux-ci. Il semble donc nécessaire de s'intéresser également à des voies d'élaboration plus conventionnelles et d'en optimiser les paramètres afin d'obtenir des échantillons bimodaux à plus grande échelle.

Dans cette optique, les procédés classiques reposant sur des traitements thermomécaniques semblent être adaptés à l'élaboration d'échantillons bimodaux. Même si les propriétés mécaniques des échantillons présentés dans ces travaux sont prometteuses, une étude plus fine, à la fois microstructurale et mécanique, est encore nécessaire afin d'étudier l'influence de l'histoire du procédé sur le comportement mécanique du matériau final.

En ce qui concerne le comportement mécanique et les mécanismes de déformation, un travail, à la fois sur les essais et sur les analyses, pourrait apporter des réponses supplémentaires. Ainsi la réalisation d'essais interrompus sur certains échantillons caractérisés dans ces travaux permettrait d'appuyer les analyses réalisées jusqu'à présent et également d'aider à la validation des lois de comportement mises en œuvre dans la partie numérique. L'étude de ces échantillons par microscopie à balayage et/ou à transmission permettrait une meilleure compréhension des mécanismes de déformation notamment au regard des densités de dislocations et du rôle des interfaces CG/UFG. L'influence de la température sur le comportement mécanique des alliages bimodaux est-elle similaire à celle observée sur des échantillons unimodaux (diminution de la pente du diagramme de Hall-Petch, par exemple)? Lors d'essais en température, les propriétés mécaniques associées à la distribution bimodale de taille de grains sont-elles toujours prédominantes? En parallèle, la caractérisation des propriétés mécaniques cycliques et en fatigue d'échantillons bimodaux paraît une voie d'étude incontournable : les CG seront-ils responsables d'une augmentation de la durée de vie en fatigue par

leur capacité à relaxer les contraintes internes? Ou peuvent-ils conduire à une diminution de la durée de vie dans la mesure où ils sont le siège des localisations de déformation?

On peut également imaginer, toujours dans un esprit de valorisation industrielle de ces nouveaux alliages, des essais d'emboutissage et/ou de poinçonnage afin de caractériser la déformation et la rupture de nos matériaux dans des conditions proches de celles des procédés de mise en forme.

L'utilisation de la modélisation en tant qu'outil, tant sur le plan de la compréhension du comportement mécanique que sur le plan de l'ingénierie de matériaux à microstructures bimodales optimales au regard de leurs propriétés mécaniques, est prometteur. Bien que cette approche nécessite encore une identification précise des paramètres matériau utilisés et une extension des analyses en 3D pour confirmer les tendances observées en 2D, les lois de comportement à notre disposition aujourd'hui permettent toujours plus de s'approcher du comportement réel des matériaux. Que ce soit en prenant en compte explicitement les tailles de grains dans les lois de comportement, tel que cela a été proposé ici, ou avec un modèle à gradient rendant compte intrinsèquement d'effets de longueurs internes, la simulation numérique apporte une vision locale des champs de contrainte / déformation nécessaire à la compréhension des mécanismes de déformation. Au delà, la modélisation numérique telle qu'elle a été proposée dans cette étude pourra aisément être étendue à des comportements endommageants tel que cela est déjà proposé dans la littérature avec une modélisation à champs moyens, ou encore à l'analyse des probabilités de rupture par clivage; à cet égard, la rupture étant présumée intervenir dans la matrice à grains ultrafins, les grains de taille conventionnelle sont supposés constituer les barrières de propagation des fissures si bien que leur proportion comme leur répartition spatiale pourrait jouer un rôle majeur en augmentant la tortuosité dans la matrice.

Au vu de l'importance des morphologies des populations de taille de grains sur le comportement, des développements associés aux descripteurs microstructuraux des agrégats générés pourraient améliorer la modélisation des systèmes bimodaux. Les descripteurs microstructuraux d'ordre supérieur permettant de définir les caractéristiques morphologiques d'une population (distances de percolation, tortuosité) sont des outils à mettre en œuvre pour approfondir l'analyse des effets de microstructure.

Enfin, de manière plus générale, ces travaux ont montré qu'un couplage expérience - numérique était possible afin d'améliorer la compréhension des réponses mécaniques macroscopiques et locales de nouveaux alliages. Le développement de nouveaux moyens expérimentaux et les progrès toujours grandissants en terme de puissance de calcul devraient permettre, à l'avenir, la réalisation d'études couplées expériences-simulations toujours plus précises et rigoureuses. Le dialogue continu entre essais et calculs pourrait ainsi permettre une meilleure caractérisation et une optimisation des matériaux en fonction des propriétés mécaniques finales visées.



# Annexes



## Annexe A : procédé du frittage flash

Le frittage flash, à la différence des techniques de frittage conventionnelles telles que le compactage à chaud, permet d'obtenir des matériaux denses avec une croissance de grains limitée. Ceci est rendu possible par une montée en température rapide et homogène au sein du moule. Dans le cas du frittage flash (ou Spark Plasma Sintering - SPS), le moule et les poinçons en graphite sont traversés par un fort courant pulsé ce qui permet de limiter les gradients de température au sein du moule et résulte en une bonne densification de la poudre. Ce procédé se distingue principalement des techniques de frittage classiques par un chauffage par effet Joule beaucoup plus homogène que lorsque la montée en température est réalisée par une résistance chauffante.

La figure A.1a présente de manière schématique le dispositif SPS utilisé dans ces travaux. La poudre est comprimée entre deux poinçons suivant la direction verticale au sein du moule, les deux poinçons sont reliés aux électrodes par des spacers eux aussi en graphite et l'ensemble permet une transmission optimale du courant pulsé des électrodes à la poudre.

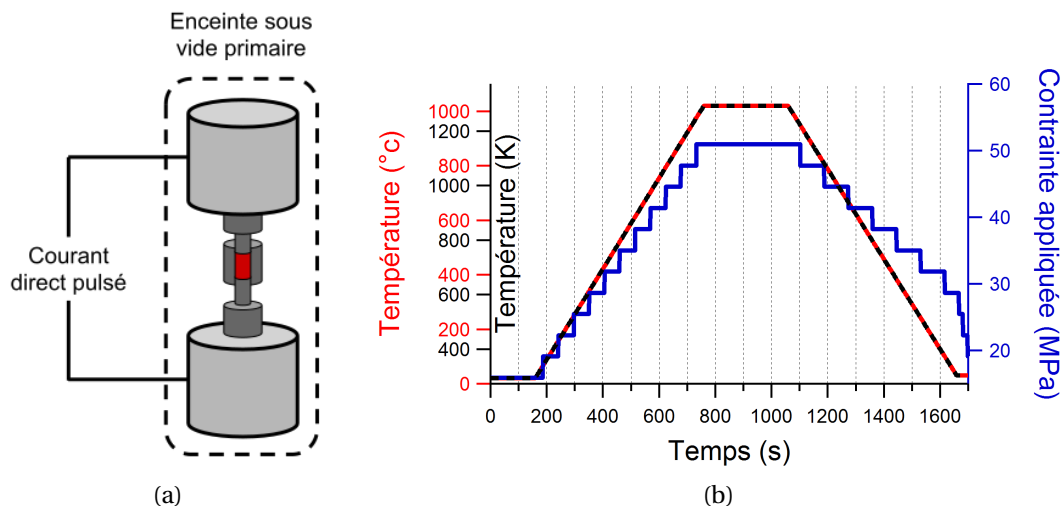


FIGURE A.1 – Procédé SPS : (a) représentation schématique du procédé et (b) courbes typiques d'un cycle SPS.

La figure A.1b, reprise du chapitre 2 de ce manuscrit, présente un cycle SPS typique. On y suit la montée en température et de la pression uniaxiale appliquée par les poinçons sur la poudre au cours du cycle. On peut noter que le frittage flash permet une montée rapide de la température (100 K/min) au sein du moule jusqu'à une température palier ici de 1313 K. Ce chauffage rapide combiné à une pression appliquée permet une synthèse rapide (palier de maintien de 300s) et l'obtention d'un matériau dense avec une croissance de grains limitée.



Les conditions de frittage présentées dans ce manuscrit sont basées sur des études préliminaires réalisées par G. Marnier *et al.* [32] et C. Keller *et al.* [33] dans le cadre du projet CMAIN porté par le LABEX EMC3.

L'étude, de manière systématique, des divers paramètres SPS sur le matériau dense final ont permis notamment de réaliser les observations suivantes :

- La température semble être le paramètre clé en ce qui concerne la bonne densification des échantillons.
- De longs temps de maintien à plus faible température tendent à favoriser la probabilité de croissance de grains.
- La pression semble avoir une influence plus limitée sur la densité des échantillons obtenus. Celle-ci doit néanmoins être suffisante afin de limiter les porosités.

Ces observations expliquent les paramètres procédés retenus (présentés au chapitre 2 de ce manuscrit) : on préférera une température palier pour le frittage assez élevée, une pression moyenne ainsi que des temps de maintien courts.

En terme d'observations microstructurales après synthèse, les grains ont des orientations cristallographiques aléatoires : le matériau obtenu ne présente pas de texture cristallographique et peut être considéré comme mécaniquement isotrope. On note en revanche l'apparition de macles induits thermiquement. Seule la température de maintien semble modifier le pourcentage de macles au sein de la microstructure avec une augmentation du nombre de macles plus la température est élevée. La pression et le temps de maintien semblent avoir un effet limité sur le pourcentage de macles [32].

## Annexe B : analyses MEB et EBSD

Cette annexe se veut être un complément aux résultats présentés au chapitre 2. Elle présente de manière plus détaillée les paramètres et conditions utilisés lors des analyses MEB / EBSD réalisées dans ces travaux.

La diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScatter Diffraction - EBSD) est une technique d'analyse microstructurale de surface. Après avoir impacté la surface de l'échantillon au sein de la chambre d'un MEB, les électrons rétrodiffusés sont captés par le détecteur EBSD. Les électrons qui satisfont la condition de Bragg sont canalisés ce qui permet l'observation des bandes de Kikuchi qui après indexation nous donne des informations cristallographiques sur le matériau analysé.

L'EBSD est utilisé dans notre cas afin d'obtenir des informations précises vis-à-vis des distributions de taille de grains et des orientations cristallographiques en présence. Cette technique peut également être utilisée afin d'obtenir et d'étudier les champs de désorientation locaux (Kernel Average Misorientation - KAM) même si ce type d'analyse n'a pas été réalisée de manière systématique ici principalement par manque de temps. D'autres types d'analyses similaires existent tels que le Grain Average Misorientation (GAM) ou le Grain Orientation Spread (GOS).

