*Numéro d'ordre : 4202*

# THÈSE

Pour l'obtention du grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX 1

Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006

École Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur

DOMAINE DE RECHERCHE : Mécanique

Présente par


## François PLESSIER


# Simulation par éléments finis du comportement mécanique de polycristaux chargés en hydrogène

Directeur de thèse : **Jean-Marc OLIVE**

Co-direction : **Isabelle AUBERT et Nicolas SAINTIER**

Soutenue le 13 Décembre 2010

### JURY

| | | |
|---|---|---|
| Yann LE PETITCORPS | Université de Bordeaux 1 | Président |
| Ingrid PRORIOL SERRE | Université Lille 1 | Rapporteur |
| David DELAFOSSE | École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne | Rapporteur |
| Jean-Marc OLIVE | Université de Bordeaux 1 | Examinateur |
| Isabelle AUBERT | Université de Bordeaux 1 | Invitée |
| Nicolas SAINTIER | Arts et Métiers ParisTech | Invitée |

# Résumé

Ces travaux ont pour but d'évaluer l'apport de la modélisation numérique pour étudier la modification de la plasticité des polycristaux métalliques par l'hydrogène absorbé. De précédents travaux ont proposé une quantification expérimentale de cet effet, grâce à des mesures par microscopie à force atomique (AFM) des marches de glissement émergeant à la surface d'agrégats polycristallins (316L), chargés ou non en hydrogène.

Après avoir étudié l'impact de la modélisation géométrique sur la précision des résultats numériques, nous proposons une méthode permettant d'analyser les résultats AFM grâce à la modélisation numérique, en prenant en compte le niveau de déformation plastique à l'échelle du grain et le fait que les mesures AFM sont des projections des dimensions « réelles » des marches de glissement : le nombre de marches de glissement émises et l'espacement inter-marche. Ces quantités permettent alors de comparer les comportement plastiques observés expérimentalement sur différents agrégats, et donc de quantifier l'impact de l'hydrogène absorbé sur le développement de la plasticité.

Nous étudions ensuite la capacité du modèle numérique pour modéliser une modification de la plasticité à l'échelle intragranulaire : des hétérogénéités sont introduites au sein d'un modèle de grain et l'impact sur la distribution de la déformation plastique résultante est analysée.

*Mots-clés : localisation de la plasticité par l'hydrogène, glissement, AFM, EBSD, nickel 270, acier inoxydable 316L, modélisation numérique, plasticité cristalline, agrégats synthétiques, Voronoï*

# Abstract : Finite-element simulations of the mecanical behaviour of hydrogen-charged polycristals

The modification of plasticity observed in hydrogen-charged metalic polycristals has been studied using numerical modeling (Finite Element Method). This effect has been quantified by a previous study using Atomic Force Microscopy (AFM), by measuring the slip steps forming at the surface of (hydrogen-)charged or uncharged 316L polycristals. However the heterogeneity of the strain field in a polycristal makes it difficult to compare precisely the results from different grains and aggregates.

After analyzing the impact of the geometrical modelling on the numerical results, this present study porposes a method using numerical simulations (Crystal Plasticity model) to access the local plastic strain field at grain scale, and improve the analysis of the AFM results. The projections of the slip step « real » dimensions into AFM measures (heights and spacings) are taken into consideration in order to convert AFM data into data that are directly linked to plastic activity : the average number of dislocations and slip step spacing. This quantities make it possible to compare the experimental plastic behaviours of the differents aggregates in order to quantify the impact of the hydrogen absorption.

The capacity of the crystal plasticity model to simulate plasticity modification at intragranulare scale is then studied by implementing material heterogeneities within a grain model, and the resulting modification of the slip developpement within the grain is then analyzed.

*Keywords : hydrogen induced localisation of plasticity, slip, AFM, EBSD, nickel 270, 316L stainless steel, numerical simulation, crystal plasticity, synthetic aggregates, Voronoï*

# Table des matières

**Introduction générale** **9**

**1 Modification de la plasticité par l'absorption d'hydrogène : étude bibliographique** **14**
1.1 Introduction . . . 16
1.2 Comportement de l'hydrogène absorbé . . . 17
1.2.1 Hydrogène dans le réseau métallique . . . 17
1.2.2 Hydrogène et défauts cristallins . . . 17
1.3 Interaction hydrogène-dislocations . . . 21
1.3.1 Modèle d'Hydrogen Enhanced Localized Plasticity (HELP) . . . 21
1.3.2 Effet d'écrantage des interactions élastiques et mobilité des dislocations . . . 21
1.3.3 Diminution du glissement dévié . . . 25
1.3.4 Effet de l'hydrogène sur les sources de dislocations . . . 26
1.4 Effet de l'hydrogène à l'échelle des marches de glissement . . . 26
1.5 Étude statistique des effets de l'hydrogène sur la plasticité du 316L . . . 29
1.5.1 Procédure expérimentale . . . 29
1.5.2 Mesures AFM . . . 31
1.6 Conclusion . . . 38

**2 Simulations numériques : choix du modèle mécanique et du type de modélisation de la microstructure** **44**
2.1 Introduction . . . 46
2.2 Échelle de modélisation . . . 46
2.3 Modèle de plasticité cristalline . . . 49
2.3.1 Lois pour le monocristal . . . 49
2.3.2 Passage au polycristal . . . 51
2.4 Modélisation de la microstructure : simplification de la géométrie subsurfacique des grains . . . 52
2.4.1 Contexte . . . 52
2.4.2 Méthodes de modélisation non destructive à partir de l'analyse EBSD . . . 52
2.4.3 Choix des méthodes dans le cadre de l'étude proposée . . . 55
2.5 Influence de la géométrie subsurfacique : présentation des maillages utilisés . . . 57
2.5.1 Modélisation de la microstructure . . . 57

2.5.2 Générations des maillages . . . 58
2.5.3 Nomenclature et caractéristiques des maillages . . . 62
2.6 Influence de la géométrie subsurfacique : simulations numériques . . . 63
2.6.1 Conditions limites . . . 63
2.6.2 Paramètres matériau . . . 63
2.6.3 Résultats des calculs . . . 63
2.7 Conclusion . . . 80

**3 Prise en compte de l'hétérogénéité de déformation à l'échelle du grain pour l'analyse du glissement observé par AFM 85**
3.1 Introduction et problématique . . . 87
3.2 Analyse à l'échelle du grain . . . 88
3.2.1 Présentation de la méthodologie générale . . . 88
3.2.2 Analyse du problème : quantités discrètes et quantités continues . . . 90
3.3 Présentation de l'analyse à l'échelle du grain . . . 91
3.3.1 Détermination du nombre moyen de dislocations par marche . . . 91
3.3.2 Projection des valeurs numériques dans le repère des mesures AFM . . . 93
3.3.3 Mise en relation des résultats numériques et des mesures AFM . . . 95
3.3.4 Projection finale des résultats AFM . . . 97
3.3.5 Conclusions et remarque . . . 97
3.4 Résultats : effet de l'hydrogène sur le glissement intragranulaire . . . 98
3.4.1 Méthodologie . . . 98
3.4.2 Modélisation des agrégats et conditions limites . . . 99
3.4.3 Traitements des résultats . . . 103
3.5 Conclusions et perspectives . . . 110

**4 Simulation de la localisation intra-granulaire 112**
4.1 Motivations . . . 113
4.2 Méthodologie . . . 113
4.2.1 Simplification du problème . . . 113
4.2.2 Maillage utilisé . . . 114
4.2.3 Définition des différentes distributions . . . 116
4.2.4 Conditions limites . . . 117
4.3 Résultats numériques . . . 119
4.3.1 Influence du choix du paramètre distribué . . . 119
4.3.2 Influence de l'orientation du grain . . . 123
4.4 Conclusion . . . 130

**Conclusion générale 132**

**Annexes** **137**

**A Résultats complémentaires de l'influence de la microstructure subsurface (chapitre 2)** **137**
A.1 Distribution du glissement cumulé (isovaleurs) . . . 138
A.1.1 Glissement cumulé pour le premier agrégat . . . 138
A.1.2 Glissement cumulé pour le second agrégat . . . 140
A.1.3 Glissement cumulé pour le troisième agrégat . . . 142

**B Implémentation des distributions aléatoires pour la modélisation de la localisation intragranulaire (chapitre 4)** **144**
B.1 Introduction . . . 145
B.2 Contrôle de la distribution des valeurs aux points d'intégration . . . 146

**C Résultats complémentaires de la localisation intragranulaire (chapitre 4)** **147**
C.1 Résultats pour la première distribution . . . 148
C.2 Résultats pour la deuxième distribution . . . 152
C.3 Résultats pour la troisième distribution . . . 156

**D Outils de mesures : *Electron Back Scattering Diffraction* et *Atomic Force Microscopy*** **160**
D.1 Cartographies EBSD : principes . . . 161
D.2 Observation des marches de glissement par microscopie à force atomique . . . 162
D.2.1 Principe de fonctionnement . . . 163
D.2.2 Forces d'interactions observées . . . 165
D.2.3 Les différents modes d'utilisation de l'AFM . . . 166

# Table des figures


1.1 Effet des joints de grain sur la perméation de l'hydrogène dans le nickel. . . . . 18
1.2 Rôle d'une pré-déformation sur la désorption du tritium . . . . . 19
1.3 Quantité de tritium désorbée à 293K, lors d'un essai de traction lente sur un monocristal de superalliage à base de nickel. . . . . 20
1.4 Effet de l'hydrogène sur la distance séparant les dislocations d'un empilement pour l'acier austénitique. 22
1.5 Modélisation de l'effet de l'hydrogène sur le champ élastique d'une dislocation coin par Chateau *et al.* 24
1.6 Observations microscopiques des lignes de glissement en surface (100) de monocristaux d'alliage base nickel, chargés ou ou non en hydrogène. . . . . 28
1.7 Distribution d'hydrogène (en ppm massique) selon l'épaisseur des éprouvettes d'essai. . . . . 30
1.8 Image optique d'un échantillon, image AFM de la géométrie 3D des marches de glissement, observées au cœur des grains, et profil des marches de glissement correspondant. . . . . 31
1.9 Fréquences relatives des distributions des mesures AFM et courbes log-normales correspondantes, pour les échantillons à petit grains. . . . . 33
1.10 Fréquences relatives des distributions des mesures AFM et courbes log-normales correspondantes, pour les échantillons à gros grains. . . . . 34
1.11 Valeurs moyennes et intervalles de confiance à 95% des distributions de hauteurs et espacements. . . . 35
1.12 Fréquences cumulées théoriques des hauteurs des marches, $h$, et des espacements des marches, $s$. . . . 37

2.1 Représentation schématique des possibilités de simuler et d'observer le comportement plastique d'un volume de matière de taille donnée pendant un temps physique. . . . . 47
2.2 Matrice d'interaction $h_{rs}$ pour un matériau CFC. . . . . 50
2.3 Influence de l'épaisseur du maillage sur l'erreur sur les déformations locales [Hé06] . . . . . 53
2.4 Maillage utilisé dans les travaux de Parisot [PFG$^+$00] pour la modélisation d'un film mince de zinc, couvrant une tôle d'acier galvanisé . . . . . 54
2.5 Éprouvette d'INCO 600 multicristalline : vues de dessus et de dessous (à gauche), carte de déformation plastique équivalente issue d'un calcul par éléments finis et orientation des grains . . . . . 55
2.6 Distribution du glissement plastique cumulé, normalisé par la moyenne globale en glissement cumulé, pour deux microstructure subsurfaciques différentes . . . . . 56
2.7 Différentes étapes de la génération d'un maillage 3D et des deux maillages « EBSD extrudés » . . . . . 59
2.8 Génération des agrégats 3D extrudés, construits sur la base de l'agrégat 3D . . . . . 61

2.9 Courbes de traction macroscopiques des différents modèles de simulation . . . 65
2.10 Courbes d'écrouissage macroscopiques des différents modèles de simulation . . . 66
2.11 Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale . . . 67
2.12 Résultats en glissement cumulé pour 2.0% de déformation axiale . . . 68
2.13 Zones représentant le cœur des grains . . . 69
2.14 Histogramme de l'écart aux résultats 3D en glissement plastique cumulé, moyenné dans le volume de chaque grain. . . . 71
2.15 Histogramme de l'écart aux résultats 3D en glissement plastique cumulé, moyenné au cœur à la surface de chaque grain. . . . 72
2.16 Écart aux résultats 3D en glissement cumulé en fonction de l'erreur sur le volume, pour les valeurs moyennées dans les grains . . . 73
2.17 Écart aux résultats 3D en glissement cumulé en fonction de l'erreur sur le volume, pour les valeurs moyennées au cœur et en surface des grains . . . 74
2.18 Comparaison de l'indice du système primaire . . . 76
2.19 Comparaison du nombre de systèmes activés . . . 77
2.20 Comparaison de l'indice du plan le plus activé . . . 78
2.21 Comparaison du nombre de plans activés . . . 79