Du fait des faibles tailles de grains en présence dans nos échantillons (grains ultrafins d'environ 300 nm), le pas (ou step size) utilisé afin de réaliser nos cartographies EBSD a toujours été de 5 à 10 fois inférieur aux plus petites tailles de grains en présence. Ainsi pour un échantillon avec des grains ultrafins de 300 nm, la step size a été fixée entre 20 et 50 nm. Cette valeur de step size permet d'assurer un nombre de points d'analyse suffisants par grain afin d'obtenir des cartographies les plus précises possibles en terme de taille de grains et d'orientations cristallographiques locales.

En ce qui concerne les champs de désorientation locaux (KAM) réalisés dans ces travaux, ceux-ci ont été calculés sur la base des différences d'orientation entre un pixel donné et ses seconds voisins. Ce type de champs peut se révéler particulièrement intéressant dans le cadre d'essais in-situ avec des cartographies KAM réalisées à différents niveaux de déformation.



# Liste des figures

1.1	Illustration schématique des allongements élastique et plastique pour un monocristal orienté en glissement simple. . . . .	6
1.2	Description fine du glissement atomique : (a) énergie et cission résolue critique en fonction du déplacement d'un atome lors du glissement des plans atomiques et (b) schéma de principe du cisaillement. . . . .	6
1.3	Boucles de dislocation : (a) boucle de dislocation schématique présentant une dislocation vis, une dislocation coin et une dislocation mixte; (b) représentation 3D de cette boucle dans un réseau cristallin. . . . .	8
1.4	Cisaillement dans un monocristal : loi de Schmid et Boas [8] . . . . .	9
1.5	Courbes de traction monocristallines : (a) influence de l'orientation du monocristal et (b) stades d'écrouissage d'un monocristal orienté en glissement simple. Figures tirées de <i>Mechanical metallurgy</i> , G. Dieter, 1961 [5]. . . . .	11
1.6	Schéma descriptif de la formation des dislocations géométriquement nécessaires au premiers instants de la déformation plastique. Figures tirées de <i>The Deformation of plastically non-homogeneous materials</i> , M.F. Ashby, 1970 [1]. . . . .	12
1.7	Évolution des densités de dislocations statistiquement stockées (SSD – $\rho_S$ ) et géométriquement nécessaires (GND – $\rho_G$ ). Illustration de la dépendance de $\rho_G$ à la distance entre défauts de la microstructure $\lambda_G$ . Figure tirée de <i>The Deformation of plastically non-homogeneous materials</i> , M.F. Ashby, 1970 [1]. . . . .	13
1.8	Courbes d'écrouissage de polycristaux de cuivre et dépendance à la température. (a) Taux d'écrouissage $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ en fonction de la contrainte $\sigma$ et (b) $\sigma\theta$ en fonction de $\sigma$ . Figures tirées du travail de thèse de M. Biermann (1975) et publiées dans <i>Description of hardening curves of FCC single- and polycrystals</i> , H. Mecking, 1977 [10]. . . . .	14
1.9	Courbes de Hall-Petch pour différents niveaux de déformation et pour deux matériaux avec des énergies de faute d'empilement différentes : (a) Nickel et (b) acier inoxydable austénitique 316L. Dans ces figures, $k = k_{HP}$ et $\Sigma_0 = \sigma_0$ ; $\varepsilon_p$ correspond à la déformation plastique. Figures tirées des travaux de X. Feaugas et H. Haddou : <i>Grain-size effects on tensile behavior of nickel and AISI 316L stainless steel</i> , 2003 [12]. . . . .	16
1.10	Illustration du compromis possible entre résistance mécanique élevée et ductilité dans le cas du cuivre. La flèche indique deux cas de matériaux nanostructurés qui se démarquent de la tendance classique (tirets). Figure tirée des travaux de E. Ma, <i>Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals</i> , 2003 [15] et tracée à partir de données issues de la bibliographie. . . . .	17
1.11	Stratégies afin de limiter la perte de ductilité dans les matériaux (a) UFG ou NC, (b) Nano-macles (Nano-twins – NT), (c) Nanocristaux avec précipités, (d) matériaux dual- ou multiphases et (e) distribution bimodale de taille de grains. Figures tirées et adaptées de <i>Failure of metals III. Fracture and fatigue of nanostructured metallic materials</i> , A. Pineau et al., 2016 [14]. . . . .	18

1.12 Illustration des microstructures bimodales (a) hétérogènes (Heterogeneous – HG) et (b) harmoniques (Harmonic Structures – HS). Micrographies tirées des travaux de Z. Zhang <i>et al.</i> [46]. . . . .	21
1.13 Courbes obtenues en compression pour des échantillons de nickel pur élaborés par métallurgie des poudres et frittage flash : (a) Influence de la fraction volumique de grains ultrafins [52] et (b) influence de la vitesse de sollicitation [49] sur le comportement mécanique. . . . .	23
1.14 Limites d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture obtenues en compression pour des échantillons de fer pur ou d'alliages de fer UFG ou NC unimodaux [58–63] et comparaison avec les échantillons bimodaux des travaux de Zhang <i>et al.</i> [54] et Srinivasarao <i>et al.</i> [35]. . . . .	24
1.15 Réponses mécaniques tirées des travaux des équipes de K. Ameyama : (a) courbes de traction d'échantillons unimodaux et bimodaux d'acier inoxydable SUS304L [45–47] et (b) limites d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ et contrainte ultime à rupture $\sigma_{UTS}$ en fonction de, respectivement, l'allongement uniforme ( $A_U$ ) et l'allongement à rupture ( $A_R$ ) pour des échantillons de Cu [40, 56]. Tous les échantillons sont issus de la métallurgie des poudres. . . . .	26
1.16 Micrographies (a,b) MET et (c) MEB-HR d'un échantillon d'acier 304L. Types de martensite présents après un laminage à froid de 80% de réduction : (a) lattes de martensite ou (b) cellules de martensite (lattes entrecroisées). (c) Microstructure bimodale du même échantillon après un traitement thermique de réversion à 700°C pendant 300 minutes. Figures tirées des travaux de Sabooni <i>et al.</i> [84]. . . . .	29
1.17 Micrographies obtenues par MEB/EBSD. Échantillons laminés à froid (80% de réduction) puis traités thermiquement : (a) 800°C – 4 minutes, (b) 850°C – 4 minutes et (c) 950°C – 4 minutes. Figures tirées des travaux de Wu <i>et al.</i> [87]. . . . .	30
1.18 Courbes de traction d'échantillons d'acier inoxydable 304L bimodaux et unimodaux obtenus par laminage et traitements thermiques. Données issues des travaux de Ravi Kumar <i>et al.</i> [82, 85]. TTh H signifie traitement thermique d'homogénéisation. . . . .	31
1.19 Courbes contrainte-déformation obtenues avec le modèle phénoménologique de Phan <i>et al.</i> [102] pour des échantillons unimodaux de nickel. . . . .	36
1.20 Courbes contrainte-déformation obtenues avec l'approche S. Lefebvre basée sur une loi quasi-physique [103] modifiée afin de tenir compte des effets de taille [115]. . . . .	37
1.21 Champs de contrainte de Von Mises sur un agrégat de 6 grains cubiques [121]. Le modèle de plasticité à gradient de déformation est décrit plus précisément dans Keller <i>et al.</i> [121]. . . . .	38
1.22 Contrainte de Von Mises et densités de dislocations (GND et SSD) extraites le long de la ligne A de la figure 1.21. Modèle de plasticité à gradient et résultats tirés de Keller <i>et al.</i> [121]. . . . .	38

1.23 Résultats numériques obtenus avec des modèles macro-homogènes sur des distributions bimodales : (a) approche de Berbenni <i>et al.</i> [98] et (b) approche de Ramtani <i>et al.</i> [100]. . . . .	40
1.24 Champs de contrainte de Von Mises (gauche) et de déformation principale maximale (droite) obtenus avec le modèle phénoménologique de Magee <i>et al.</i> [135].	41
1.25 Microstructure (gauche), champs de contrainte de Von Mises (milieu) et de déformation (droite) obtenus avec le modèle phénoménologique de Méric-Cailletaux sur des polycristaux de zinc (0,5% de déformation totale). D'après Barbe <i>et al.</i> [137].	42
2.1 Description schématique de l'approche bottom-up par métallurgie des poudres et frittage flash (SPS). . . . .	48
2.2 Courbes d'évolution de la température et de la contrainte appliquée au cours du procédé de frittage flash. . . . .	50
2.3 Échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15 $\mu m$ ) d'acier inoxydable 316L obtenu par SPS : (a) cartographie EBSD et (b) distribution de taille de grains. . . . .	52
2.4 Échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15 $\mu m$ ) d'acier inoxydable 316L obtenu par SPS : (a) Figure de pôle 001 et (b) cartographie KAM. . . . .	53
2.5 Échantillons bimodaux d'acier inoxydable 316L par SPS : (a,c,e,g) cartographies d'orientations EBSD et (b,d,f,h) cartographies en code couleur relatives à la taille de grains. . . . .	54
2.6 Spectres DRX de deux échantillons unimodaux (15 $\mu m$ et 0,3 $\mu m$ ) et d'un échantillon bimodal (75/25% - 0,3/15 $\mu m$ ). . . . .	55
2.7 Observations MEBT d'échantillons d'acier inoxydable 316L obtenus par SPS : (a) échantillon unimodal avec une taille moyenne de 0,3 $\mu m$ et (b) échantillon bimodal (75% UFG / 25% CG). Images MEBT réalisées par X. Sauvage. ((a) High-angle annular dark-field image et (b) Bright-field image.) . . . . .	56
2.8 Description schématique de l'approche top-down par laminage à froid (Cold-Rolling - CR) et traitements thermiques (Heat Treatments - HT). . . . .	57
2.9 Évolution de la dureté (Vickers - HV) et du pourcentage de ferrite $\alpha$ (ici associée à la martensite) au cours des passes successives de laminage à froid pour deux températures (273 K et 293 K, courbes supérieures et inférieures, respectivement).	58
2.10 Spectres DRX pour différents échantillons d'acier inoxydable 304L obtenus par laminage à froid. . . . .	59
2.11 Description schématique des évolutions microstructurales au cours du laminage à froid (Cold-Rolling - CR) et des traitements thermiques (Heat Treatments - HT). . . . .	61
2.12 Analyses EBSD de l'échantillon de 304L après traitement d'homogénéisation (1000°C - 3h) : (a) cartographie d'orientations et (b) figures de pôles. . . . .	62
2.13 Échantillon de 304L après laminage à froid (0°C) déformé jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite). Images MEB/QBSD : (a) vue globale et (b) zoom. . . . .	62

2.14 Échantillons de 304L après laminage à froid (0°C) déformés jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite) puis premier traitement thermique de réversion (HT1). Images MEB/QBSD. . . . .	63
2.15 Échantillons de 304L après laminage à froid (0°C) déformés jusqu'à 52% de réduction d'épaisseur (~60% de martensite) puis premier traitement thermique de réversion (HT1) et second traitement de recristallisation (HT2). Images MEB/QBSD. . . . .	64
3.1 Schémas des géométries d'éprouvettes utilisées : éprouvettes de petites dimensions pour les échantillons obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash et éprouvettes utilisées pour les échantillons laminés. . . . .	68
3.2 Analyses des propriétés en traction : (a) courbe de traction complète, (b) zoom sur le début de la courbe afin d'obtenir la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ et (c) taux d'écrouissage ( $\theta$ ) par rapport à la déformation vraie. $\sigma_{UTS}$ correspond à la contrainte ultime (Ultimate Tensile Strength) et UE à l'allongement uniforme (Uniform Elongation). . . . .	69
3.3 Boucle d'hystérésis extraite d'un essai de charges-décharges. . . . .	70
3.4 Analyses des propriétés en traction des échantillons unimodaux UFG obtenus par SPS (série I) : (a) courbes de traction et (b) relation de Hall-Petch relative à la limite d'élasticité. . . . .	71
3.5 Taux d'écrouissage $\theta$ en fonction de la déformation vraie : (a) (U)FG unimodaux de la série I et (b) unimodaux avec des tailles de grains conventionnelles. . . . .	72
3.6 Images MEB des surfaces de rupture de deux échantillons unimodaux de la série I : (a) UFG (0,3 $\mu m$ ) and (b) CG (15 $\mu m$ ). . . . .	73
3.7 Courbes contrainte-déformation pour les échantillons bimodaux. La dernière figure (d) présente sur le même graphique les courbes des échantillons des séries III et IV. . . . .	74
3.8 Limite d'élasticité en fonction de la déformation plastique à rupture pour les échantillons uni- et bimodaux des quatre séries. . . . .	75
3.9 Limite d'élasticité en fonction de la fraction de CG pour les échantillons bimodaux : (a) série III (0,3/3 $\mu m$ ) et (b) série IV (0,3/15 $\mu m$ ). Dans les deux cas, les bornes de Voigt et Reuss sont également tracées. . . . .	76
3.10 Taux d'écrouissage $\theta$ en fonction de la déformation vraie : (a) série III (0,3/3 $\mu m$ ) et (b) série IV (0,3/15 $\mu m$ ). . . . .	77
3.11 Images MEB des surfaces de rupture des échantillons de la série IV (0,3/15 $\mu m$ ) : (a,b) 75%UFG/25%CG, (b,c) 50%UFG/50%CG et (d,e) 25%UFG/75%CG. . . . .	78
3.12 Contraintes interne et effective pour un échantillon unimodal ( $d=0,95 \mu m$ ) et un échantillon bimodal (75%UFG/25%CG, taille de grain moyenne $d=0,5 \mu m$ ). . . . .	79
3.13 Échantillons uni- et bimodaux obtenus par laminage à froid et traitements thermiques : (a) courbes de traction et (b) limite d'élasticité en fonction de l'allongement uniforme et contrainte ultime en fonction de la déformation plastique à rupture. . . . .	81
3.14 Évolution du taux d'écrouissage en fonction de la déformation pour les échantillons obtenus par laminage et traitements thermiques. . . . .	82

3.15	Limite d'élasticité (et contrainte ultime pour (b)) en fonction de l'allongement (uniforme et/ou ultime) de l'ensemble des échantillons uni- et bimodaux ((a) 316L et (b) 304L) élaborés dans ce travail. . . . .	84
4.1	Tessellations de Voronoi à 20 grains (a) sans régularisation des petites arêtes et (b) avec régularisation. Les points noirs correspondent aux germes des grains et les zones entourées en blanc sur la figure (b) permettent de repérer les zones dans lesquelles de petites arêtes ont été retirées. La dernière figure (c) est une tessellation de Voronoi avec 343 grains. Tessellations générées à l'aide du logiciel Neper [146, 150]. . . . .	89
4.2	Tessellation de Laguerre-Voronoi (régularisées) à 20 grains : (a) visualisation des germes et de leur poids associé et (b) microstructure finale. Tessellation générée à l'aide du logiciel Neper [146, 150]. . . . .	90
4.3	Tessellations (régularisées) à 20 grains : (a) tessellation de Voronoi et (b) tessellation de Laguerre-Voronoi. Les points noirs correspondent aux germes des grains. La dernière figure (c) est une tessellation de 343 grains obtenue avec un processus de type Laguerre-Voronoi. Tessellations générées à l'aide du logiciel Neper [146, 150]. . . . .	90
4.4	Génération des germes : (a) Position initiale des germes (les germes sont placés régulièrement dans le domaine en accord avec la taille des grains ultrafins), (b) la position de chaque germe est perturbée aléatoirement autour de leur position initiale, (c) et (d) les germes entourant le gros grain sont supprimés afin de laisser de l'espace pour la croissance de celui-ci. . . . .	92
4.5	Génération de la tessellation : les données d'entrée (positions spatiales et poids des germes) sont utilisées afin d'obtenir la tessellation finale. La tessellation contient à la fois les caractéristiques morphologiques (position, taille et forme des grains) et les propriétés cristallographiques de la microstructure. . . . .	93
4.6	Maillage d'une microstructure 2D. La stratégie de maillage utilisée (approche bottom-up : les maillages 2D et 3D sont basés sur les éléments 1D précédemment créés) et l'étape préliminaire de régularisation de la tessellation assurent une bonne qualité de maillage (pas de raffinement excessif aux joints de grains). . . . .	93
4.7	Taille de grain $d_g$ en 2D : chaque grain est représenté par un disque (resp. une sphère en 3D) de diamètre $d_g$ . . . . .	95
4.8	Distance au joint de grain $d_{gb}$ en 2D : une distance entre chaque élément et le joint de grain le plus proche est calculée. . . . .	96
4.9	Courbes contrainte-déformation obtenues avec l'approche S. Lefebvre basée sur une loi quasi-physique [103] modifiée afin de tenir compte des effets de taille [115]. . . . .	99
4.10	Courbes (a) contrainte-déformation et (b) densité de dislocations-déformation obtenues avec le modèle de Kocks-Mecking analytique [158] modifié afin de tenir compte des effets de taille en suivant le formalisme de l'équation 4.14. . . . .	100
4.11	Courbes de traction expérimentale et numérique après identification des paramètres matériau globaux. . . . .	101



4.12	Processus d'identification de $k^*$ : (a) Courbes de traction pour 4 tailles de grains différentes avec $k^*$ fixé. (b) Graphe de Hall-Petch et agrégats polycristallins utilisés pour l'identification. La pente du graphe de Hall-Petch obtenu à partir des courbes de traction numériques est comparée à la valeur expérimentale macroscopique afin de valider l'identification de $k^*$ . . . . .	104
5.1	Représentation schématique du même agrégat bimodal avec (a) un modèle macro-homogène constitué de deux matériaux différents et (b) un modèle polycristallin dans lequel chaque grain possède une orientation cristallographique et une taille de grain donnée. . . . .	112
5.2	Limite d'élasticité en fonction de la fraction volumique de CG pour les agrégats bimodaux utilisés dans ces travaux. Les bornes de Voigt sont également représentées pour chaque couple (U)FG - CG. CP = Crystal Plasticity; MH = Macro-Homogeneous. . . . .	112
5.3	Contrainte et déformation moyennes normalisées en fonction de la fraction volumique de CG pour les agrégats bimodaux utilisés dans ces travaux. Résultats obtenus pour une taille de grains moyenne de la matrice (U)FG de (a) $0,5 \mu m$ et de (b) $2 \mu m$ . PX = Polycrystal; CG = Coarse Grains; CP = Crystal Plasticity; MH = Macro-Homogeneous. . . . .	114
5.4	Champs locaux de (a,c) déformation et (b,d) contrainte obtenus respectivement avec le modèle (a,b) macro-homogène et (c,d) par plasticité cristalline (modèle Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain). La direction de traction est verticale. . . . .	115
5.5	Courbes de traction (1% de déformation totale) pour une microstructure bimodale avec 1 CG central et 84 UFG. Seules les orientations cristallographiques de la matrice UFG varient d'une réalisation à l'autre. . . . .	116
5.6	Fonctions de densité de probabilité de (a) la déformation et (b) la contrainte pour une microstructure bimodale avec un unique grain central. Les courbes relatives aux CG sont pleines tandis que celles associées aux UFG sont en tirets. . . . .	116
5.7	Champs de déformation pour : (a) CG [001] - matrice UFG 1, (b) CG [123] - matrice UFG 1 et (c) CG [001] - matrice UFG 2. (d-f) Déformation aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). . . . .	117
5.8	Champs de contrainte pour : (a) CG [001] - matrice UFG 1, (b) CG [123] - matrice UFG 1 et (c) CG [001] - matrice UFG 2. (d-f) Contrainte aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). . . . .	118
5.9	Conditions limites des agrégats (a) 3D et (b) 2D-extrudés. . . . .	120
5.10	Comparaison des courbes de traction pour des agrégats polycristallins 2D-extrudés et 2D avec différentes conditions limites suivant la direction x. Deux microstructures 2D-extrudé sont utilisées afin de s'assurer que les résultats sont indépendants du nombre de UFG : (a) 7 et (b) 14 grains suivant les directions y et z. . . . .	121