3.1 Schématisation 2D du problème de projection des propriétés du glissement dans le repère des mesures AFM. . . . 88
3.2 Organigramme de la méthodologie générale . . . 89
3.3 Problème d'interprétation des résultats numériques, dus à la différence d'échelle entre les résultats numériques et expérimentaux. . . . 90
3.4 Décomposition du déplacement d'un plan en déplacement sur ses trois systèmes, et projection de ce déplacement en hauteur de marche . . . 92
3.5 Relation, pour un système de glissement isolé, entre la déformation plastique de cisaillement dans le repère de la mesure AFM et les dimensions moyennes des marches de glissement. . . . 94
3.6 Vecteur directeur de la trace de glissement et angle de cette trace mesuré par rapport à l'axe de sollicitation. 96
3.7 Projection de l'espace inter-bande moyen (mesuré par AFM) en espace inter-plan. . . . 98
3.8 Couplage final des traitements numériques et des mesures AFM . . . 100
3.9 Modèles numériques de l'agrégat *epNH* et de l'agrégat *epH* . . . 101
3.10 Conditions limites appliquées. . . . 102
3.11 Courbe de traction de l'agrégat *epNH* et résultat de l'optimisation. Géométrie utilisée. . . . 102
3.12 Glissement cumulé équivalent développé dans l'agrégat *epNH* . . . 103
3.13 Glissement cumulé équivalent développé dans l'agrégat *epH* . . . 104
3.14 Nombre moyen de dislocations émises par plan de glissement en fonction de la moyenne du glissement plastique développé sur le plan correspondant . . . 108
3.15 Espace inter-plan moyen en fonction de la moyenne du glissement plastique cumulé sur le plan correspondant. . . . 109

4.1 Exemple de distribution utilisée . . . 114

4.2 Maillage utilisé pour les calculs avec distributions hétérogènes des paramètres matériau . . . . . 115
4.3 Courbes de traction macroscopique du grain orienté à (0°,0°,0°), pour les paramètres du matériau initial (« sain »), et les paramètres modifiés. . . . . 118
4.4 Conditions limites imposées lors des calculs . . . . . 118
4.5 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°), pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier tirage. 120
4.6 Fréquences cumulées du glissement cumulé équivalent observé au sein du grain orienté à (0°,0°,0°), pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier tirage. . . . . 121
4.7 Évolution du rapport $\gamma^{eq}_{max}/\gamma^{eq}_{min}$ dans le grain orienté à (0°,0°,0°) en fonction de la valeur $\langle\gamma^{eq}\rangle$. . . . 122
4.8 Facteurs de Schmid des différents systèmes du grain en fonction de la rotation du grain selon $\vec{z}$ . . . . 123
4.9 Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,0°). . . . . 125
4.10 Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,10°). . . . . 126
4.11 Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,45°). . . . . 127
4.12 glissement cumulé équivalent observé pour les simulations d'inclusion dans un milieu homogène, déformé à 0.5%. . . . . 129

A.1 Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier agrégat . . . . . 138
A.2 Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le premier agrégat . . . . . 139
A.3 Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le second agrégat . . . . . 140
A.4 Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le second agrégat . . . . . 141
A.5 Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le troisième agrégat . . . . . 142
A.6 Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le troisième agrégat . . . . . 143

B.1 Schéma de l'implémentation d'une distribution hétérogène . . . . . 145

C.1 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°). . . . . 149
C.2 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,10°). . . . . 150
C.3 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,45°). . . . . 151
C.4 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°). . . . . 153
C.5 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,10°). . . . . 154
C.6 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,45°). . . . . 155

C.7 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°). . . . . 157
C.8 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,10°). . . . . 158
C.9 Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,45°). . . . . 159

D.1 Montage et positionnement de l'échantillon . . . . . 161
D.2 Définition des angles d'Euler . . . . . 162
D.3 Balayage de la surface par la pointe AFM . . . . . 163
D.4 Mesure de la déformation du cantilever . . . . . 164
D.5 Dimensions du système pointe-cantilever, et efforts appliqués sur le cantilever . . . . . 164
D.6 Force d'interaction entre la pointe et la surface . . . . . 166
D.7 Mode « non-contact » de l'AFM . . . . . 167
D.8 Mode « tapping » de l'AFM . . . . . 168
D.9 Mode « contact » de l'AFM . . . . . 168

# Liste des tableaux


1.1 Composition de l'acier 316L . . . . . 29
1.2 Concentrations en hydrogène moyennes mesurées pour les différents échantillons. . . . . 30
1.3 Résumé des mesures AFM réalisées. . . . . 32

2.1 Caractéristiques des maillages utilisés . . . . . 62
2.2 Ensemble des valeurs minimales, maximales et médianes des écarts observés sur le glissement cumulé développé dans les grains . . . . . 70
2.3 Ensemble des valeurs minimales, maximales et médianes des écarts observés sur le glissement cumulé développé au cœur et en surface des grains . . . . . 73

3.1 Plans et directions de glissement des douze systèmes de glissement pour un matériau CFC. . . . . 92
3.2 Caractéristiques des maillages de l'agrégat *epNH* et de l'agrégat *epH* . . . . . 101
3.3 Traitements des données nécessaires à la prédiction du plan $P_{pred}$, pour l'agrégat *epNH* . . . . . 104
3.4 Traitements des données nécessaires à la prédiction du plan $P_{pred}$, pour l'agrégat *epH* . . . . . 105
3.5 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ pour l'agrégat *epNH* . . . . . 106
3.6 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ pour l'agrégat *epH* . . . . . 106
3.7 Traitement final des résultats pour l'agrégat *epNH* . . . . . 107
3.8 Traitement final des résultats pour l'agrégat *epH* . . . . . 107

4.1 Paramètres des lois d'écoulement et d'écrouissage optimisés (avec le mode « simulation ») pour obtenir une diminution de 2% du glissement cumulé équivalent. . . . . 117
4.2 Ensemble des valeurs (moyennes, minimales et maximales) de glissement cumulé équivalent (en %). . . 121

# Introduction générale

Dans le cadre de l'étude des propriétés mécaniques des matériaux, la complémentarité des approches expérimentale et numérique est depuis longtemps reconnue et prise en compte. L'acquisition de données expérimentales forme la base de toute analyse scientifique du comportement mécanique, la modélisation n'est pas envisageable sans une solide base de résultats expérimentaux permettant d'ajuster puis de valider les modèles considérés. Une fois cette validation effectuée, la modélisation devient un outil indépendant.

Une application intéressante est l'élargissement du champs d'application de la modélisation, c'est à dire que le modèle permet de prédire le comportement mécanique pour des cas de chargements et des géométries différents de ceux considérés initialement, ou pour un autre matériau à propriétés similaires. L'intérêt est alors de faciliter et réduire les coûts d'étude et développement, que ce soit pour le scientifique ou l'industriel.

Une autre application est de permettre d'appréhender des phénomènes difficilement voire non-accessibles par l'expérience : le modèle permet alors de réaliser de nouvelles simulations (dans une démarche de simulation puis d'analyse rétrospective des résultats), de modifier certaines propriétés mécaniques précises ou conditions de sollicitations, ou d'accéder à des données à différentes échelles. Expérimentalement, ces données sont soit très coûteuses en terme de temps et d'efforts, soit impossibles à obtenir sans modifier irréversiblement l'état du matériau (modification de la géométrie ou de la microstructure), perdant ainsi l'information initiale résultant de l'essai.

Ces travaux s'inscrivent dans une thématique de recherche sur la modification du comportement mécanique par l'environnement, et plus précisément l'étude de l'effet de l'hydrogène absorbé sur le comportement plastique des matériaux cubiques face centrée (CFC). Un tel sujet est motivé par deux raisons principales. Tout d'abord, le rôle de l'hydrogène dans les processus de corrosion sous contrainte (CSC) est désormais reconnu. La CSC est le résultat d'une synergie entre une sollicitation monotone du matériau et les effets d'un milieu corrosif, ce qui amène une rupture « fragile » (à l'échelle macroscopique) de ce matériau, pour des conditions de chargement « ordinaires ». Dans ce cas, l'hydrogène est produit lors de la dissolution anodique du métal, et pénètre dans le matériau, principalement en pointe de fissure (pH local et champs de contrainte local favorables).

La seconde motivation de ce sujet est le développement récent de technologies utilisant l'hydrogène comme vecteur d'énergie. Le contexte économique, écologique et social favorise en effet le développement de technologies peu polluantes. L'hydrogène (produit actuellement à partir d'énergie fossile telle que le gaz naturel, ou par hydrolyse de l'eau) se présente comme une solution sérieuse à cette problématique : ce vecteur d'énergie est stockable et transportable, et non-polluant (simple rejet d'eau) lors de son utilisation pour fournir chaleur ou électricité. La fameuse pile à combustible (PAC) a, entre autre, permis de construire des modèles de moyens de transports (du scooter à l'autobus) dont l'utilisation est non-polluante. Cependant, autant les conditions de production (électrolyse réalisée autour de 850 °C) que de stockage (stockage autour de 700 bars) peuvent amener l'hydrogène a pénétrer par diffusion dans le matériau, étape initiale de la fragilisation par l'hydrogène (FAH), engendrant alors une modification des propriétés mécaniques du matériau.

Dans le cas de la CSC comme de la fragilisation assistée par l'hydrogène, l'augmentation de la plasticité locale en présence d'hydrogène est un mécanisme reconnu ; notamment, le modèle d'*Hydrogen Enhanced Localized*

*Plasticity* proposé par Birnbaum et Sofronis [BS94] est fréquemment référencé dans la littérature. L'idée majeure est que l'hydrogène modifie la mobilité des dislocations (principalement responsable de la déformation plastique). Ce phénomène se traduit alors à plusieurs échelles, et est observable aussi bien sur les dislocations observées en microscopie électronique à transmission (MET [FRB97]), sur les marches de glissement observées par microscopie à force atomique (AFM [KTG01]), que sur la courbe de traction [CG70] (bien que le résultat ne soit pas systématiquement un adoucissement).

De premiers travaux, menés par Magalie Ménard [Mé04], ont permis de valider une approche expérimentale, permettant de quantifier la modification de la plasticité locale par analyse statistique des mesures caractéristiques des marches de glissement. Ces mesures sont obtenues par AFM à la surface de polycristaux (pré-chargés ou non en hydrogène) déformés en traction simple.

Cette étude a pour but d'étudier les apports de la modélisation numérique dans le cadre de tels travaux : le problème à modéliser est la plasticité se développant au sein d'agrégats polycristallins, chargés ou non en hydrogène, dans le cas de sollicitations monotones (traction simple).

Étant données les dimensions de l'objet d'étude considéré, ainsi que le niveau de déformation imposé, la modélisation par éléments finis (MEF) utilisant le modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud [Cai87] est un choix pertinent : ce type de modélisation permet d'accéder aux champs de contrainte et déformation à l'échelle du grain, tout en étant raisonnable en efforts de modélisation (l'hétérogénéité la plus petite considérée est le cristal, c'est à dire qu'une analyse EBSD donnant accès à la géométrie et l'orientation de chaque grain est suffisante pour réaliser un modèle géométrique de la microstructure) et temps de calcul.

Le premier chapitre présente le contexte de l'étude. Tout d'abord les interactions hydrogène-plasticité et les mécanismes proposés pour les décrire sont présentés. Nous nous intéresserons principalement à la plasticité développée à l'échelle microscopique. Nous présentons ensuite les travaux de Magalie Ménard afin de situer la problématiques de nos travaux sur le plan expérimental.

Le deuxième chapitre est motivé par la question du coût de modélisation. Dans le cas du protocole expérimental proposé dans ces travaux, les agrégats considérés ont une taille de grain de l'ordre de leur épaisseur : la grande majorité des grains traverse donc l'agrégat. Deux méthodes de modélisation d'un agrégat sont alors envisagées : une modélisation à partir de l'analyse EBSD d'une des faces principales de l'agrégat (la modélisation est donc soit 2D, soit 3D extrudée) ou une modélisation à partir de l'analyse EBSD des deux faces principales de l'agrégat (un modèle 3D est alors construit en « raccordant » ces deux faces). Le but de ce chapitre est de quantifier l'erreur due à la simplification du modèle lorsqu'une seule face est modélisée.

Le troisième chapitre propose une méthode de traitement numérique de résultats en hauteurs et espacements de marches de glissement, obtenus par AFM. Grâce à la connaissance de l'orientation cristallographique des différents cristaux et au calcul, par la simulation numérique, du glissement développé sur chaque système de glissement, nous nous proposons d'affiner l'analyse statistique des résultats AFM.

Le dernier chapitre présente une utilisation particulière de la plasticité cristalline, le but étant d'introduire une échelle d'hétérogénéité inférieure à l'échelle « naturelle » du modèle (où l'échelle d'hétérogénéité est celle du grain) et d'observer les conséquences sur le développement de la plasticité.

# Bibliographie


[BS94] H.K. Birnbaum et P. Sofronis : Hydrogen-enhanced localized plasticity - a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering*, A176:191–202, 1994.

[Cai87] G. Cailletaud : *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux.* Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1987.

[CG70] P. Combette et J. Grilhé : Effet portevin-le chatelier et discontinuité à la limite élastique dans le nickel hydrogéné. *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, 67(7-8):491–505, 1970.

[FRB97] P. J. Ferreira, I. M. Roberston et H. K. Birnbaum : Hydrogen effects on the interaction between dislocations. *Acta Materialia*, 46(5):1749–1757, 1997.

[KTG01] Y. Katz, N. Tymiak et W.W. Gerberich : Nanomechanical probes as new approaches to hydrogen/deformation interaction studies. *Engineering Fracture Mechanics*, 60:619–646, 2001.

[Mé04] Magalie Ménard : *Effet de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable 316L.* Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2004.

# Chapitre 1

# Modification de la plasticité par l'absorption d'hydrogène : étude bibliographique

## Sommaire


**1.1 Introduction . . . . . 16**
**1.2 Comportement de l'hydrogène absorbé . . . . . 17**
1.2.1 Hydrogène dans le réseau métallique . . . . . 17
1.2.2 Hydrogène et défauts cristallins . . . . . 17
1.2.2.1 Défauts statiques . . . . . 17
1.2.2.2 Transport de l'hydrogène par les dislocations mobiles . . . . . 18
**1.3 Interaction hydrogène-dislocations . . . . . 21**
1.3.1 Modèle d'Hydrogen Enhanced Localized Plasticity (HELP) . . . . . 21
1.3.2 Effet d'écrantage des interactions élastiques et mobilité des dislocations . . . . . 21
1.3.2.1 Observations expérimentales . . . . . 21
1.3.2.2 Modélisation numérique . . . . . 23
1.3.3 Diminution du glissement dévié . . . . . 25
1.3.4 Effet de l'hydrogène sur les sources de dislocations . . . . . 26
**1.4 Effet de l'hydrogène à l'échelle des marches de glissement . . . . . 26**
**1.5 Étude statistique des effets de l'hydrogène sur la plasticité du 316L . . . . . 29**
1.5.1 Procédure expérimentale . . . . . 29
1.5.1.1 Matériau d'étude . . . . . 29
1.5.1.2 Chargements en hydrogène . . . . . 29
1.5.1.3 Essais mécaniques . . . . . 31
1.5.2 Mesures AFM . . . . . 31
1.5.2.1 Méthodologie . . . . . 31

1.5.2.2 Résultats . . . . . 32
**1.6 Conclusion . . . . . 38**

## 1.1 Introduction

L'hydrogène est impliqué de diverses manières dans l'endommagement des métaux. Outre les problèmes de fragilisation assistée par l'hydrogène (FAH), son rôle dans les processus d'endommagement en corrosion sous contrainte (CSC) est abondamment documenté. Plusieurs mécanismes sont évoqués pour justifier cette détérioration des propriétés mécaniques [Che09] :

- la formation d'une phase fragile (hydrure),
- l'affaiblissement des liaisons atomiques par l'hydrogène (*Hydrogen Enhanced Decohesion*, HEDE et fragilisation aux joints de grain),
- les interactions hydrogène-plasticité.

Ces différents mécanismes sont impliqués dans des proportions différentes selon le matériau utilisé et les conditions expérimentales (comme la température, la vitesse de sollicitation ou la teneur en hydrogène) [EHMB82, KB87, BC06]. Dans les cas où la formation d'hydrure est thermodynamiquement impossible, le mécanisme d'affaiblissement de l'énergie de cohésion (se traduisant au niveau du réseau cristallin comme aux interfaces telles que les joints de grain) et celui de localisation de la plasticité sont donc en compétition. Ceci se traduit soit par une rupture fragile (intergranulaire ou transgranulaire), soit par une rupture ductile du matériau (à l'échelle locale) et explique les différents modes de rupture observés dans la littérature [Wan01].

Cette étude se focalise sur les interactions hydrogène-déformation, et notamment la localisation de la plasticité induite par l'hydrogène absorbé. Dans ce cadre précis, les mécanismes clés proposés dans le modèle HELP (*Hydrogen Enhanced Localized Plasticity*) sont considérés [RB05] : nous ne traiterons pas d'autres modèles connus tels que le modèle AIDE (*Adsorption Induced Dislocations Emission*), qui aborde principalement le rôle de l'hydrogène adsorbé en pointe de fissure [Lyn05, Lyn09] ou le modèle CEPM (*Corrosion Enhanced Plasticity Model*) qui se concentre sur le rôle de l'hydrogène dans l'endommagement en CSC [MCB95] (bien que la localisation de la déformation plastique par l'hydrogène soit un mécanisme mentionné dans les deux cas).

Le but de ce chapitre est de traiter de l'effet de l'hydrogène sur la localisation du glissement à l'échelle des marches de glissement. Nous présenterons tout d'abord les mécanismes contrôlant la distribution de l'hydrogène dans le réseau cristallin, nous verrons entre autre l'influence de la déformation sur cette distribution. Nous traiterons ensuite l'influence de l'hydrogène absorbé sur la plasticité, en présentant tout d'abord les points clés du modèle HELP et les mécanismes d'interaction hydrogène-dislocations mis en avant par ce modèle. Nous présenterons ensuite les effets de l'hydrogène sur la plasticité telle qu'observée à l'échelle des marches de glissement. Ces différents points permettront de justifier le cadre de notre travail.

## 1.2 Comportement de l'hydrogène absorbé

### 1.2.1 Hydrogène dans le réseau métallique

Le faible rayon atomique de l'hydrogène ($r_H = 53\,\text{pm}$ [Che09]) lui permet de pénétrer et diffuser facilement dans les matériaux métalliques. Pour les matériaux CFC, les sites privilégiés sont les sites octaédriques ; à titre indicatif, pour le fer$\gamma$, $ri \approx 29\,\text{pm}$ pour les sites tétraédriques, et $ri \approx 52\,\text{pm}$ pour les sites octaédriques [Che09].

La diffusivité de l'hydrogène est importante : dans l'exemple de l'acier inoxydable 316L, le coefficient de diffusion à l'ambiante est de l'ordre de $1.5 \times 10^{-12}\,\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ (équation 1.1 [Che09], donnée pour les aciers inoxydables austénitiques). L'hydrogène va donc pouvoir se déplacer facilement d'un site octaédrique à l'autre.

$$D = 5.38 \cdot 10^{-3}\ exp\left(\frac{-53800}{RT}\right) \tag{1.1}$$

De part ses propriétés électroniques, l'hydrogène en insertion va provoquer une dilatation du réseau cristallin ; le volume molaire partiel correspondant est de $2\,\text{cm}^3/\text{mol}$ [Che09]. Le tenseur de déformation résultant est considéré comme purement élastique et hydrostatique ; une conséquence directe est que la distribution d'hydrogène va être sensible aux champs de contrainte hydrostatique positifs [BS94, SB95, DM01]. Ceci va être une première source de modification de la distribution d'hydrogène au sein du matériau.

Au niveau atomique, les zones à champ de contrainte élevé peuvent être considérées comme des régions où le potentiel électrostatique est élevé par rapport à celui du réseau métallique non contraint. L'atome d'hydrogène possède un unique électron, sa première orbite est donc incomplète c'est a dire que l'électron va pouvoir interagir avec le réseau cristallin en tant qu'électron de valence : l'hydrogène va ainsi migrer vers les sites à fort potentiel électrostatique (donc vers les zones où le champ de contrainte est important) afin de réduire l'énergie du système [Liu08].

Il a de plus été constaté que l'hydrogène a un effet sur la structure électronique locale du matériau. Notamment, des calculs ab-initio pour le fer$\gamma$ (structure CFC) ont montré que l'hydrogène augmentait localement la concentration en électrons libres et favorise le caractère métallique des liaisons [GSS05]. Un effet similaire est observé pour l'azote, alors que l'effet opposé est observé pour le carbone (la densité locale d'électrons libres est diminuée et le caractère covalent des liaisons est favorisé).

### 1.2.2 Hydrogène et défauts cristallins

#### 1.2.2.1 Défauts statiques

De part sa faible solubilité, l'hydrogène a tendance à ségréger sur les défauts microstructuraux : dislocations, joints de grain, lacunes ou cavités, et interfaces inclusions-matrices [CA70, MD85, BC98, CB05, Che09, KP05, BLK88] : ceci va se traduire par un piégeage de l'hydrogène. Les sites de piégeage sont divisés en sites réversibles (où l'énergie de piégeage est en équilibre avec l'énergie dans le réseau cristallin) et irréversibles (probabilité de dé-piégeage quasi-nulle). Notamment, les dislocations et joints de grain forment des pièges réversibles [BC95, LS97] dans le cas des

aciers austénitiques à température ambiante ; l'énergie de piégeage correspondante est comprise entre 10 kJ/mol et 20 kJ/mol [Che09].

La diffusivité locale va aussi être affectée par les défauts cristallins : dans le cas des joints de grain (défauts planaires) ou des réseaux de dislocations (défauts linéaires), le phénomène de court-circuit de diffusion est observé (augmentation locale de la diffusion) à température ambiante [BLK88, Che09].

Brass et Chamfreau [BC95] ont ainsi pu observer, pour le nickel à température ambiante, une diffusivité de 2 à 7 fois plus importante aux joints de grain que dans le réseau, ce qui se traduit par une perméation plus importante dans un polycristal quand la taille de grain diminue (proportion de joints de grain plus importante, voir figure 1.1).

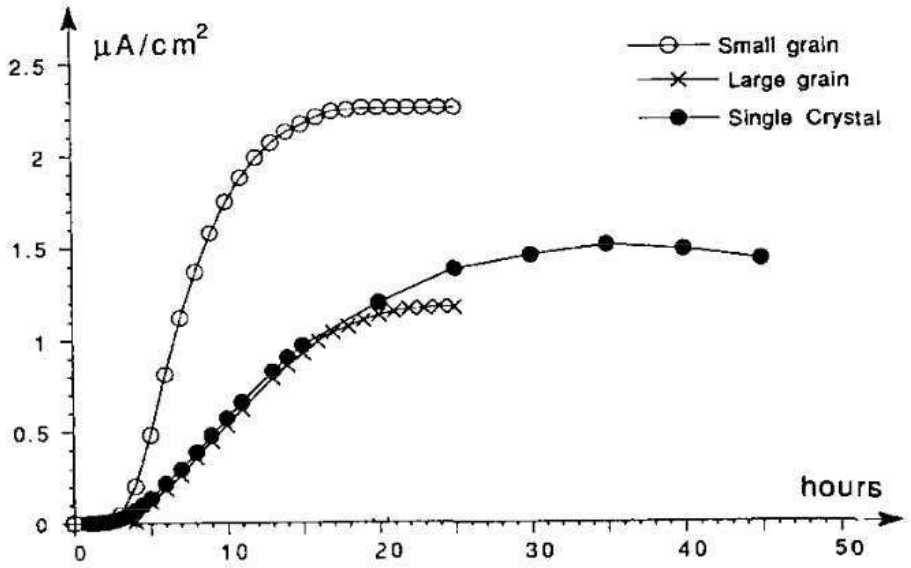



FIGURE 1.1 – Effet des joints de grain sur la perméation de l'hydrogène dans le nickel (courbe de diffusion, à 298K) [BC95].

L'influence des réseaux de dislocations sur la diffusivité peut quant à elle être illustrée par la figue 1.2 où sont regroupées les courbes de désorption de tritium pour le nickel pur à 293K : on constate que la désorption est plus importante pour le nickel pré-déformé, ce qui indique une diffusion accélérée le long des réseaux de dislocations. Cette figure permet aussi de constater l'influence des joints de grain sur la diffusion, comme cela a été fait pour la figure 1.1.

#### 1.2.2.2 Transport de l'hydrogène par les dislocations mobiles

Le transport de l'hydrogène par les dislocations mobiles est une propriété déterminante dans le processus d'endommagement par l'hydrogène [BC05, BC06, CB05, Gir04]. Dans le cas du nickel et de l'acier 316L, pour des températures où l'hydrogène est « gelé » et ne peut suivre les dislocations dans leur mouvement, l'effet de l'hydrogène

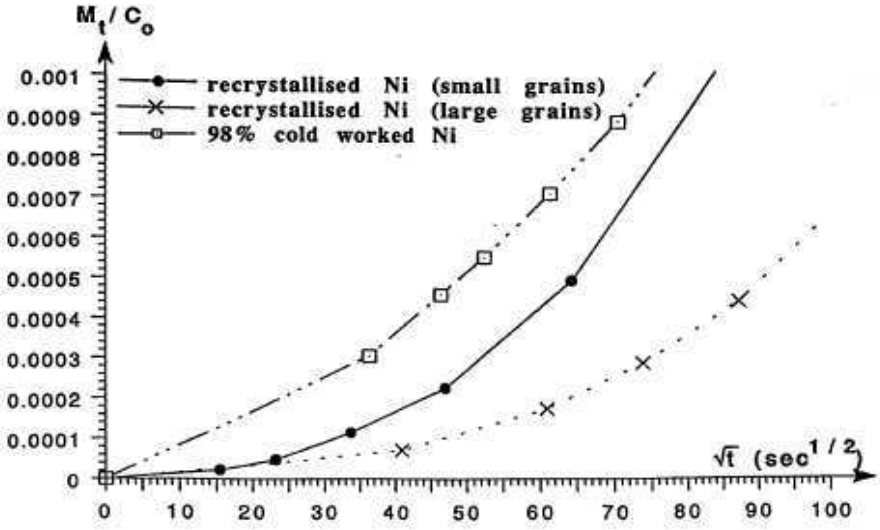



FIGURE 1.2 – Rôle d'une pré-déformation sur la désorption du tritium dans le nickel pure à 293 K [BC98]

sur l'endommagement n'est pas observé. Nous pouvons citer les travaux de Gouénou Girardin [Gir04] qui conclut que pour des températures inférieures à $-100\,°C$, une concentration de 1900 ppmatomiques d'hydrogène n'a pas d'effet sur la courbe contrainte-déformation et le mode de rupture du nickel pur. Un constat similaire est effectué pour l'acier 316L par Brass et Chêne [BC06], qui ne constatent aucun effet fragilisant de l'hydrogène pour une température de $-196\,°C$.

Les résultats des essais de vieillissement dynamique permettent de mieux comprendre ce phénomène de transport. Nous nous intéressons aux instabilités du type Portevin-Le Chatelier (les mécanismes impliqués sont identiques pour les bandes de Lüders) pour lequel on observe des décrochements répétés sur la courbe de traction, traduisant une interaction entre dislocations et impuretés (ici, l'hydrogène en soluté). Pour une vitesse de déformation donnée, le domaine d'existence de ces instabilités est délimité par deux bornes de température, décrites par Combette et Grilhé [CG70] dans le cadre de leurs travaux sur ces effets dans le nickel hydrogéné :

- une borne de température inférieure en dessous de laquelle l'hydrogène n'a pas le temps de piéger les dislocations en mouvement,
- une borne de température supérieure au dessus de laquelle les dislocations ne peuvent pas s'échapper de leur nuage d'hydrogène.