5.11 Diagramme de convergence de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ en fonction du nombre de CG. . . . .	122
5.12 (a-c) Champs de déformation (axiale - $\epsilon_{33}$ ) sur des microstructures régulières. (b) et (c) correspondent à des zooms sur le CG central des microstructures modèles à 9 et 25 CG. (d-f) Déformation aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). Tous les CG ont la même orientation cristallographique ([001]). . . . .	123
5.13 (a-c) Champs de contrainte (axiale - $\sigma_{33}$ ) sur des microstructures régulières. (b) et (c) correspondent à des zooms sur le CG central des microstructures modèles à 9 et 25 CG. (d-f) Contrainte aux points de Gauss et moyenne au sein des grains extraites dans la zone grisée représentée sur les figures (a-c). Tous les CG ont la même orientation cristallographique ([001]). . . . .	124
5.14 Microstructures utilisées pour étudier l'influence des distributions de taille de grains et de la morphologie des populations sur le comportement mécanique. (a-c) Ratio CG/(U)FG = 5 et (d-f) ratio CG/(U)FG = 10. La taille de grains de la matrice (U)FG est ici de $0,5 \mu m$ . . . . .	126
5.15 Courbes de traction macroscopiques dans le cas où les CG sont isolés les uns des autres avec deux ratios de taille de grains entre CG et (U)FG (5 et 10) et deux tailles de grains pour la matrice (U)FG ( $0,5 \mu m$ et $2 \mu m$ ). . . . .	127
5.16 Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b) $0,5 \mu m$ et (c,d) $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	128
5.17 Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 10 et la taille des grains (U)FG est de (a,b) $0,5 \mu m$ et (c,d) $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	129
5.18 Influence de la morphologie des CG sur les réponses macroscopiques : (a) ratio CG/(U)FG = 5 et (b) ratio CG/(U)FG = 10. . . . .	130
5.19 Synthèse sur l'influence de la morphologie des CG : limite d'élasticité de tous les agrégats bimodaux avec différentes distributions de taille de grains et ratios CG/(U)FG. . . . .	131
5.20 Champs de (a,b,c) déformation et (d,e,f) contrainte pour trois agrégats bimodaux avec : (a,d) des clusters de CG, (b,e) des CG groupés et (c,f) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de $0,5 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	132
5.21 Champs de (a,b,c) déformation et (d,e,f) contrainte pour trois agrégats bimodaux avec : (a,d) des clusters de CG, (b,e) des CG groupés et (c,f) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 10 et la taille des grains (U)FG est de $0,5 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	133

5.22	Courbes de traction macroscopiques obtenues avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. Deux morphologies de CG sont proposées, isolés ou clusterisés, ainsi que deux tailles de grains pour la matrice (U)FG ( $0,5 \mu m$ et $2 \mu m$ ). . . . .	135
5.23	Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG clusterisés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b) $0,5 \mu m$ et (c,d) $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale et les résultats sont obtenus avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. La déformation totale est imposée à 1%. . . . .	136
5.24	Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour deux échantillons bimodaux avec des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de (a,b) $0,5 \mu m$ et (c,d) $2 \mu m$ . La direction de traction est verticale et les résultats sont obtenus avec le modèle de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. La déformation totale est imposée à 1%. . . . .	137
5.25	Fonctions des densités de probabilités pour (a,c) la déformation et (b,d) la contrainte. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . A titre de comparaison, dans chaque cas, la fonction de densité de probabilités des cas unimodaux avec des tailles moyennes proches de celles des CG et des UFG sont tracées. . . . .	138
5.26	Champs de densité de dislocations pour les agrégats bimodaux avec (a) des clusters de CG et (b) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains UFG est de $0,5 \mu m$ . Direction de traction verticale et déformation totale 1%. Résultats obtenus avec le modèle quasi-physique de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. . . . .	139
5.27	Fonctions des densités de probabilités pour les densités de dislocations. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . A titre de comparaison, dans chaque cas, la fonction de densité de probabilités des cas unimodaux avec des tailles moyennes proches de celles des CG et des UFG sont tracées. . . . .	140
5.28	Densité de dislocations en fonction de la distance au joint de grain : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . . . . .	141
5.29	(a,c) Déformation et (b,d) contrainte moyennée sur chaque élément après 1% de déformation totale. La densité de dislocations pour chaque élément considéré est représentée par une échelle de couleurs. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . . . . .	142

5.30	Courbes de traction macroscopiques obtenues avec les modèles de Méric-Cailletaud et de Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec prise en compte de la taille de grains : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ et $2 \mu m$ . MC = Méric-Cailletaud; Tab. = Tabourot; SEGS = Size Effect : Grain Size. . . . .	143
5.31	Figure de synthèse reprenant les limites d'élasticité des agrégats bimodaux avec clusters de CG et CG isolés. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ et $2 \mu m$ . Les résultats obtenus avec les modèles de Méric-Cailletaud et Teodosiu-Raphanel-Tabourot sont représentés. . . . .	143
5.32	Champs de (a,c) déformation et (b,d) contrainte pour le même agrégat bimodal avec des clusters de CG. Les modèles utilisés sont (a,b) celui de Méric-Cailletaud et (c,d) celui de Teodosiu-Raphanel-Tabourot. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains UFG est de $0,5 \mu m$ . Direction de traction verticale et déformation totale 1%. . . . .	145
5.33	Champs (a,b,c) de déformation, (d,e,f) de contrainte et (g,h) de densités de dislocations pour le même agrégat bimodal (clusters de CG). Les lois de comportement utilisées sont celles de : (a,d) Méric-Cailletaud avec prise en compte de la taille de grain, (b,e,g) Tabourot avec prise en compte de la taille de grain et (c,f,h) Tabourot avec prise en compte de la distance aux joints de grains. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains UFG est de $0,5 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	148
5.34	Agrégat bimodal 3D : (a) microstructure et champs (b) de déformation et (c) de contrainte. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 et la taille des grains (U)FG est de $0,5 \mu m$ . La direction de traction est verticale. . . . .	149
6.1	Limites d'élasticité en fonction de la déformation à rupture pour les échantillons bimodaux et unimodaux d'aciers inoxydables (a) 316L et (b) 304L obtenus dans ces travaux. Des points issus de la littérature (316L [44] et 304L [165, 166]) sont également tracés à titre de comparaison. . . . .	155
6.2	Analyse numérique des niveaux de déformation (axiale) locaux d'un échantillon bimodal avec clusters de CG : (a) champ de déformation après 1% de déformation totale (Méric-Cailletaud) et (b) fonctions de densités de probabilités après 1% et 5% de déformation totale (Tabourot). Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 avec une taille d'UFG autour de $0,5 \mu m$ . . . . .	155
6.3	Faciès de rupture pour un échantillon (a) unimodal et (b) bimodal. L'échantillon unimodal présente la même taille de grain que la matrice UFG de l'échantillon bimodal. Dans le cas bimodal, la zone entourée en noir désigne la position qui était occupée par un cluster de CG avant la rupture. . . . .	156
6.4	Partition des contraintes appliquée sur les échantillons uni- et bimodaux élaborés par métallurgie des poudres avec l'utilisation du formalisme de Hall-Petch pour une déformation totale $\epsilon_t$ de (a) 0,003 et (b) 0,03. Dans le cas des échantillons bimodaux, les fractions volumiques des différentes populations ((U)FG%/CG%) sont rappelés sur les figures. . . . .	158

6.5	Champs de contrainte (axiale) d'un échantillon bimodal avec (a) des CG clusterisés et (b) des CG isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 avec une taille d'UFG autour de $0,5 \mu m$ . Loi de comportement Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains. . . . .	159
6.6	Fonctions des densités de probabilités pour la contrainte axiale : (a) clusters de CG et (b) CG isolés. Les valeurs utilisées sont celles après 1% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . Ces résultats sont obtenus avec la loi de Tabourot. . . . .	159
6.7	Fonctions des densités de probabilités pour (a) la contrainte (axiale) et (b) la densité de dislocations pour un agrégat bimodal avec CG clusterisés. Les valeurs utilisées sont celles après 1% et 5% de déformation totale. Le ratio de taille entre CG et UFG est ici de 5 et la taille de grains de la matrice de $0,5 \mu m$ . Ces résultats sont obtenus avec la loi de Tabourot. . . . .	160
6.8	Champs de (a,c) densité de dislocations et (b,d) contrainte (axiale) d'échantillons bimodaux avec CG clusterisés et isolés. Le ratio de taille de grains entre CG et UFG est ici de 5 avec une taille d'UFG autour de $0,5 \mu m$ . Les résultats présentés ici sont obtenus avec la loi de Tabourot avec effet de distance aux joints de grains. . . . .	161
A.1	Procédé SPS : (a) représentation schématique du procédé et (b) courbes typiques d'un cycle SPS. . . . .	171

## Liste des tableaux

1.1	Propriétés microstructurales des alliages élaborés par métallurgie des poudres dans la littérature (liste non exhaustive) . . . . .	32
1.2	Propriétés mécaniques en traction des alliages bimodaux élaborés par métallurgie des poudres dans la littérature (liste non exhaustive) . . . . .	33
2.1	Quantités introduites et conditions de broyage utilisées. . . . .	49
2.2	Paramètres de frittage utilisés. . . . .	50
2.3	Échantillons d'acier inoxydable 316L unimodaux et bimodaux obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash. . . . .	51
2.4	Conditions des traitements thermiques utilisées pour la transformation de phase inverse (traitement thermique de réversion) $M \rightarrow A$ puis pour la recristallisation de l'austénite résiduelle écrouie. . . . .	60
2.5	Tailles de grains des populations (U)FG et CG après CR + HT1 + différents HT2. Le pourcentage de ferrite- $\alpha$ à la fin du processus thermomécanique est également renseigné. . . . .	65
3.1	Récapitulatif des échantillons uni- et bimodaux obtenus par métallurgie des poudres et frittage flash utilisés pour les essais mécaniques. . . . .	71
3.2	Récapitulatif des échantillons obtenus par laminage à froid et traitements thermiques utilisés pour les essais mécaniques. Pour chaque échantillon le pourcentage de martensite final ( <i>i.e.</i> après traitements thermiques) est donné entre parenthèses. . . . .	80
4.1	Paramètres matériau globaux et relatifs à l'élasticité. . . . .	102
4.2	Paramètres matériau intervenant dans la prise en compte de la taille de grains. . . . .	103
4.3	Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec effet de taille de grains. . . . .	105
4.4	Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Méric-Cailletaud avec un effet de distance aux joints de grains. . . . .	105
4.5	Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec effet de taille de grains. . . . .	106
4.6	Paramètres matériau identifiés pour du 316L pour la loi Teodosiu-Raphanel-Tabourot avec effet de distance aux joints de grains. . . . .	106
5.1	Agrégats uni- et bimodaux modélisés. . . . .	110
5.2	Tailles des grains (U)FG et CG et ratio de taille CG/(U)FG pour les 4 microstructures considérées. . . . .	125
5.3	Tailles des grains (U)FG et CG et ratio de taille CG/(U)FG pour les agrégats utilisés avec la loi de Tabourot avec prise en compte de la taille de grains. . . . .	134



# Bibliographie

- [1] M.F. Ashby. The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil. Mag.*, 21(170) :399–424, 1970. , [11](#), [12](#), [13](#), [16](#), [98](#), [99](#), [175](#)
- [2] E.O. Hall. The deformation and ageing of mild steel : III discussion of results. *Proc. Phys. Soc. Section B*, 64(9) :747–753, 1951. [3](#), [15](#)
- [3] N.J. Petch. The cleavage strength of polycrystals. *J. Iron Steel Inst.*, 173 :25–27, 1953. [3](#), [15](#)
- [4] H. Gleiter. Nanocrystalline materials. *Prog. Mater. Sci.*, 33(4) :223–315, 1989. [3](#), [15](#), [16](#)
- [5] G. Dieter. *Mechanical metallurgy*. McGraw-Hill Inc., 2nde edition, 1976. [7](#), [11](#), [175](#)
- [6] I. Karaman, H. Sehitoglu, H.J. Maier, and Y.I. Chumlyakov. Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen. *Acta Mater.*, 49(19) :3919–3933, 2001. [7](#)
- [7] B. Jaoul. *Étude de la plasticité et application aux métaux*. Dunod, 1965. [7](#)
- [8] E. Schmid and W. Boas. *Plasticity of crystals*. E.A. Hughes & Co. Limited, 1950. [9](#), [175](#)
- [9] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*. Hermès, 2nde edition, 1995. [11](#)
- [10] H. Mecking. *Work Hardening in Tension and Fatigue*, chapter Description of hardening curves of fcc single and polycrystals, pages 66–88. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1977. [11](#), [14](#), [175](#)
- [11] N. Hansen and B. Ralph. The strain and grain size dependence of the flow stress of copper. *Acta Metall.*, 30 :411–417, 1982. [15](#)
- [12] X. Feaugas and H. Haddou. Grain-size effects on tensile behavior of nickel and AISI 316L stainless steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 34(10) :2329–2340, 2003. [15](#), [16](#), [68](#), [72](#), [77](#), [79](#), [103](#), [156](#), [175](#)
- [13] M.A. Meyers, A. Mishra, and D.J. Benson. Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Prog. Mater. Sci.*, 51(4) :427–556, 2006. [16](#), [70](#)
- [14] A. Pineau, A.A. Benzerga, and T. Pardoen. Failure of metals III : Fracture and fatigue of nanostructured metallic materials. *Acta Mater.*, 107 :508–544, 2016. [16](#), [17](#), [18](#), [175](#)
- [15] E. Ma. Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals. *Scripta Materialia*, 49(7) :663 – 668, 2003. [17](#), [22](#), [175](#)
- [16] G. Saada. From the single crystal to the nanocrystal. *Phil. Mag.*, 85(26-27) :3003–3018, 2005. [16](#)



- [17] P.G. Sanders, J.A. Eastman, and J.R. Weertman. Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium. *Acta Mater.*, 45(10) :4017–4025, 1997. [16](#)
- [18] C.J. Youngdahl, P.G. Sanders, J.A. Eastman, and J.R. Weertman. Compressive yield strengths of nanocrystalline Cu and Pd. *Scripta Mater.*, 37(6) :809–813, 1997. [16](#)
- [19] Y.T. Zhu and T.G. Langdon. Influence of grain size on deformation mechanisms : an extension to nanocrystalline materials. *Mater. Sci. Engng A*, 409 :234–242, 2005. [16](#)
- [20] C.C. Koch. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Mater.*, 49(7) :657–662, 2003. [17](#)
- [21] E. Ma. Eight routes to improve the tensile ductility of bulk nanostructured metals and alloys. *JOM*, 58(4) :49–53, 2006. [26](#)
- [22] K. Lu. Making strong nanomaterials ductile with gradients. *Science*, 345(6203) :1455–1456, 2014.
- [23] E. Ma and T. Zhu. Towards strength–ductility synergy through the design of heterogeneous nanostructures in metals. *Materials Today*, 20(6) :323–331, 2017. [17](#)
- [24] S. Cheng, Y.H. Zhao, Y.T. Zhu, and E. Ma. Optimizing the strength and ductility of fine structured 2024 Al alloy by nano-precipitation. *Acta Mater.*, 55(17) :5822–5832, 2007. [17](#)
- [25] L. Lu. Ultrahigh strength and high electrical conductivity in copper. *Science*, 304(5669) :422–426, 2004. [17](#)
- [26] M. Delincé, Y. Bréchet, J.D. Embury, M.G.D. Geers, P.J. Jacques, and T. Pardoen. Structure–property optimization of ultrafine-grained dual-phase steels using a microstructure-based strain hardening model. *Acta Mater.*, 55(7) :2337–2350, 2007. [17](#)
- [27] R. Meyer. Poudres métalliques. *Techniques de l'ingénieur*, M 862, 1980. [19](#)
- [28] G. Dirras, S. Bouvier, J. Gubicza, B. Hasni, and T. Szilágyi. Mechanical characteristics under monotonic and cyclic simple shear of spark plasma sintered ultrafine-grained nickel. *Mater. Sci. Engng A*, 526 :201–210, 2009. [19](#), [20](#), [32](#)
- [29] Y.-S. Kwon, Y.-H. Jung, N.A. Yavorovsky, A.P. Ilyin, and J.-S. Kim. Ultra-fine powder by wire explosion method. *Scripta Mater.*, 44(8) :2247–2251, 2001.
- [30] F. Tepper. Electro-explosion of wire produces nanosize metals. *Metal Powder Report*, 53(6) :31–33, 1998. [19](#)
- [31] Y. Champion and J. Bigot. Preparation and characterization of nanocrystalline copper powders. *Scripta Mater.*, 35(4) :517–522, 1996. [19](#)
- [32] G. Marnier, C. Keller, J. Noudem, and E. Hug. Fonctionnal properties of a spark plasma sintered ultrafine-grained 316L steel. *Mater. Des.*, 63 :633–640, 2014. [20](#), [50](#), [172](#)

- 
- [33] C. Keller, K. Tabalaiev, G. Marnier, J. Noudem, X. Sauvage, and E. Hug. Influence of spark plasma sintering conditions on the sintering and functional properties of an ultra-fine grained 316L stainless steel obtained from ball-milled powder. *Mater. Sci. Engng A*, 665 :125–134, 2016. [20](#), [21](#), [32](#), [48](#), [50](#), [55](#), [103](#), [172](#)
- [34] L. Garcia de la Cruz, B. Flipon, C. Keller, M. Martinez, and E. Hug. Nanostructuration of metals via spark plasma sintering using activated powder obtained by ball-milling : Impact on the strain-hardening mechanisms. *AIP Conference Proceedings*, 1896(1) :200002, 2017. [20](#), [32](#)
- [35] B. Srinivasarao, K. Oh-ishi, T. Ohkubo, T. Mukai, and K. Hono. Synthesis of high-strength bimodally grained iron by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Scripta Mater.*, 58 :759–762, 2008. [20](#), [23](#), [24](#), [32](#), [176](#)
- [36] H.W. Zhang, R. Gopalan, T. Mukai, and K. Hono. Fabrication of bulk nanocrystalline Fe-C alloy by spark plasma sintering of mechanically milled powder. *Scripta Mater.*, 53 :863–868, 2005. [20](#), [23](#)
- [37] K. Oh-ishi, H.W. Zhang, T. Ohkubo, and K. Hono. Microstructure characterization of bulk nanocrystalline Fe-0.8C alloy produced by mechanical milling and spark plasma sintering. *Mater. Sci. Engng A*, 456 :20–27, 2007. [20](#), [23](#), [32](#)
- [38] H.-W. Ni, H. He, G.-Q. Li, and J. Liu. Preparation of nanocrystalline 430L stainless steel by HEBM and SPS. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 15(4) :73–76, 2008. [20](#), [32](#)
- [39] S.K. Vajpai, C. Sawangrat, O. Yamaguchi, O.P. Ciuca, and K. Ameyama. Effect of bimodal harmonic structure design on the deformation behaviour and mechanical properties of Co-Cr-Mo alloy. *Mater. Sci. Engng C*, 58 :1008–1015, 2016. [20](#), [25](#), [32](#), [42](#)
- [40] D. Orlov, H. Fujiwara, and K. Ameyama. Obtaining copper with harmonic structure for the optimal balance of structure-performance relationship. *Mater. Trans.*, 54(9) :1549–1553, 2013. [20](#), [24](#), [25](#), [26](#), [32](#), [33](#), [42](#), [176](#)
- [41] T. Sekiguchi, K. Ono, H. Fujiwara, and K. Ameyama. New microstructure design for commercially pure titanium with outstanding mechanical properties by mechanical milling and hot roll sintering. *Mater. Trans.*, 51(1) :39–45, 2010. [20](#), [25](#), [32](#), [33](#), [42](#)
- [42] M. Ota, S.K. Vajpai, R. Imao, K. Kurokawa, and K. Ameyama. Application of high pressure gas jet mill process to fabricate high performance harmonic structure designed pure titanium. *Materials transactions*, 56(1) :154–159, 2015. [20](#), [25](#), [32](#), [33](#), [42](#)
- [43] S.K. Vajpai, M. Ota, Z. Zhang, and K. Ameyama. Three-dimensionally gradient harmonic structure design : an integrated approach for high performance structural materials. *Mater. Res. Lett.*, 4 :191–197, 2016. [20](#)
-