Entre ces deux bornes, la déformation se propage par ondes successives correspondant à une séquence décrochage-accrochage des dislocations par leurs atmosphères de soluté. Ces ondes peuvent se matérialiser à la surface de l'échantillon par des marques correspondant aux limites d'une bande de déformation [CG70].

Pour une gamme de vitesse de déformation allant de $1.185 \times 10^{-4}\,s^{-1}$ à $1.185 \times 10^{-2}\,s^{-1}$ Combette et Grilhé [CG70] ont observé, pour le nickel chargé à 405 ppmatomiques, des valeurs comprises entre $-134\,°C$ et $-96\,°C$ pour la limite inférieure, et $-51\,°C$ et $-22\,°C$ pour la limite supérieure.

Des résultats similaires sont observés par Girardin [Gir04] pour des concentrations en hydrogène supérieures. Ainsi pour des concentrations de 1500ppm et 1900 ppmatomiques, les bornes inférieures sont d'environ $-130\,°C$, et les bornes supérieures d'environ $-50\,°C$ et $-20\,°C$ (respectivement). Pour le nickel à température ambiante, l'hydrogène est donc suffisamment mobile pour pouvoir suivre les dislocations dans leur mouvement : les dislocations traînent donc en permanence leurs atmosphères de Cottrell et ce traînage visqueux se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité, de l'ordre de 15 MPa pour des concentrations en hydrogène de 1500 ppmatomiques à 1900 ppmatomiques [Gir04].

Le transport de l'hydrogène par les dislocations a été quantifié par Brass et Chêne [BC98] pour un super alliage à base nickel à température ambiante, par observation de l'évolution de la quantité de tritium (isotope de l'hydrogène) désorbée au cours d'un essai de traction. La figure 1.3 représente les courbes correspondantes : la cinétique de désorption augmente significativement dans le domaine plastique, ce qui correspond à l'émergence à la surface de dislocations transportant l'hydrogène. Le taux de désorption est alors cinq fois supérieur au taux de désorption observé dans le domaine élastique, et Brass et Chêne estiment qu'environ 50 atomes de tritium sont transportés par vecteurs de Burgers émergeant à la surface.

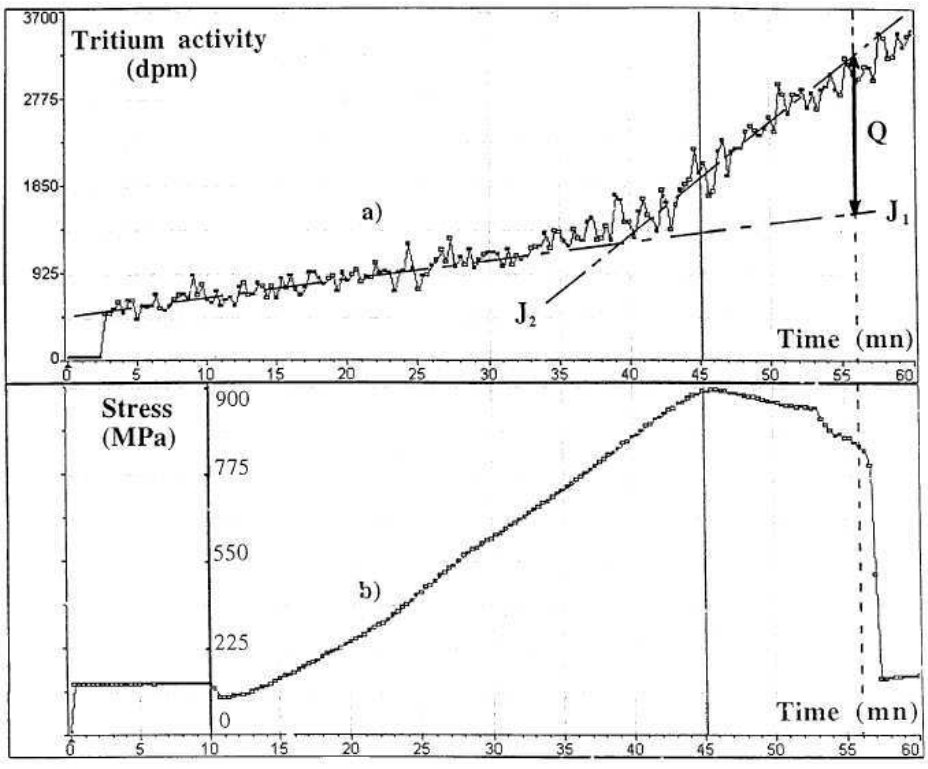



FIGURE 1.3 – Quantité de tritium désorbée à 293K, lors d'un essai de traction lente sur un monocristal de superalliage à base de nickel [BC98]. a) Quantité de tritium désorbée (dpm : désintégrations par minute) en fonction du temps. b) Courbe de traction du monocristal.

Nous voyons donc que les dislocations, de part leur mobilité, constituent un site de piégeage particulier pour l'hydrogène. Ce piégeage est réversible, pour la plupart des métaux (dont les aciers inoxydables et le nickel) à température ambiante les dislocations sont toutefois constamment entourées de leur atmosphère de Cottrell d'hydrogène. Les exemples cités permettent de mettre en avant d'une part un transport de l'hydrogène par les dislocations (désorption d'hydrogène assistée par la déformation plastique) ; et d'autre part un effet de l'hydrogène sur le déplacement des dislocations à l'échelle du cristal (vieillissement dynamique, augmentation de la contrainte d'écoulement). Les interactions hydrogène-déformation observées à l'échelle de la dislocation sont décrites dans la prochaine section.

## 1.3 Interaction hydrogène-dislocations

### 1.3.1 Modèle d'Hydrogen Enhanced Localized Plasticity (HELP)

Le modèle HELP a été proposé par l'équipe de Birnbaum et Sofronis [SB95, BS94, Rob99]. Ce modèle reprend les observations faites par Beachem [Bea72] sur l'effet de l'hydrogène sur la plasticité, à savoir une facilitation de l'initiation et du déplacement des dislocations, engendrant une rupture ductile du matériau à l'échelle locale (bien qu'à l'échelle macroscopique, ceci engendre une rupture prématurée du matériau et donc une perte de ductilité). Contrairement à Lynch qui orientera son modèle autour de l'hydrogène adsorbé [Lyn05], le modèle HELP est basé sur les effets de l'hydrogène en solution [Rob99] : le point clé étant qu'en présence d'hydrogène l'émission et le déplacement des dislocations sont facilités, c'est à dire qu'ils se produisent pour des niveaux de contrainte plus faibles que dans le cas d'un matériau sans hydrogène. Ce phénomène est attribué à deux mécanismes principaux :

- la formation d'atmosphères d'hydrogène autour des dislocations (voir section 1.2.2) ;
- un effet d'écrantage des interactions élastiques entre dislocations ou entre dislocations et obstacles microstructuraux (agissant comme barrières énergétiques au mouvement des dislocations), en présence de ce nuage de soluté.

L'augmentation de la planéité du glissement pour les matériau CFC est un phénomène fréquemment mentionné dans le cadre du modèle HELP et plus généralement des interactions hydrogène-plasticité. La stabilisation de la composante coin des dislocations et l'augmentation du travail de recombinaison des partielles de Shockley (recombinaison nécessaire pour que le glissement dévié puisse se produire), sont deux mécanismes évoqués.

Les prochains paragraphes décriront ces différents points. Nous verrons tout d'abord les observations expérimentales et les modélisations numériques ayant permis de caractériser l'effet d'écrantage, nous traiterons le cas de la diminution du glissement dévié et verrons que l'effet d'écrantage est impliqué dans ce phénomène.

### 1.3.2 Effet d'écrantage des interactions élastiques et mobilité des dislocations

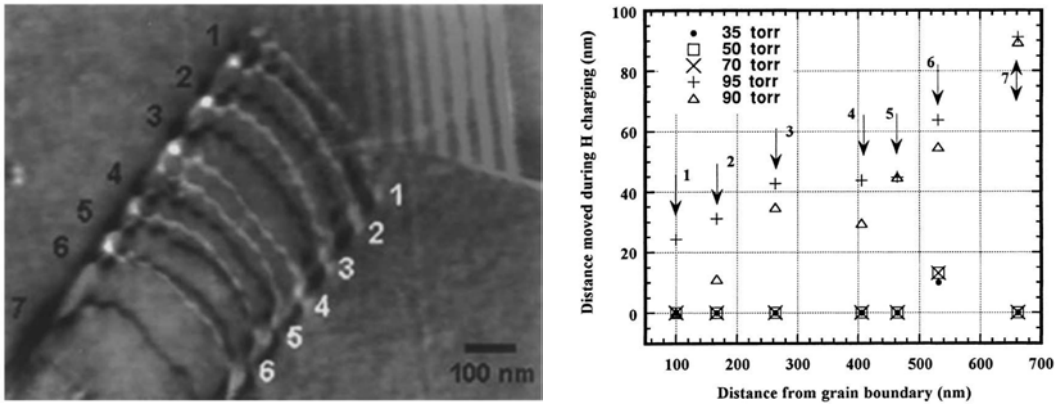
#### 1.3.2.1 Observations expérimentales

Les travaux majeurs ayant permis d'observer expérimentalement le phénomène de modification du comportement des dislocations par l'hydrogène via l'effet d'écrantage ont été réalisés par l'équipe de Birnbaum et Sofronis [RB86,

RRB90, FRB97]. L'utilisation de la microscopie électronique en transmission (MET) leur a permis de constater une modification du champ de contrainte élastique autour des dislocations.

Une diminution des barrières élastiques a été observé pour les empilements de dislocations. Dans le cadre des travaux de Ferreira *et al.* [FRB97], l'influence d'une pression partielle d'hydrogène sur la position des dislocations bloquées sur un joint de grain a été étudiée pour l'acier austénitique AISI 310S et un aluminium haute-pureté. La figure 1.4 présente les résultats observés pour l'acier austénitique ; deux observations peuvent être faites :

- plus la pression partielle d'hydrogène augmente, plus la distance entre dislocations diminue ;
- ce phénomène n'est observé que pour des pressions partielles supérieures à $70torr$ (soit $9.3 \cdot 10^{-3} MPa$).




a) b)

FIGURE 1.4 – Effet de l'hydrogène sur la distance séparant les dislocations d'un empilement pour l'acier austénitique en fonction de la pression partiel d'hydrogène. a) Comparaison de la position des dislocations sous vide (en noir) et sous une pression partielle d'hydrogène de 95torr (en blanc). b) Déplacement des dislocations par rapport au joint de grain en fonction de la pression partielle d'hydrogène. [FRB97]

Une différence est observée lors de la suppression de la pression partielle d'hydrogène :

- dans le cas de l'aluminium haute-pureté, un retour des dislocations à leurs positions initiales ;
- dans le cas de l'acier austénitique, un retour incomplet des dislocations vers leurs positions initiales.

Selon Ferreira *et al.* [FRB97], cet effet ne peut être attribué à une diminution de la contrainte de Peierls-Nabarro, mais à la modification des interactions élastiques entre dislocations et entre dislocations et impuretés. La non-réversibilité du mouvement des dislocations dans l'acier austénitique est attribuée à sa teneur en impuretés :

1. à l'introduction d'hydrogène, l'effet d'écrantage diminue les interactions répulsives entre dislocations et entre dislocations et impuretés ;
2. cet effet combiné agit sur les positions d'équilibre des dislocations dans l'empilement ;
3. la suppression de l'hydrogène annule l'effet d'écrantage ;
4. le retour des interactions entre dislocations à leurs valeurs d'origine provoque un retour des dislocations vers leur position initiale, mais ce retour est gêné par le nouvel épinglage des dislocations sur les impuretés : le retour des

dislocations à leur position initial est donc incomplet.

Ces observations mettent ainsi clairement en évidence l'effet d'écrantage des interactions élastiques par l'hydrogène en soluté. Ces interactions élastiques agissant comme barrières au mouvement des dislocations, le mouvement de celles-ci est ainsi facilité. La prochaine section présente les modélisations numériques de cette effet d'écrantage, afin de présenter les mécanismes impliqués.

#### 1.3.2.2 Modélisation numérique

Sofronis *et al.* [Sof95, SB95, SL99] et Chateau *et al.* [CDM99, CDM02a] ont proposé des modélisations numériques, de type *mécanique des milieux continus*, permettant de mettre en avant l'effet d'écrantage. Ces modèles sont réalisés en 2D [1] à l'échelle des interactions élastiques des dislocations et se basent sur deux principaux mécanismes, présentés à la section 1.2.1 :

- l'hydrogène en insertion va provoquer une dilatation du réseau cristallin, à laquelle va correspondre un tenseur de déformation hydrostatique ;
- de part cette propriété, les atomes d'hydrogène sont attirés vers les zones à champs de contrainte hydrostatiques positifs.

Le principe est donc de modéliser cet effet combiné en adaptant la distribution d'hydrogène aux champs de contrainte locaux (voir figure 1.5a) via une loi de diffusion faisant intervenir le gradient de concentration en hydrogène (loi de Fick) et la contrainte hydrostatique, et en prenant en compte la relaxation du champ de contrainte des dislocations par cette distribution d'hydrogène (voir figure 1.5b).

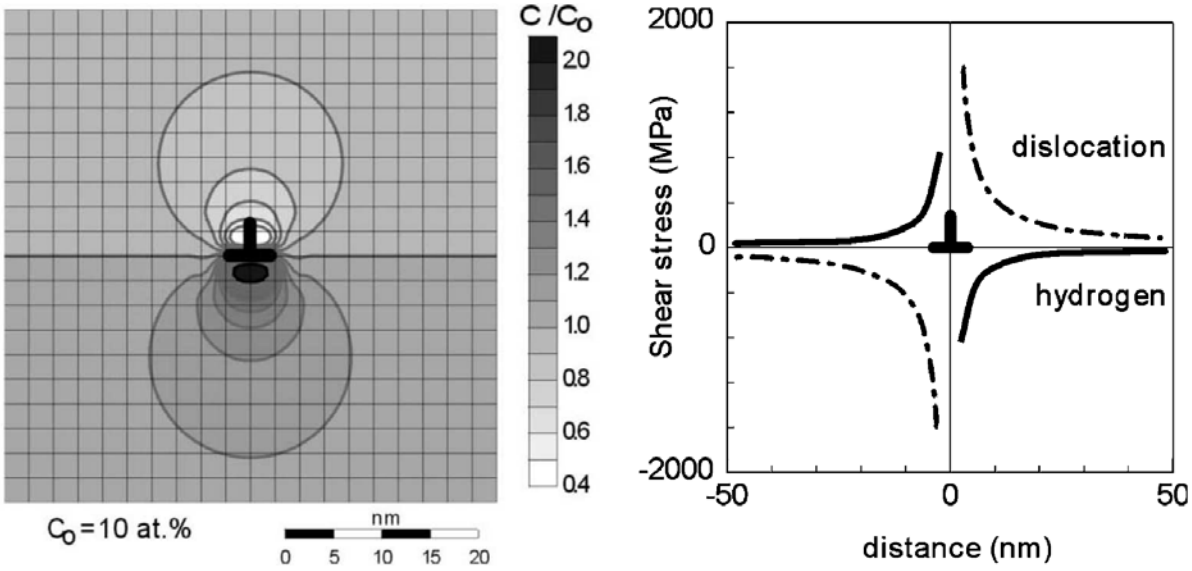
Plus récemment, Delafosse et Girardin [Gir04, Del09] ont proposé une formulation de l'indice d'écrantage (équation 1.2). L'indice d'écrantage $S$ est obtenu à partir de la concentration atomique en hydrogène $c$, de la température absolue $T$ et d'un coefficient $\beta$ (ce coefficient dépend des constantes d'élasticité, du volume molaire de l'alliage et du volume molaire partiel d'hydrogène, voir [Del09]).

$$S(T,c) = \frac{S_0}{1+\beta\frac{T}{c}} \tag{1.2}$$

Ce type de modélisation a principalement permis d'étudier l'influence de l'hydrogène sur le champ de contrainte d'une dislocation coin et les interactions élastiques entre deux dislocations coin [2]. Il en ressort que :

- l'effet d'écrantage dépend de la concentration initiale en soluté et de la température (il augmente avec la concentration initiale en soluté et diminue avec la température) ;
- l'hydrogène se distribue de manière anti-symétrique autour de la dislocation (figure 1.5a) ;
- cette distribution anti-symétrique d'hydrogène engendre un champ de contrainte opposé à celui de la dislocation et induit une relaxation de la cission selon le plan de glissement de la dislocation ;

1. Chateau *et al.* précisent que ces modèles permettent une bonne estimations qualitatives des effets de l'hydrogène [CDM02a]
2. Dans le cas d'un matériau isotrope, la composante coin d'une dislocation est seule responsable d'une dilatation du réseau, et donc d'un champ de contrainte hydrostatique.




a) b)

FIGURE 1.5 – Modélisation de l'effet de l'hydrogène sur le champ élastique d'une dislocation coin dans l'acier austénitique 316L à 390K, par Chateau *et al.* [CDM02b]. a) Distribution de l'hydrogène autour de la dislocation selon le niveau de contrainte hydrostatique (zone en haut de la dislocation en compression, zone en bas de la dislocation en tension). b) Profil de la contrainte de cisaillement selon le plan de glissement de la dislocation. La distribution anti-symétrique d'hydrogène engendre un champ de contrainte opposé à celui de la dislocation et induit une relaxation de la contrainte de cisaillement.

– la distribution correspondante dans le cas de deux dislocations coin d'un même plan engendre un écrantage des interactions élastiques entre ces dislocations ;
– la contribution de l'écrantage à la cission résolue est proportionnelle à l'inverse de la distance séparant les dislocations, de manière identique à la contribution due aux dislocations, mais de signe opposé et de plus faible amplitude ;
– l'effet d'écrantage facilite l'activation des sources de Frank-Read.

La modélisation des effets combinés de la ségrégation préférentielle d'hydrogène et de la dilatation élastique du réseau engendrée par la présence d'atomes d'hydrogène permet ainsi de rendre compte de l'effet d'écrantage des interactions de paires par l'hydrogène. Cet effet est selon Ferreira *et al.* [FRB97] le mécanisme associé à l'augmentation de la mobilité des dislocations. Ils associent aussi ce phénomène à l'augmentation de la densité dans les empilements de dislocations observée expérimentalement (voir section 1.3.2.1). Chateau *et al.* [CDM99] indiquent toutefois qu'une augmentation de la planéité du glissement est nécessaire pour qu'un tel phénomène se produise. La prochaine section présente l'effet de l'hydrogène sur le glissement dévié et donc la planéité du glissement.

### 1.3.3 Diminution du glissement dévié

Le glissement dévié se produit lorsqu'une dislocation vis quitte son plan de glissement initial. Les observations du glissement à l'échelle de la dislocation tout comme de la marche de glissement suggèrent une diminution du glissement dévié en présence d'hydrogène. À l'échelle de la dislocation, on assiste à une densification des empilements de dislocations (voir section 1.3.2.1), or selon Chateau *et al.* [CDM99] de fortes densités de dislocations ne peuvent pas être atteintes si les dislocations peuvent contourner l'obstacle par glissement dévié. À l'échelle de la marche de glissement, on observe une augmentation de la planéité du glissement qui se traduit par des marches plus rectilignes (voir section 1.4).

Plusieurs mécanismes sont mentionnés dans la littérature. Le premier mécanisme évoqué est la stabilisation de la composante coin des dislocations en présence d'hydrogène. Ce mécanisme est mentionné par Ulmer *et al.* [UA91] dans le cadre d'une étude sur un acier austénitique, et les calculs menés pour des matériaux CFC par Ferreira et al [FRB99], et Girardin *et al.* [GD04] montrent que l'hydrogène, en ségrégeant sur la composante coin des dislocations, diminue l'énergie de ligne associée à cette composante sans modifier l'énergie de ligne de la composante vis. Le glissement dévié ne pouvant se réaliser que pour la composante vis, sa probabilité est ainsi réduite.

D'autre part, la dissociation d'une dislocation en partielles de Shockley inhibe le glissement dévié dans les matériaux CFC : la recombinaison des partielles est alors nécessaire pour que le glissement dévié s'effectue. On comprend donc que la facilité de recombinaison des partielles va directement influencer la probabilité de glissement dévié. Ce travail de recombinaison est proportionnel à la distance séparant les deux partielles, qui correspond à la largeur du ruban de faute d'empilement, or l'hydrogène augmente la largeur de ce ruban de faute d'empilement, comme cela a été observé par MET pour un acier austénitique 310S sous pression partielle d'hydrogène [FRB97]. Une diminution de l'énergie de défaut d'empilement (EDE) par l'hydrogène est la raison initialement évoquée pour expliquer ce phénomène ; ainsi Ferreira *et al.* [FRB97] estiment que la réduction de l'EDE est d'environ 20% pour l'acier inoxydable 310S sous pression

partielle d'hydrogène. Robertson [Rob99] et Ferreira *et al.* [FRB99] estiment cependant que cette diminution de 20% de l'EDE n'est pas suffisante pour augmenter la largeur du ruban au point d'affecter le glissement dévié, pour des métaux à haute EDE (tels que le fer, le nickel ou l'aluminium). De même, Chateau *et al.* ont montré que les effets d'écrantage (présenté à la section 1.3.2) s'appliquaient aux interactions entre les partielles. Bien que ces interactions soient globalement répulsives, la part revenant aux interactions entre composantes coin sont attractives : l'hydrogène, en écrantant ces interactions, augmente ainsi la distance d'équilibre entre les partielles. Chateau *et al.* concluent alors que la diminution du glissement dévié résulte d'un effet combiné de la diminution de l'EDE et de l'effet d'écrantage sur les composantes coin des dislocations partielles, en présence d'hydrogène.

### 1.3.4 Effet de l'hydrogène sur les sources de dislocations

Un effet de l'hydrogène sur l'activité des sources a été évoqué par Ulmer [UA91], qui suggère qu'en présence d'hydrogène la localisation de la plasticité est provoquée par l'épinglage des dislocations des différentes sources sur les atmosphères d'hydrogène. Lorsque la dislocation d'une source se libère, la cission nécessaire pour continuer d'activer cette source est alors inférieure à celle nécessaire pour libérer d'autres dislocations : il s'en suit une localisation du glissement selon la source activée.

Plus récemment, Shanina *et al.* [SGKS99] suggèrent que la localisation du glissement est provoquée par l'augmentation de la concentration locale d'électrons libres induite par l'hydrogène, qui favorise la composante métallique des liaisons atomiques. le mécanisme induisant la localisation est alors différent car l'émission des dislocations à partir des sources serait alors facilitée.

Les calculs de Girardin [Gir04] ont montré qu'en présence d'hydrogène en solution solide, l'expansion des boucles de dislocation et la multiplication à partir de sources de Frank-Read existantes est facilitée. L'abaissement de l'énergie de ligne des boucles de dislocation, engendré par l'écrantage des interactions élastiques, provoque ainsi une diminution de la contrainte critique d'activation et de la force d'expansion des boucles. Delafosse [Del09] ajoute que l'écrantage des interactions élastiques va, en réduisant l'effet de « back stress », retarder de l'épuisement de ces sources.

Ces différentes conclusions se justifient par les différents paramètres d'étude utilisés, notamment la vitesse de déformation. Une vitesse de déformation élevée (par rapport à la mobilité des atomes d'hydrogène) rendra prédominant l'effet d'épinglage des dislocations par les atmosphères d'hydrogène et de traînage de ces atmosphères par les dislocations ; pour des vitesses plus faibles, voire des essais statiques tels que ceux menés par Birnbaum et Sofronis [SB95, BS94], l'effet de la relaxation du champs de contrainte autour des dislocations sur la mobilité des dislocations et l'expansion des boucles sera prédominant.

## 1.4 Effet de l'hydrogène à l'échelle des marches de glissement

Au cours de la déformation plastique, les marches de glissement se forment à la surface du matériau. Ces marches sont formées par des dislocations émergeant à la surface, et correspondent au plan de glissement sur lequel les

dislocations se sont déplacées. Les résultats présentés précédemment (observations par MET et modélisations) ont montré un effet de l'hydrogène absorbé sur le comportement de quelques dislocations. Nous regardons maintenant les conséquences de cet effet sur la plasticité développée à la surface du matériau : la répartition des marches de glissement, leur hauteur, et leur aspect sont ainsi influencés par l'hydrogène en solution.

Ulmer *et al.* [UA91] ont observé qualitativement les effets d'un pré-chargement cathodique en hydrogène sur la plasticité des aciers austénitiques AISI 304 et AISI 310S en traction ($\dot{\varepsilon} \simeq 3.3 \times 10^{-4}\,\mathrm{s}^{-1}$) à température ambiante. Ils notent que la hauteur et l'espacement des marches de glissement augmentaient avec la concentration en hydrogène (pour des concentrations allant jusqu'à 17 %at·), ce qui va dans le sens d'une localisation du glissement par l'hydrogène absorbé. Cette localisation serait la cause de la fragilisation des échantillons hydrogénés observée dans cette étude ; toutefois pour une telle concentration, obtenue par chargement cathodique, les risques de formation d'une phase fragile (hydrure) sont à considérer. L'hydrogène augmente aussi l'aspect rectiligne des marches, et il est remarqué que cet effet est plus marqué pour l'acier 304 dont l'EDE est comprise entre 15 $\mathrm{mJ/m^2}$ et 30 $\mathrm{mJ/m^2}$ que pour l'acier 310S dont l'EDE est de 45 $\mathrm{mJ/m^2}$.

Abraham *et al.* [AA95] présentent des résultats similaires pour l'acier 310S pré-chargé cathodiquement (concentrations allant jusqu'à 12 %at·) et sollicité en traction lente, pour des températures variées allant de 77 K à 295 K : une localisation du glissement sous forme d'augmentation des hauteurs et espacements des marches de glissement est constaté pour le matériau chargé, quelle que soit la température de l'essai. Une planéité plus importante des marches de glissement est aussi observée. Les auteurs notent que ces modifications sont observables sans qu'aucun effet ne soit noté sur la courbe contrainte-déformation.

Brass et Chêne [BC98] ont observé une modification de la plasticité de surface de monocristaux d'alliage base nickel après absorption d'hydrogène (chargement cathodique, 423 K, 5 h), pour des déformations axiales de 2% et 5% (voir figure 1.6). Pour un même niveau de déformation, les monocristaux non-chargés présentent deux systèmes de glissement activés et un nombre élevé de lignes est observé. En revanche, les monocristaux chargés ne présentent qu'un système activé, et le nombre de lignes observé est moins important.