- [44] H. Fujiwara, R. Akada, A. Noro, Y. Yoshita, and K. Ameyama. Enhanced mechanical properties of nano/meso hybrid structure materials produced by hot roll sintering process. *Mater. Trans.*, 49(1) :90–96, 2008. [20](#), [25](#), [32](#), [33](#), [42](#), [154](#), [155](#), [183](#)
- [45] Z. Zhang, S.K. Vajpai, D. Orlov, and K. Ameyama. Improvement of mechanical properties in SUS304L steel through the control of bimodal microstructure characteristics. *Mater. Sci. Engng A*, 598 :106–113, 2014. [20](#), [24](#), [25](#), [26](#), [32](#), [33](#), [42](#), [176](#)
- [46] Z. Zhang, D. Orlov, S.K. Vajpai, B. Tong, and K. Ameyama. Importance of bimodal structure topology in the control of mechanical properties of a stainless steel. *Adv. Eng. Mater.*, 17(6) :791–795, 2015. [21](#), [25](#), [32](#), [33](#), [176](#)
- [47] H.K. Park, K. Ameyama, J. Yoo, H. Hwang, and H.S. Kim. Additional hardening in harmonic structured materials by strain partitioning and back stress. *Mater. Res. Lett.*, 6(5) :261–267, 2018. [20](#), [24](#), [25](#), [26](#), [32](#), [42](#), [154](#), [176](#)
- [48] G. Dirras, D. Tingaud, G. Csiszár, J. Gubicza, H. Couque, and F. Momprou. Characterization of bulk bimodal polycrystalline nickel deformed by direct impact loadings. *Mater. Sci. Engng A*, 601 :48–57, 2014.
- [49] D. Tingaud, P. Jenei, A. Krawczynska, F. Momprou, J. Gubicza, and G. Dirras. Investigation of deformation micro-mechanisms in nickel consolidated from a bimodal powder by spark plasma sintering. *Materials Characterization*, 99, 2015. [22](#), [23](#), [32](#), [42](#), [176](#)
- [50] B. Flipon, C. Keller, L. Garcia de la Cruz, E. Hug, and F. Barbe. Tensile properties of spark plasma sintered AISI 316L stainless steel with unimodal and bimodal grain size distributions. *Mater. Sci. Engng A*, 729 :249–256, 2018. [20](#)
- [51] Y. Champion, C. Langlois, S. Guérin, and C. Duhamel. Analysis of ductility of nanostructured copper prepared by powder metallurgy. *Engineering Fracture Mechanics*, 75 :3624–3632, 2008. [20](#), [32](#)
- [52] G. Dirras, J. Gubicza, S. Ramtani, Q.H. Bui, and T. Szilágyi. Microstructure and mechanical characteristics of bulk polycrystalline Ni consolidated from blends of powders with different particle size. *Mater. Sci. Engng A*, 527(4-5) :1206–1214, 2010. [20](#), [22](#), [23](#), [32](#), [42](#), [176](#)
- [53] C. Langlois, M.J. Hýtch, S. Lartigue-Korinek, Y. Champion, and P. Langlois. Synthesis and microstructure of bulk nanocrystalline copper. *Metall. Mater. Trans. A*, 36(12) :3451–3460, 2005. [32](#)
- [54] H.W. Zhang, R. Gopalan, T. Mukai, and K. Hono. Corrigendum to "Fabrication of bulk nanocrystalline Fe–C alloys by spark plasma sintering of mechanically milled powder" [*Scripta Materialia* 53 (2005) 863–868]. *Scripta Mater.*, 54(10) :1827–1828, 2006. [23](#), [24](#), [32](#), [176](#)

- 
- [55] C. Sawangrat, O. Yamaguchi, S.K. Vajpai, and K. Ameyama. Application of harmonic structure design to biomedical Co-Cr-Mo alloy for improved mechanical properties. *Mater. Trans.*, 55(1) :99–105, 2014. [25](#), [32](#), [33](#), [42](#)
- [56] C. Sawangrat, S. Kato, D. Orlov, and K. Ameyama. Harmonic-structured copper : performance and proof of fabrication concept based on severe plastic deformation of powders. *J. Mater. Sci.*, 49(19) :6579–6585, 2014. [24](#), [25](#), [26](#), [32](#), [33](#), [42](#), [176](#)
- [57] S.K. Vajpai, M. Ota, T. Watanabe, R. Maeda, T. Sekiguchi, T. Kusaka, and K. Ameyama. The development of high performance Ti-6Al-4V alloy via a unique microstructural design with bimodal grain size distribution. *Metall. Mater. Trans. A*, 46(2) :903–914, 2015. [25](#), [32](#), [33](#), [42](#)
- [58] D Jia, K.T Ramesh, and E Ma. Failure mode and dynamic behavior of nanophase iron under compression. *Scripta Mater.*, 42(1) :73–78, 1999. [23](#), [24](#), [176](#)
- [59] D. Jia, K.T. Ramesh, and E. Ma. Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron. *Acta Mater.*, 51(12) :3495–3509, 2003.
- [60] J.E.Carsley, W.W. Milligan, S.A. Hackney, and E.C. Aifantis. Glasslike behavior in a nanostructured Fe/Cu alloy. *Metall. Mater. Trans. A*, 26(9) :2479–2481, 1995.
- [61] J. Rawers, R. Krabbe, and N. Duttlinger. Nanostructure characterization of mechanical alloyed and consolidated iron alloys. *Mater. Sci. Engng A*, 230(1) :139–145, 1997.
- [62] Q. Wei, L. Kecskes, T. Jiao, K.T. Hartwig, K.T. Ramesh, and E. Ma. Adiabatic shear banding in ultrafine-grained fe processed by severe plastic deformation. *Acta Mater.*, 52(7) :1859–1869, 2004.
- [63] B.O. Han, F.A. Mohamed, and E.J. Lavernia. Mechanical properties of iron processed by severe plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(1) :71–83, 2003. [23](#), [24](#), [176](#)
- [64] O.P. Ciuca, M. Ota, S. Deng, and K. Ameyama. Harmonic structure design of a SUS329J1 two phase stainless steel and its mechanical properties. *Mater. Trans.*, 54(9) :1629–1633, 2013. [25](#), [42](#)
- [65] R. Valiev. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, 3 :511–516, 2004. [27](#)
- [66] A. Vorhauer, S. Scheriau, and R. Pippan. In-situ annealing of severe plastic-deformed OFHC copper. *Metall. Mater. Trans. A*, 39A :908–918, 2008. [27](#)
- [67] H.W. Zhang, X. Huang, R. Pippan, and N. Hansen. Thermal behavior of Ni (99.967% and 99.5% purity) deformed to an ultra-high strain by high pressure torsion. *Acta Mater.*, 58 :1698–1707, 2010. [27](#)
- [68] D. Orlov, Y. Todaka, M. Umemoto, and N. Tsuji. Formation of bimodal grain structures in high purity Al by reversal high pressure torsion. *Scripta Mater.*, 64 :498–501, 2011. [27](#)
-

- [69] H. Höppel, M. Korn, R. Lapovok, and H. Mughrabi. Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD : Their evolution and effect on mechanical properties. *Journal of Physics : Conference Series*, 240 :012147, 2010. [27](#)
- [70] M. Korn, R. Lapovok, A. Böhner, H. Höppel, and H. Mughrabi. Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD - their evolution and effect on the fatigue and monotonic strength properties. *Kovove Materialy*, 49 :51–63, 2011. [27](#)
- [71] S. Simões, R. Calinas, P.J. Ferreira, M. Teresa Vieira, F. Viana, and Manuel F. Vieira. Effect of annealing conditions on the grain size of nanocrystalline copper thin films. In *Advanced Materials Forum IV*, volume 587 of *Materials Science Forum*, pages 483–487. Trans Tech Publications, 9 2008. [27](#)
- [72] X. Wu, M. Yang, F. Yuan, G. Wu, Y. Wei, X. Huang, and Y. Zhu. Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112(47) :14501–14505, 2015. [27](#)
- [73] Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, and E. Ma. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*, 419 :912–915, 2002. [28](#)
- [74] A. Di Schino and J.M. Kenny. Grain size dependence of the fatigue behaviour of a ultrafine-grained AISI 304 stainless steel. *Mater. Lett.*, 57(21) :3182–3185, 2003. [28](#)
- [75] Y. Ma, J.-E. Jin, and Y.-K. Lee. A repetitive thermomechanical process to produce nanocrystalline in a metastable austenitic stainless steel. *Scripta Mater.*, 52 :1311–1315, 2005.
- [76] F. Forouzan, A. Najafizadeh, A. Kermanpur, A. Hedayati, and R. Surkialabad. Production of nano/submicron grained AISI 304L stainless steel through the martensite reversion process. *Mater. Sci. Engng A*, 527 :7334–7339, 2010.
- [77] M. Eskandari, A. Zarei-Hanzaki, and H.R. Abedi. An investigation into the room temperature mechanical properties of nanocrystalline austenitic stainless steels. *Mater. Des.*, 45 :674–681, 2013.
- [78] G. Dini and D. Zamani. Processing of ultrafine-grained twinning-induced plasticity steel using martensite treatment. *Metall. Mater. Trans. A*, 48 :3164–3167, 2017.
- [79] M. Naghizadeh and H. Mirzadeh. Microstructural evolutions during reversion annealing of cold-rolled AISI 316 austenitic stainless steel. *Metall. Mater. Trans. A*, 49(6) :2248–2256, 2018. [28](#)
- [80] H. Azizi-Alizamini, M. Militzer, and W.J. Poole. A novel technique for developing bimodal grain size distributions in low carbon steels. *Scripta Mater.*, 57(12) :1065–1068, 2007. [28](#)
- [81] H. Wu, F. Wu, S. Yang, and D. Tang. The formation mechanism of austenite structure with micro/sub-micrometer bimodal grain size distribution. *Acta Metall. Sin.*, 50 :269–274, 2014. [31](#)

- 
- [82] B.R. Kumar and A. Gujral. Plastic deformation modes in mono- and bimodal-type ultrafine-grained austenitic stainless steel. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 3(5) :397–407, 2014. [29](#), [30](#), [31](#), [43](#), [176](#)
- [83] M. Papa Rao, V. Subramanya Sarma, and S. Sankaran. Processing of bimodal grain-sized ultrafine-grained dual phase microalloyed V-Nb steel with 1370 MPa strength and 16 pct uniform elongation through warm rolling and intercritical annealing. *Metall. Mater. Trans. A*, 45(12) :5313–5318, 2014.
- [84] S. Sabooni, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, and A.H.W. Ngan. The role of martensitic transformation on bimodal grain structure in ultrafine grained AISI 304L stainless steel. *Mater. Sci. Engng A*, 636 :221–230, 2015. [28](#), [29](#), [30](#), [43](#), [176](#)
- [85] B.R. Kumar, S. Sharma, B.P. Kashyap, and N. Prabhu. Ultrafine grained microstructure tailoring in austenitic stainless steel for enhanced plasticity. *Mater. Des.*, 68 :63–71, 2015. [29](#), [30](#), [31](#), [43](#), [176](#)
- [86] G.S. Sun, L.X. Du, J. Hu, H. Xie, H.Y. Wu, and R.D.K. Misra. Ultrahigh strength nano/ultrafine-grained 304 stainless steel through three-stage cold rolling and annealing treatment. *Mater. Charact.*, 110 :228–235, 2015. [30](#)
- [87] H. Wu, G. Niu, J. Cao, and M. Yang. Annealing of strain-induced martensite to obtain micro/nanometre grains in austenitic stainless. *Mater. Sci. Technol.*, 33(4) :480–486, 2017. [29](#), [30](#), [31](#), [176](#)
- [88] D.M. Xu, G.Q. Li, X.L. Wan, R.D.K. Misra, X.G. Zhang, G. Xu, and K.M. Wu. The effect of annealing on the microstructural evolution and mechanical properties in phase reversed 316LN austenitic stainless steel. *Mater. Sci. Engng A*, 720 :36–48, 2018. [31](#), [43](#)
- [89] S. Sharma, B. Ravi Kumar, B.P. Kashyap, and N. Prabhu. Effects of concurrent strain induced martensite formation on tensile and texture properties of 304L stainless steel of varying grain size distribution. *Mater. Sci. Engng A*, 725 :215–227, 2018. [29](#), [30](#)
- [90] S. Sharma, B. Ravi Kumar, B.P. Kashyap, and N. Prabhu. Effect of stored strain energy heterogeneity on microstructure evolution of 90% cold rolled AISI 304L stainless steel during interrupted annealing treatment. *Mater. Charact.*, 140 :72–85, 2018. [28](#), [29](#), [30](#)
- [91] L. Méric, P. Poubanne, and G. Cailletaud. Single crystal modeling for structural calculations : Part 1- model presentation. *J. Engng Mater. Technol.*, 113(1) :162–170, 1991. [35](#), [94](#)
- [92] L. Méric and G. Cailletaud. Single crystal modeling for structural calculations : Part 2 - finite element implementation. *J. Engng Mater. Technol.*, 113(1) :171–182, 1991. [35](#), [94](#)
- [93] L. Méric, G. Cailletaud, and M. Gaspérini. F.e. calculations of copper bicrystal specimens submitted to tension-compression tests. *Acta Metall. Mater.*, 42(3) :921–935, 1994. [35](#), [102](#), [104](#)
-