L'augmentation de la planéité du glissement a été constatée par Girardin pour des essais de traction lente à température ambiante sur un nickel 270 et un alliage Ni-16Cr (monocristaux orientés pour glissement simple ou polycristaux), ainsi qu'un acier 316L polycristallin. Les chargements sont réalisés en autoclave (48h, 450 °C, 150 bars) et les concentrations en hydrogène résultantes sont de l'ordre de 2000 ppm at·. Un effet marqué de l'hydrogène sur la planéité du glissement est noté pour des concentrations relativement faibles en hydrogène (1300 ppm at·) et Girardin attribue cette observation à la conjugaison des effets de cœur (diminution de l'EDE) et élastiques (écrantage des interactions élastiques entre dislocations) de l'hydrogène.

Les effets d'un chargement cathodique en hydrogène sur la distribution des marches de glissement pour l'acier 316L ont été quantifiés dans le cadre de la thèse de Magalie Ménard [Mé04]. Ces travaux sont présentés à la section suivante.

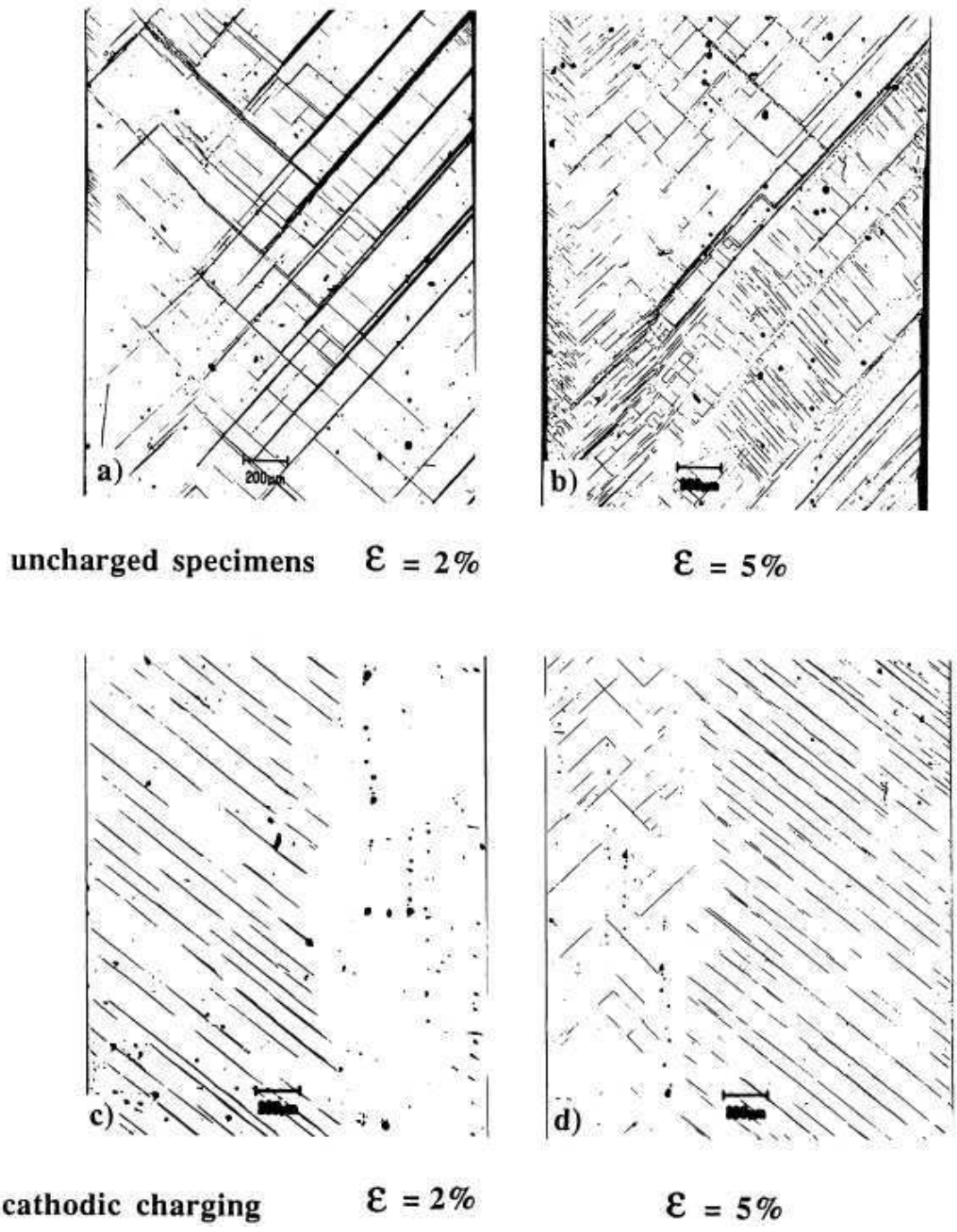



FIGURE 1.6 – Observations microscopiques des lignes de glissement en surface (100) de monocristaux d'alliage base nickel, chargés ou ou non en hydrogène, à 2% et 5% de déformation ($\dot{\varepsilon} = 10^{-4}s^{-1}$) [BC98]. c) et d) sont les observations faites pour le monocristal chargé en hydrogène (chargement cathodique, 423K, 5h).

## 1.5 Étude statistique des effets de l'hydrogène sur la plasticité du 316L

Les travaux réalisés dans le cadre de la thèse de Magalie Ménard [Mé04], ont eu pour objectif de quantifier les effets de l'hydrogène sur la localisation de la plasticité, à partir de mesures locales de la plasticité en surface : les marches de glissement émergeant à la surface de polycristaux sollicités en traction lente ont été utilisées comme marqueurs de la plasticité. La prochaine section présente la procédure expérimentale, de la préparation des échantillons aux essais mécaniques menés. Nous décrirons ensuite les mesures effectuées et les résultats obtenus.

### 1.5.1 Procédure expérimentale

#### 1.5.1.1 Matériau d'étude

Le matériau choisi pour l'étude est un acier inoxydable 316L obtenu chez *Aubert et Duval*. La composition de cet acier est donnée au tableau 1.1. Des éprouvettes de partie utile $8 \times 3 \times 2mm$ ont été usinées par électro-érosion, puis ont subi un traitement thermique afin d'homogénéiser la taille de grain et d'obtenir une microstructure équiaxe. Deux tailles moyennes de grain sont obtenues :

- échantillons à « petits grains » (PP) : 140 $\mu$m (traitement correspondant : 30min à 1150 °C puis trempe à l'eau glacée) ;
- échantillons à « gros grains » (GP) : 300 $\mu$m (traitement correspondant : 5h à 1200 °C puis trempe à l'eau glacée).

| éléments | Fe | C | Si | Mn | S | P | Ni | Cr | Mo | Cu | N |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| poids (%) | 62.43 | 0.012 | 0.41 | 1.82 | 0.002 | 0.016 | 14.85 | 17.51 | 2.75 | 0.12 | 0.077 |

TABLE 1.1 – Composition de l'acier 316L

Ces échantillons sont alors amincis jusqu'à 500 $\mu$m d'épaisseur par découpe à la microtronçonneuse puis polissage mécanique. Ils subissent ensuite un polissage électrolytique dans une solution à 90% en volume d'éther monobutylique de l'éthylène glycol et 10% d'acide perchlorique.

#### 1.5.1.2 Chargements en hydrogène

L'hydrogène est introduit dans le métal par chargement cathodique galvanostatique à 95 °C, dans une solution de soude (0.1 M $NaOH$) . Deux chargements sont utilisés pour obtenir des niveaux de concentration en hydrogène différents :

- *chargement 1* : une densité de courant de 50 mA·cm$^{-2}$, pendant 72 heures ;
- *chargement 2* : une densité de courant de 100 mA·cm$^{-2}$, pendant 6 jours.

Le dosage de l'hydrogène absorbé est effectué par fusion de coupons (petits et gros grains) dans un doseur du type *JUWE H-Mat 2500 analyzer*, à 1500 °C. Le tableau 1.2 résume les différentes concentrations mentionnées.

La méthode de chargement cathodique engendre une concentration en hydrogène hétérogène selon l'épaisseur. La figure 1.7 représente cette distribution pour les deux conditions de chargement utilisées, pour chacune des tailles moyennes de grain : cette distribution est calculée en supposant que l'absorption est contrôlée par la diffusion, et en modélisant un milieu semi-infini dont l'épaisseur est de 250 $\mu$m (demi-épaisseur des échantillons). Le profil de concentration peut alors être modélisé en utilisant l'équation 1.3 [Cra94].

$$C(x,t) = (C_1 - C_0)\left(1 - \frac{1}{\pi}\sum_{n=0}^{\infty}\left(\frac{(-1)^n}{(2n+1)}e^{\left(-\frac{D(2n+1)^2\pi^2 t}{4h^2}\right)}\cos\frac{(2n+1)\pi x}{2h}\right)\right) + C_0 \tag{1.3}$$

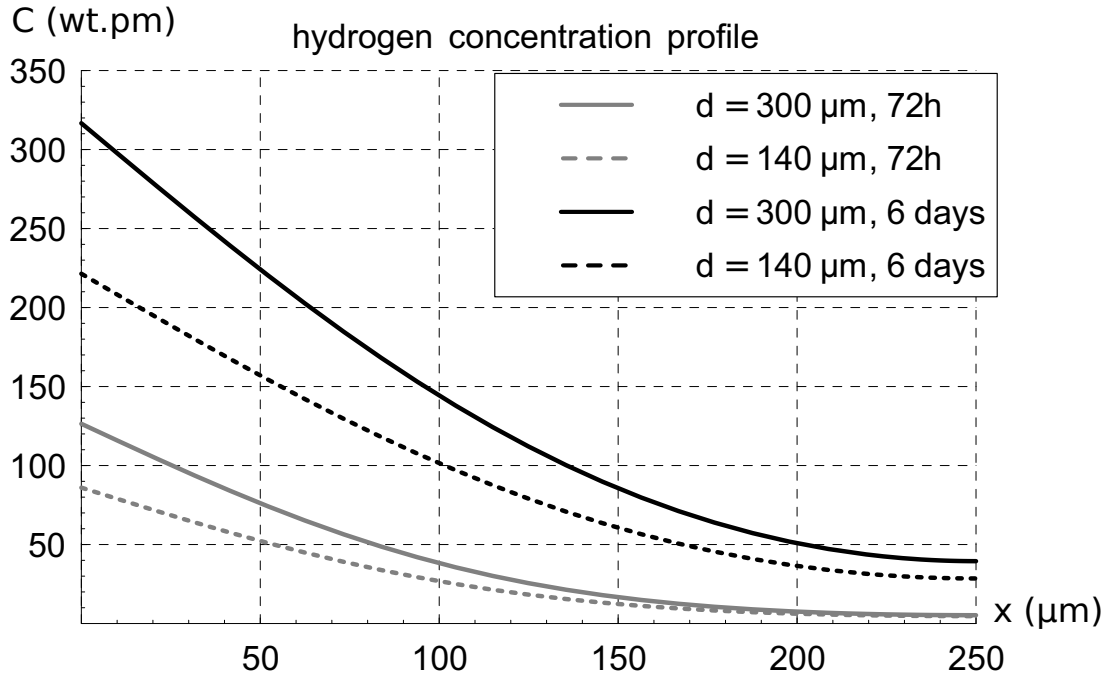



FIGURE 1.7 – Distribution d'hydrogène (en ppm massique) selon l'épaisseur des éprouvettes d'essai, pour les deux conditions de chargement (*chargement 1* de 72 heures, et *chargement 2* de 6 jours) et les deux tailles moyenne de grain (*gros grains* de 300 $\mu$m et *petits grains* de 140 $\mu$m) [AOS10].

Les chargements en hydrogène sont suivis d'un nouveau polissage électrolytique (conditions similaires à celles du premier polissage) pour une durée inférieure à cinq minutes. Cette étape élimine la couche d'oxyde formée lors du chargement en hydrogène et fournit un état de surface permettant les observations par AFM.

| échantillon | non-chargés | GG / *chgt 1* | GG / *chgt 2* | PG / *chgt 1* | PG / *chgt 2* |
|---|---|---|---|---|---|
| $C_H$ (ppm massiques) | $3.5 \pm 0.3$ | $40 \pm 9$ | $135 \pm 5$ | $28 \pm 5$ | $95 \pm 6$ |

TABLE 1.2 – Concentrations en hydrogène moyennes mesurées pour les échantillons non chargés, les échantillons chargés à *gros grains* (GG) et les échantillons à *petit grains* (PG) [AOS10].

#### 1.5.1.3 Essais mécaniques

L'essai mécanique est un essai de traction uniaxiale. La vitesse de déformation axiale imposée est de $10^{-3}s^{-1}$ et l'essai est mené jusqu'à une déformation axiale de 3% ou 10%. La désorption d'hydrogène en cours d'essai est suffisamment faible pour être négligée. Les mesures AFM ont été réalisées à la fin de l'essai.

### 1.5.2 Mesures AFM

#### 1.5.2.1 Méthodologie

Les mesures des dimensions (hauteurs et espacements) des marches de glissement sont réalisées par microscopie à force atomique (AFM), utilisée en mode contact (dispositif : VEECO, Dimension 3100). L'AFM est équipé d'un microscope optique, ce qui permet de localiser l'emplacement de la mesure et d'effectuer les mesures au cœur des grains (voir figure 1.8) ; le but est en effet d'observer des régions où un unique système est activé : les zones proches des joints de grain ne respectent pas cette condition (accommodation de la déformation aux joints de grain). La dimension des scans AFM est de $50\,\mu$m $\times$ $50\,\mu$m avec une résolution de 512 pixels $\times$ 512 pixels par scan.

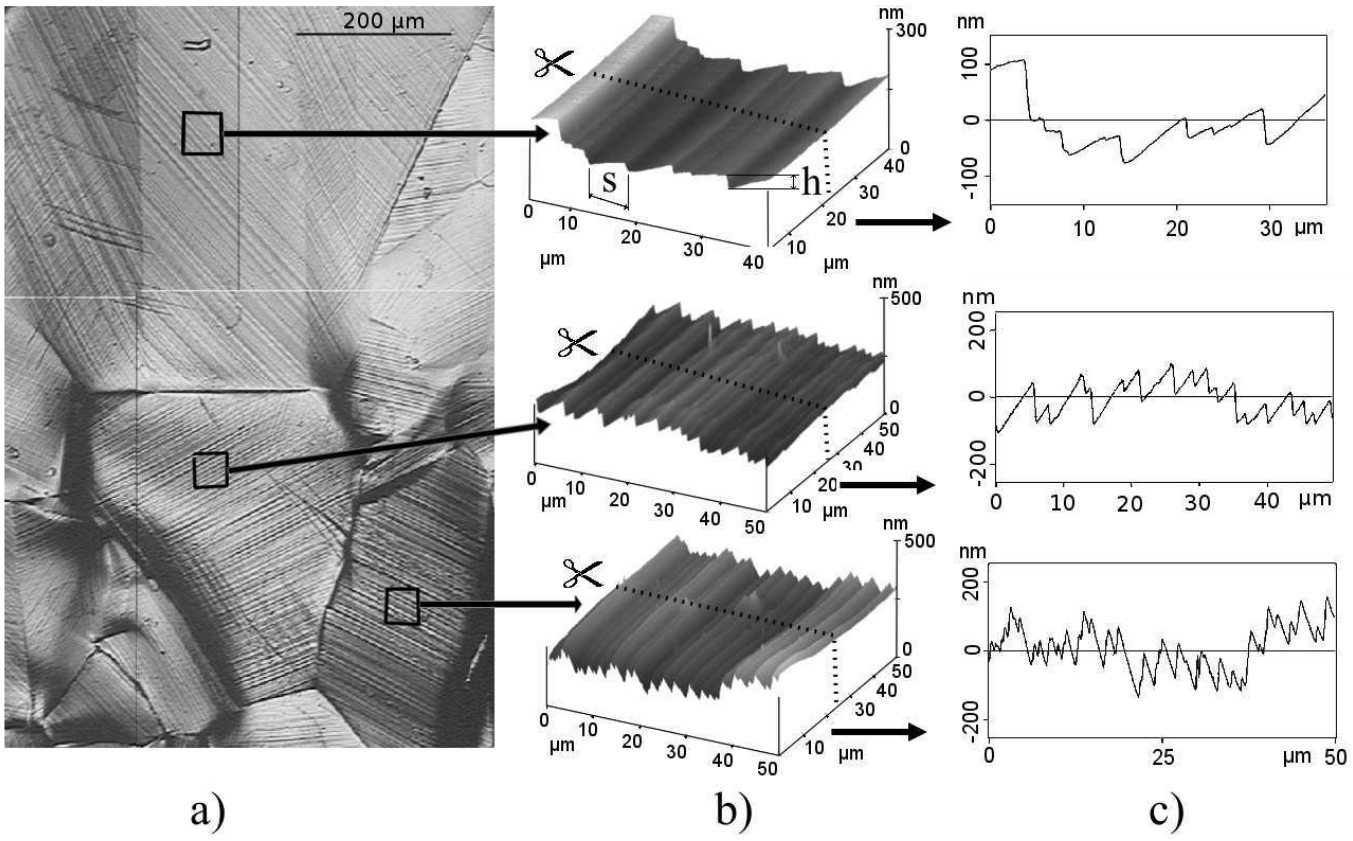



FIGURE 1.8 – a) Image optique d'un échantillon, b) image AFM de la géométrie 3D des marches de glissement, observées au cœur des grains , c) profil des marches de glissement correspondant. [AOS10]

Les mesures ont été effectuées sur 12 polycristaux, soit 160 grains et environ 8000 marches de glissement, afin de permettre un traitement statistique des données obtenues. Les quantités considérées sont la hauteur ($h$) des marches de glissement et l'espacement ($s$) de celles-ci (voir figure 1.8). Le tableau 1.3 récapitule l'ensemble des mesures faites, pour chacun des cas de tailles de grain, concentrations moyennes en hydrogène et déformation finales.

| taille de grain ($\mu m$) | $\varepsilon(\%)$ | $C_H(ppm\,mas.)$ | nbr. grains observés | nbr. marches observées |
|---|---|---|---|---|
| 140 | 3 | non-chargé | 17 | 952 |
| | | 31 | 12 | 781 |
| | | 135 | 15 | 742 |
| | 10 | non-chargé | 16 | 1092 |
| | | 31 | 12 | 926 |
| | | 135 | 11 | 579 |
| 300 | 3 | non-chargé | 11 | 330 |
| | | 31 | 8 | 271 |
| | | 135 | 14 | 189 |
| | 10 | non-chargé | 22 | 971 |
| | | 31 | 12 | 595 |
| | | 135 | 11 | 449 |

TABLE 1.3 – Résumé des mesures AFM réalisées pour les différents cas de taille moyenne de grain, concentration en hydrogène et niveau de déformation.

#### 1.5.2.2 Résultats

Les figures 1.9 et 1.10 [AOS10] représentent, sous forme de fréquences relatives, les distributions des valeurs de hauteurs et espacements, pour les différents cas étudiés. Les courbes log-normales théoriques correspondantes sont superposées aux distributions : ces courbes décrivent correctement les distributions (en d'autres termes, les distributions de $ln(h)$ et $ln(s)$ suivent une loi normale). Les lois log-normales sont ainsi utilisées pour l'analyse statistique des résultats, notamment le calcul des moyennes.

La figure 1.11 [AOS10] regroupe les valeurs moyennes des différentes distributions de hauteur et espacement, $\overline{h}$ et $\overline{s}$, entourées de leur intervalle de confiance à 95 %. Pour chaque distribution, ces valeurs sont obtenues à partir des valeurs moyennes des données transformées, $\overline{ln(h)}$ et $\overline{ln(s)}$. La transformation inverse est ensuite appliquée pour obtenir les valeurs statistiques de la distribution initiale, c'est à dire que sont calculés $e^{\overline{ln(h)}}$ et $e^{\overline{ln(s)}}$. Cette opération introduit cependant une erreur importante ; pour corriger cette erreur, un coefficient $C$ est utilisé (voir équations 1.5 et 1.6) : ce coefficient est calculé à partir de la somme d'une série convergente, fonction du nombre d'observations $n$ et de la variance des données transformées $\sigma^2_{\ln\ x}$ (équation 1.4 [NS60]).

$$C = \sum_{i=0}^{\infty} \frac{\left(\frac{1}{2} \times \frac{n-1}{n} \times \sigma^2_{\ln\ x}\right)}{i! \prod_{k=1}^{i} \left(1 + 2 \times \frac{k-1}{n-1}\right)} \tag{1.4}$$

$$\overline{h} = C\, e^{\overline{ln(h)}} \tag{1.5}$$

$$\overline{s} = C\, e^{\overline{ln(s)}} \tag{1.6}$$

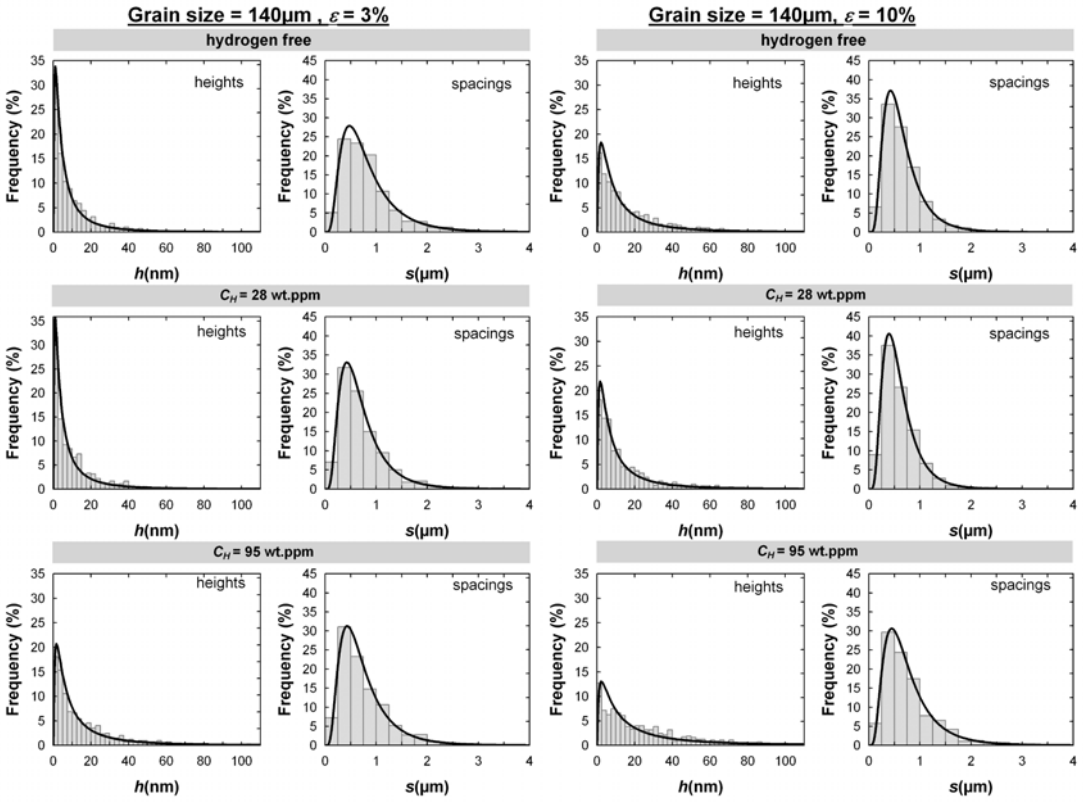



FIGURE 1.9 – Fréquences relatives des distributions des mesures AFM et courbes log-normales correspondantes, pour les échantillons à petit grains. [AOS10]

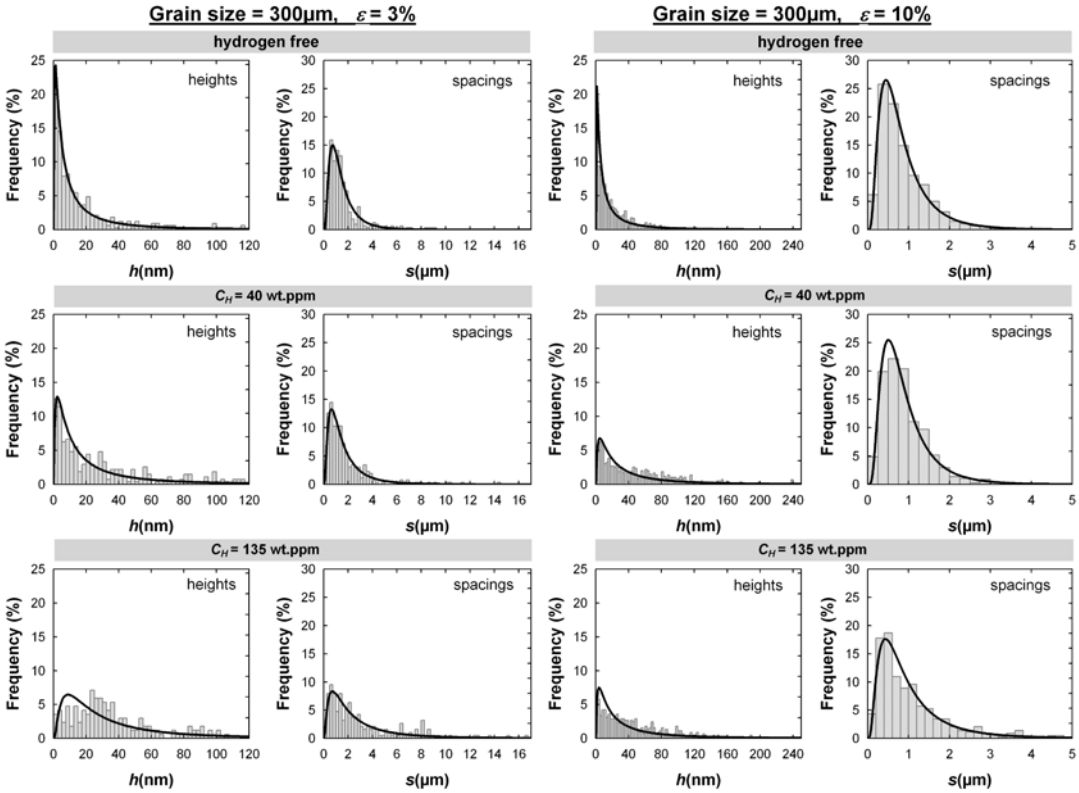



FIGURE 1.10 – Fréquences relatives des distributions des mesures AFM et courbes log-normales correspondantes, pour les échantillons à gros grains. [AOS10]