- [94] Quilici, S., Forest, S., and Cailletaud, G. On sire effects in torsion of multi- and polycrystalline specimens. *J. Phys. IV France*, 8(8) :325–332, 1998. [35](#)
- [95] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 1 : F.e. model. *Int. J. Plasticity*, 17(4) :513–536, 2001. [35](#)
- [96] F. Barbe, S. Forest, and G. Cailletaud. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. part 2 : Results. *Int. J. Plasticity*, 17(4) :537–563, 2001. [35](#), [120](#), [121](#)
- [97] F. Barbe, S. Forest, S. Quilici, and G. Cailletaud. Numerical study of crystalline plasticity : measurements of the heterogeneities due to grain boundaries under small strains. *Revue de Métallurgie*, 100(9) :815–823, 2003. [35](#), [141](#)
- [98] S. Berbenni, V. Favier, and M. Berveiller. Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *Int. J. Plasticity*, 23(1) :114–142, 2007. [35](#), [39](#), [40](#), [43](#), [44](#), [177](#)
- [99] S. Ramtani, H.Q. Bui, and G. Dirras. A revisited generalized self-consistent polycrystal model following an incremental small strain formulation and including grain-size distribution effect. *Int. J. Engng Sci.*, 47(4) :537–553, 2009. [35](#), [40](#)
- [100] S. Ramtani, G. Dirras, and H.Q. Bui. A bimodal bulk ultra-fine-grained nickel : Experimental and micromechanical investigations. *Mech. Materials*, 42(5) :522–536, 2010. [35](#), [40](#), [43](#), [44](#), [177](#)
- [101] F. Lavergne, R. Brenner, and K. Sab. Effects of grain size distribution and stress heterogeneity on yield stress of polycrystals : A numerical approach. *Comput. Mater. Sci.*, 77 :387–398, 2013. [35](#), [41](#), [43](#), [44](#)
- [102] V.-T. Phan, T.-D. Nguyen, Q.-H. Bui, and G. Dirras. Modelling of microstructural effects on the mechanical behavior of ultrafine-grained nickel using crystal plasticity finite element model. *Int. J. Engng Sci.*, 94 :212–225, 2015. [35](#), [36](#), [43](#), [176](#)
- [103] C. Teodosiu, J.L. Raphanel, and L. Tabourot. Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals. In *Proceedings of the International Seminar Mecamat'91 : Large Plastic Deformations, Fundamental Aspects and Applications to Metal Forming*, pages 153–168, Fontainebleau, France, 1991. [35](#), [36](#), [37](#), [96](#), [99](#), [176](#), [179](#)
- [104] H. Mecking. Strain hardening and dynamic recovery. In M.F. Ashby, R. Bullough, C.S. Hartley, and J.P. Hirth, editors, *Dislocation Modelling of Physical Systems*, pages 197–211. Pergamon, 1981. [35](#)
- [105] U.F. Kocks and H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Progress in Materials Science*, 48(3) :171–273, 2003. [35](#)

- 
- [106] G.I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I.—Theoretical. *Proc. R. Soc. London A*, 145(855) :362–387, 1934. [36](#), [97](#)
- [107] G.I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. Part II.—Comparison with observations. *Proc. R. Soc. London A*, 145(855) :388–404, 1934. [36](#), [97](#)
- [108] U. Essmann, M. Rapp, and M. Wilkens. The dislocation arrangement in coldworked polycrystalline copper rods. *Acta Metall.*, 16(10) :1275–1287, 1968. [36](#), [97](#)
- [109] A.M. Cuitino and M. Ortiz. Computational modelling of single crystals. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 1(3) :225, 1993. [36](#)
- [110] A. Arsenlis and D.M. Parks. Modeling the evolution of crystallographic dislocation density in crystal plasticity. *J. Mech. Phys. Sol.*, 50(9) :1979–2009, 2002. [36](#)
- [111] F. Delaire, J.L. Raphanel, and C. Rey. Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension : experimental study and finite element simulations. *Acta Mater.*, 48(5) :1075–1087, 2000. [36](#)
- [112] M. Libert. *Etudes expérimentale et numérique de l'effet des mécanismes de plasticité sur la rupture fragile par clivage dans les aciers faiblement alliés*. PhD thesis, École Centrale de Paris, 2007. [36](#)
- [113] C.N. Nguyen. *Modélisation du comportement en plasticité et à rupture des aciers bainitiques irradiés*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2010. [36](#), [96](#)
- [114] M. Libert, C. Rey, L. Vincent, and B. Marini. Temperature dependant polycrystal model application to bainitic steel behavior under tri-axial loading in the ductile–brittle transition. *Int. J. Solids Struct.*, 48(14) :2196–2208, 2011. [36](#), [43](#)
- [115] S. Lefebvre. *Étude expérimentale et simulation numérique du comportement mécanique de structures sub-micrométriques de cuivre : application aux interconnexions dans les circuits intégrés*. PhD thesis, École Centrale Paris, 2006. [36](#), [37](#), [43](#), [96](#), [98](#), [99](#), [176](#), [179](#)
- [116] S. Forest. *Milieux continus généralisés et matériaux hétérogènes*. 2006. [37](#)
- [117] S. Forest, F. Barbe, and G. Cailletaud. Cosserat modelling of size effects in the mechanical behaviour of polycrystals and multi-phase materials. *Int. J. Solids Struct.*, 37(46) :7105–7126, 2000. [37](#), [38](#)
- [118] N.M. Cordero, A. Gaubert, S. Forest, E.P. Busso, F. Gallerneau, and S. Kruch. Size effects in generalised continuum crystal plasticity for two-phase laminates. *J. Mech. Phys. Sol.*, 58(11) :1963–1994, 2010. [37](#), [38](#)
- [119] L.P. Evers, W.A.M. Brekelmans, and M.G.D. Geers. Non-local crystal plasticity model with intrinsic SSD and GND effects. *J. Mech. Phys. Sol.*, 52(10) :2379–2401, 2004. [37](#)
-



- [120] L.P. Evers, W.A.M. Brekelmans, and M.G.D. Geers. Scale dependent crystal plasticity framework with dislocation density and grain boundary effects. *Int. J. Solids Struct.*, 41(18) :5209–5230, 2004. [37](#)
- [121] C. Keller, E. Hug, A.M. Habraken, and L. Duchene. Finite element analysis of the free surface effects on the mechanical behavior of thin nickel polycrystals. *Int. J. Plasticity*, 29 :155–172, 2012. [37](#), [38](#), [43](#), [98](#), [121](#), [176](#)
- [122] C. Ling, S. Forest, J. Besson, B. Tanguy, and F. Latourte. A reduced micromorphic single crystal plasticity model at finite deformations. application to strain localization and void growth in ductile metals. *Int. J. Solids Struct.*, 134 :43–69, 2018. [37](#), [38](#), [43](#)
- [123] P. Germain. The method of virtual power in continuum mechanics. part 2 : Microstructure. *SIAM Journal on Applied Mathematics*, 25(3) :556–575, 1973. [37](#)
- [124] S. Forest. Micromorphic approach for gradient elasticity, viscoplasticity, and damage. *Journal of Engineering Mechanics*, 135(3) :117–131, 2009. [37](#)
- [125] S. Wulfinghoff and T. Böhlke. Equivalent plastic strain gradient enhancement of single crystal plasticity : theory and numerics. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 468(2145) :2682–2703, 2012. [38](#)
- [126] C. Ling. *Simulation de la rupture ductile intragranulaire des aciers irradiés. Effets de l'anisotropie cristalline et du gradient de déformations.* PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2010. [38](#)
- [127] S.P. Joshi, K.T. Ramesh, B.Q. Han, and E.J. Lavernia. Modeling the constitutive response of bimodal metals. *Metall. Mater. Trans. A*, 37(8) :2397–2404, 2006. [39](#)
- [128] L. Zhu and J. Lu. Modelling the plastic deformation of nanostructured metals with bimodal grain size distribution. *Int. J. Plasticity*, 30-31 :166–184, 2012. [39](#)
- [129] G.J. Weng. The overall elastoplastic stress-strain relations of dual-phase metals. *J. Mech. Phys. Sol.*, 38(3) :419–441, 1990. [39](#)
- [130] U.F. Kocks and H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Prog. Mater. Sci.*, 48(3) :171–273, 2003. [39](#)
- [131] K.J. Kurzydłowski. A model for the flow stress dependence on the distribution of grain size in polycrystals. *Scripta Metall. Mater.*, 24(5) :879–883, 1990. [39](#)
- [132] K.J. Kurzydłowski and J.J. Bucki. Flow stress dependence on the distribution of grain size in polycrystals. *Acta Metall. Mater.*, 41(11) :3141–3146, 1993. [39](#)
- [133] G.J. Weng. A micromechanical theory of grain-size dependence in metal plasticity. *J. Mech. Phys. Sol.*, 31(3) :193–203, 1983. [39](#)

- 
- [134] J.-M. Pipard, N. Nicaise, S. Berbenni, O. Bouaziz, and M. Berveiller. A new mean field micromechanical approach to capture grain size effects. *Comput. Mater. Sci.*, 45(3) :604–610, 2009. [40](#)
- [135] A.C. Magee and L. Ladani. Representation of a microstructure with bimodal grain size distribution through crystal plasticity and cohesive interface modeling. *Mech. Materials*, 82 :1–12, 2015. [40](#), [41](#), [44](#), [177](#)
- [136] L. Gélébart and R. Mondon-Cancel. Non-linear extension of FFT-based methods accelerated by conjugate gradients to evaluate the mechanical behavior of composite materials. *Comput. Mater. Sci.*, 77 :430–439, 2013. [41](#), [43](#)
- [137] F. Barbe, R. Quey, S. Forest, I. Hervas, G. Marnier, C. Keller, and E. Hug. Mechanical behaviour of polycrystals with high grain size contrast : microstructure modelling and first analyses. In *Proceedings of the 24th Int. Workshop Computational Micromechanics of Materials*, Madrid, Spain, 1-3 oct., 2014. [41](#), [42](#), [177](#)
- [138] J. Talonen and H. Hänninen. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. *Acta Mater.*, 55(18) :6108–6118, 2007. [58](#)
- [139] K. Spencer, M. Véron, K. Yu-Zhang, and J.D. Embury. The strain induced martensite transformation in austenitic stainless steels : Part 1 – influence of temperature and strain history. *Mater. Sci. Technol.*, 25(1) :7–17, 2009. [58](#), [72](#), [82](#)
- [140] W.H. Smith. Characterization of the deformation and annealing of 304l stainless steel. Rapport final de "Master Thesis", 1994. [58](#)
- [141] J.I. Dickson, J. Boutin, and L. Handfield. A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Mater. Sci. Engng*, 64 :L7–L11, 1984. [68](#), [79](#), [156](#)
- [142] C. Keller, E. Hug, and D. Chateigner. On the origin of the stress decrease for nickel polycrystals with few grains across the thickness. *Mater. Sci. Engng A*, 500(1-2) :207–215, 2009. [68](#), [156](#)
- [143] B.P. Kashyap and K. Tangri. On the hall-petch relationship and substructural evolution in type 316l stainless steel. *Acta Metall. Mater.*, 43 :3971–3981, 1995. [70](#)
- [144] J. Gil Sevillano. *Material Science and Technology*, volume 6, chapter Flow Stress and Work Hardening, pages 19–88. VCH Publishers Inc., 1993. [72](#)
- [145] C. Keller, E. Hug, and X. Feaugas. Microstructural size effects on mechanical properties of high purity nickel. *Int. J. Plasticity*, 27(4) :635–654, 2011. [72](#), [79](#), [121](#)
- [146] R. Quey, P.R. Dawson, and F. Barbe. Large-scale 3D random polycrystals for the finite element method : generation, meshing and remeshing. *Comput. Meth. Appl. Mech. Engng*, 200(17-20) :1729–1745, 2011. [87](#), [88](#), [89](#), [90](#), [93](#), [179](#)

- [147] R. Quey and L. Renversade. Optimal polyhedral description of 3D polycrystals : Method and application to statistical and synchrotron X-ray diffraction data. *Comput. Meth. Appl. Mech. Engng*, 330 :308–333, 2018. [87](#), [89](#), [93](#)
- [148] L. Decker and D. Jeulin. Simulation 3D de matériaux aléatoires polycristallins. *Rev. Met. Paris*, 97(2) :271–275, 2000. [88](#)
- [149] E.N. Gilbert. Random subdivisions of space into crystals. *Ann. Math. Statist.*, 33(3) :958–972, 1962. [88](#), [90](#)
- [150] R. Quey. Neper : polycrystal generation and meshing (version 3.1), 2018. <http://neper.sourceforge.net>. [88](#), [89](#), [90](#), [179](#)
- [151] B. Flipon, L. Milhem, C. Keller, R. Quey, and F. Barbe. *Modelling of polycrystals using well-controlled Voronoi-type tessellations and its applications to micromechanical analyses*, chapter 23, pages 187–198. Paris : Presse des Mines, 2018. Physics and Mechanics of Random Media : from Morphology to Material Properties. [89](#)
- [152] W.A. Johnson and R.F. Mehl. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs.*, 135 :416–458, 1939. [90](#)
- [153] L. Méric. *Une modélisation mécanique du comportement des monocristaux*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1991. [94](#), [118](#)
- [154] J.-L. Chaboche. Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *Int. J. Plasticity*, 5(3) :247–302, 1989. [94](#)
- [155] L. Tabourot, M. Fivel, and E. Rauch. Generalised constitutive laws for f.c.c. single crystals. *Mater. Sci. Engng A*, 234-236 :639–642, 1997. [96](#)
- [156] L. Tabourot. Vers une vision unifiée de la plasticité cristalline. Dossier de candidature Habilitation à Diriger des Recherches, 2001. [96](#)
- [157] N. Osipov, A.-F. Gourgues-Lorenzon, B. Marini, V. Mounoury, F. Nguyen, and G. Cailleaud. Fe modelling of bainitic steels using crystal plasticity. *Phil. Mag.*, 88(30-32) :3757–3777, 2008. [96](#)
- [158] C. Keller and E. Hug. Kocks-Mecking analysis of the size effects on the mechanical behavior of nickel polycrystals. *Int. J. Plasticity*, 98 :106–122, 2017. [100](#), [179](#)
- [159] P. Franciosi. The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals. *Acta Metall.*, 33(9) :1601–1612, 1985. [101](#)
- [160] E. Renner, Y. Gaillard, F. Richard, F. Amiot, and P. Delobelle. Sensitivity of the residual topography to single crystal plasticity parameters in berkovich nanoindentation on fcc nickel. *Int. J. Plasticity*, 77 :118–140, 2016. [102](#)
- [161] C. Gérard. *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline*. PhD thesis, Université Paris 13 - Paris Nord, 2008. [102](#)

- [162] C. Gérard, B. Bacroix, M. Bornert, G. Cailletaud, J. Crépin, and S. Leclercq. Hardening description for FCC materials under complex loading paths. *Comput. Mater. Sci.*, 45(3) :751–755, 2009. Proceedings of the 17th International Workshop on Computational Mechanics of Materials.
- [163] C. Gérard, G. Cailletaud, and B. Bacroix. Modeling of latent hardening produced by complex loading paths in FCC alloys. *Int. J. Plasticity*, 42 :194–212, 2013. [102](#)
- [164] C. Ling, B. Tanguy, J. Besson, S. Forest, and F. Latourte. Void growth and coalescence in triaxial stress fields in irradiated FCC single crystals. *J. Nucl. Mater.*, 492 :157–170, 2017. [104](#)
- [165] A. Böhner, T. Niendorf, D. Amberger, H. Höppel, M. Göken, and H. Jürgen Maier. Martensitic transformation in ultrafine-grained stainless steel AISI 304L under monotonic and cyclic loading. *Metals*, pages 56–64, 2012. [154](#), [155](#), [183](#)
- [166] M. Odnobokova, A. Belyakov, A. Kipelova, and R. Kaibyshev. Formation of ultrafine-grained structures in 304L and 316L stainless steels by recrystallization and reverse phase transformation. In *Superplasticity in Advanced Materials - ICSAM 2015*, volume 838 of *Materials Science Forum*, pages 410–415. Trans Tech Publications, 2016. [154](#), [155](#), [183](#)





## Résumé

Ce travail porte sur l'élaboration et l'analyse du comportement mécanique d'alliages à distribution bimodale de taille de grains. Les applications concernent les aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L. Une approche couplée expérience-modélisation est menée pour comprendre les réponses mécaniques macroscopiques et locales de ces nouveaux alliages en se basant notamment sur l'étude des mécanismes de déformation associés.

L'utilisation de deux voies d'élaboration et l'optimisation de leurs paramètres a conduit à l'obtention d'un large choix d'échantillons avec différentes distributions bimodales et différentes proportions de chaque famille de taille de grains. L'influence de ces caractéristiques microstructurales sur le comportement a été analysée sur la base d'essais en traction simple sous chargement monotone ou en charges-décharges alternées. Une base de données étendue de propriétés a ainsi été constituée et des éléments de réponse concernant les mécanismes de déformation propres aux alliages bimodaux ont pu être apportés. La présence de grains de taille conventionnelle (Coarse Grain - CG) au sein d'une matrice à grains ultrafins (UltraFine Grain - UFG) semble favoriser la relaxation d'une partie des contraintes internes de la matrice et tend ainsi à retarder l'endommagement des alliages bimodaux en comparaison aux alliages unimodaux à grains ultrafins.

Une modélisation à champs complets selon deux lois de plasticité cristalline tenant compte explicitement d'une longueur interne a été proposée. Sa première motivation est de fournir un outil de prédiction du comportement effectif des alliages bimodaux en fonction de leurs caractéristiques microstructurales. Elle donne par ailleurs accès aux champs locaux et permet d'appuyer les analyses expérimentales en partition des contraintes en montrant à la fois une relaxation partielle des contraintes dans la matrice UFG mais aussi des concentrations de contrainte aux interfaces CG/UFG.

**Mots clés :** grains ultrafins, distribution bimodale, métallurgie des poudres, frittage flash, laminage à froid, transformation de phase, acier inoxydable austénitique, 316L, 304L, modélisation à champs complets, plasticité cristalline.

## Abstract

This work is focused on the elaboration and the mechanical behaviour of 304L and 316L austenitic stainless steel alloys with bimodal grain size distribution. The complementary approach between experiments and modelling enables a better understanding of both macroscopic and local mechanical responses and also of the associated deformation mechanisms.

The use of two elaboration routes and optimized process parameters results in a wide range of samples with different bimodal grain size distributions. Grain sizes and fractions of each population are modified in order to study the influence of these microstructural characteristics on mechanical behavior. Uniaxial tensile tests are used to realize a database of mechanical properties of bimodal alloys and loading-unloading tests provides valuable information about deformation mechanisms in these materials. With coarse grains (CG) embedded in an ultrafine grained (UFG) matrix, a relaxation of a part of the internal stresses seems to take place and leads to a delayed embrittlement of bimodal alloys as compared to their unimodal counterparts.

Full-field modelling, based on two crystal plasticity laws with an explicit account of an internal length, is proposed. It constitutes a valuable prediction tool of effective properties of bimodal alloys in order, in particular, to study the effect of several microstructural characteristics. An access to local fields is also possible and tend, so far, to show similar results compared to experimental ones : stress relaxation is observed in the UFG matrix as well as stress concentrations at the CG/UFG interfaces.

**Keywords :** ultrafine grains, bimodal grain size distribution, powder metallurgy, spark plasma sintering, cold-rolling, phase transformation, austenitic stainless steel, 316L, 304L, full-field modelling, crystalline plasticity.