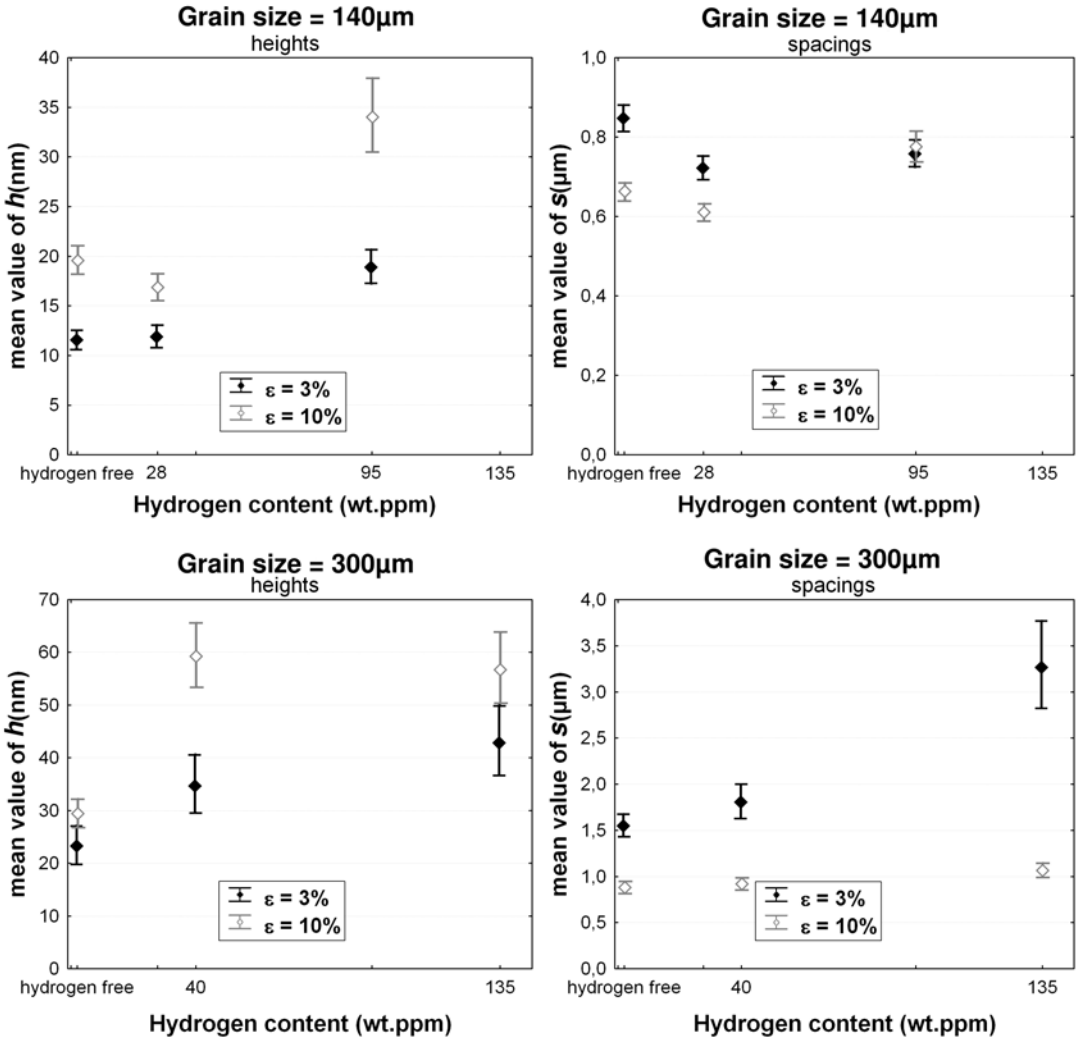



FIGURE 1.11 – Valeurs moyennes et intervalle de confiance à 95% des distributions de hauteurs et espacement [AOS10].

L'effet de l'hydrogène sur les résultats est fortement influencé par la taille de grain. Pour les échantillons à petits grains, une concentration en hydrogène de 28ppm n'a pas d'effet notable sur les valeurs moyennes des hauteurs et espacements des marches de glissement. Cette concentration ne semble pas suffisamment élevée pour observer un effet net de l'hydrogène. En revanche, pour une concentration de 95ppm, une augmentation de plus de 60% (par rapport aux valeurs observées sur les échantillons non-chargés) de la hauteur moyenne est notée. La valeur moyenne de l'espacement ne semble pas être affectée par l'absorption d'hydrogène, on remarque cependant que les valeurs moyennes d'espacements sont similaires pour 3% et 10% de déformation, malgré l'augmentation de la déformation plastique correspondante.

Pour les échantillons à gros grains, l'effet de l'hydrogène est plus marqué, même pour une faible concentration d'hydrogène (31ppm massiques). Les distributions de hauteurs sont plus dispersées en présence d'hydrogène, les fréquences relatives maximales sont ainsi plus petites que pour les échantillons non-chargés, et les valeurs modales sont augmentées de 150% à 900% selon les conditions expérimentales. L'effet de l'hydrogène sur les valeurs médianes des distributions des espacements n'est par contre visible que pour 3% de déformation (figure 1.11). Toutefois un nombre important d'espacements supérieurs à 2.5 $\mu$m (à 3% de déformation) et à 1.5 $\mu$m (à 10% de déformation) est observé en présence d'hydrogène. La dispersion des valeurs (caractérisée par l'écart-type) augmente avec la concentration en hydrogène.

Les effets de l'hydrogène les plus marqués ont été observés pour 3% de déformation, pour les échantillons à gros grains chargés à 135ppm : la hauteur moyenne et l'espacement moyen mesurés sont alors le double des valeurs correspondantes pour les agrégats non-chargés. Pour les agrégats à gros grains déformés à 10% et les agrégats à petits grains, un effet de l'hydrogène sur les hauteurs est observé (un facteur de 2 peut aussi être observé pour les hauteurs moyennes), mais l'effet de l'hydrogène sur l'espacement des marches est peu marqué.

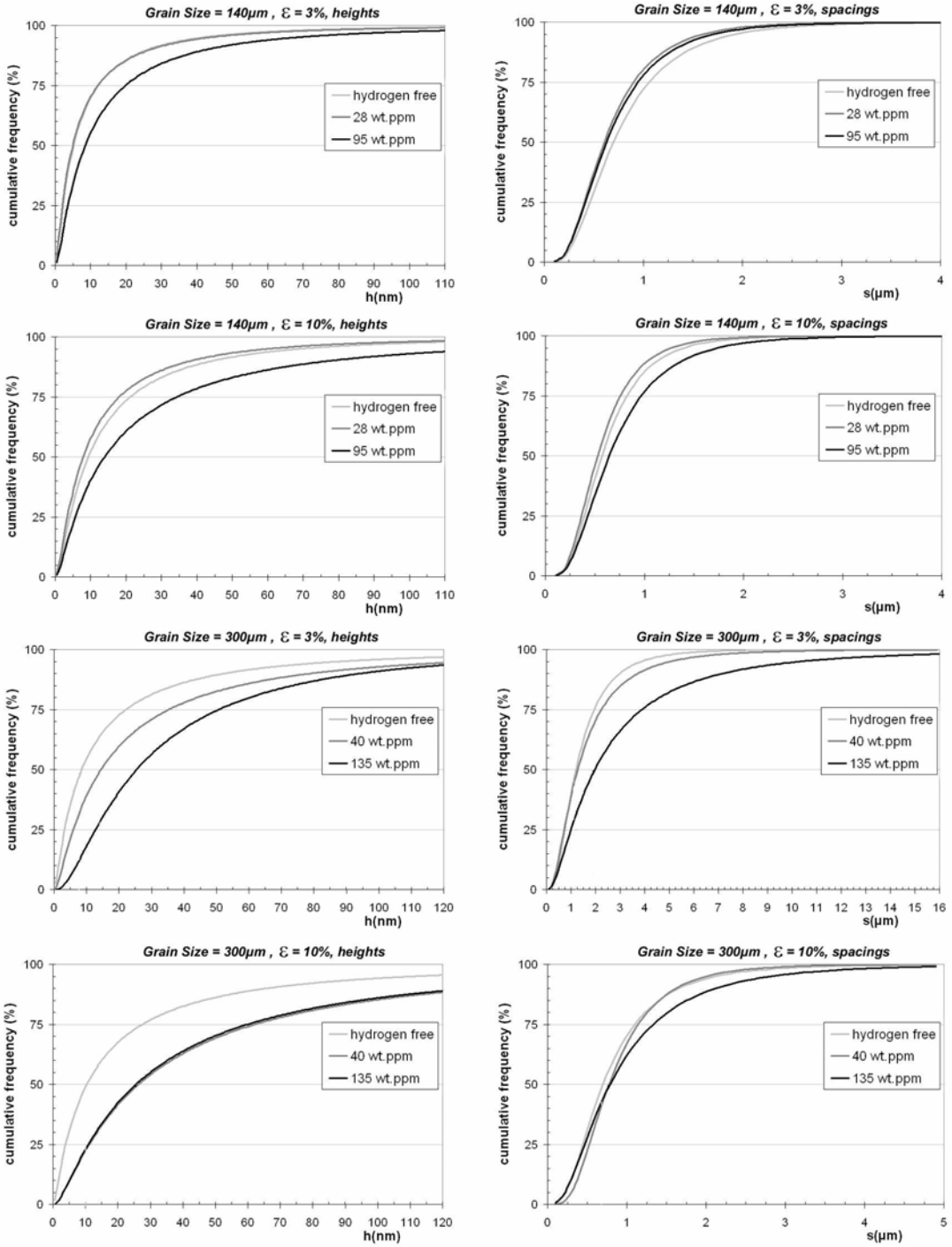



FIGURE 1.12 – Fréquences cumulées théoriques des hauteurs des marches, $h$, et des espacements des marches, $s$. Résultats pour les différentes tailles de grain et différents niveaux de déformation ($\varepsilon = 3\%$ and $\varepsilon = 10\%$) [AOS10].

## 1.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à un des phénomènes impliqués dans l'endommagement par l'hydrogène, à savoir la localisation de la déformation plastique par l'hydrogène absorbé. Nous avons tout d'abord traité le comportement de l'hydrogène dans le milieu cristallin, en notant une importante sensibilité des atomes d'hydrogène aux champs de contrainte hydrostatique et aux défauts cristallins, notamment les dislocations et les joints de grain. Nous avons noté le caractère particulier du piégeage par les dislocations, car il s'agit dans ce cas de pièges mobiles : la mobilité des atomes d'hydrogène dans le réseau par rapport à celle des dislocations va ainsi influencer les caractéristiques de ce piégeage. Il a été remarqué que, pour le nickel pur à température ambiante et pour des vitesses de sollicitation « classiques », les dislocations étaient constamment épinglées par les nuages d'atomes d'hydrogène.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'influence de l'hydrogène sur le comportement des dislocations. Nous avons introduit le modèle classique d'*Hydrogen Enhanced Localized Plasticity* qui met en avant une augmentation de la mobilité des dislocations en présence d'hydrogène, le mécanisme alors suggéré est un écrantage des interactions élastiques entre dislocations et entre dislocations et défauts microstructuraux. Nous avons alors présenté les observations faites par MET environnemental qui ont permis de mettre en avant cet effet d'écrantage par une densification des empilements de dislocations, puis les simulations numériques basées sur les interactions contraintes hydrostatiques-distribution d'hydrogène qui permettent de modéliser cet effet d'écrantage pour les composantes coin des dislocations.

Le rôle de l'hydrogène dans l'augmentation de la planéité du glissement a ensuite été rappelé. Ce phénomène est nécessaire pour expliquer la localisation du glissement observé en présence d'hydrogène, tout comme l'aspect plus rectiligne des marches observées en surface. Une diminution de l'énergie de défaut d'empilement du matériau en présence d'hydrogène est un mécanisme évoqué, cependant certains auteurs suggèrent que cette diminution ne peut justifier à elle seule l'augmentation de la planéité du glissement et que l'effet d'écrantage est nécessairement impliqué. Finalement, l'hydrogène affecte le glissement de part son effet sur les sources de dislocations, en abaissant la contrainte critique d'activation et la force d'expansion des boucles, tout en retardant l'épuisement de ces sources.

Les conséquences de la localisation de la plasticité observée en surface à l'échelle des marches de glissement ont ensuite été analysées. Les caractéristiques géométriques des marches de glissement sont ainsi modifiées en présence d'hydrogène : l'aspect plus rectiligne des marches traduit une diminution du glissement dévié et la localisation se traduit par une augmentation des hauteurs et des espacements des marches. Une analyse quantitative de ce phénomène est possible grâce à la *Microscopie à Force Atomique* qui permet de mesurer directement les caractéristiques des marches observées en surface : nous avons détaillé à ce sujet les précédentes observations de Magalie Ménard, dont certains résultats sont repris dans cette étude, qui permettent d'illustrer les capacités d'une telle méthode pour quantifier la modification de la déformation plastique par l'hydrogène absorbé.

Nous pouvons toutefois remarquer une limite dans le travail statistique proposé. Le niveau de plasticité développé au sein des grains d'un polycristal est en effet différent d'un grain à l'autre. Tout d'abord, le développement de la plasticité va dépendre du facteur de Schmid et donc de l'orientation cristallographique du grain considéré. De plus, les différences d'orientation cristallographique d'un grain à l'autre vont engendrer des incompatibilités de déformation

entre grains voisins et engendrer un « effet de voisinage » qui va modifier le champ de contrainte local. L'analyse statistique présentée dans ce chapitre est réalisée en prenant en compte la déformation macroscopique et ne prend donc pas en compte ces deux points : il est donc possible d'améliorer l'analyse proposée, en considérant les champs locaux (à l'échelle du grain).

La modélisation numérique permet de simuler, sur un polycristal, l'effet de voisinage et donc l'hétérogénéité des champs de contrainte et déformation à l'échelle du grain ; le modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud [Cai87] est un des modèles utilisés à cet effet. Le prochain chapitre présente donc une étude bibliographique de la modélisation numérique de la plasticité développée au sein des grains d'un polycristal, ainsi que le modèle de plasticité cristalline utilisé dans la suite de cette étude. Nous étudierons alors l'impact de la modélisation pour le cas précis d'échantillons dont la majorité des grains traverse l'épaisseur de l'échantillon : nous présenterons les cas de modélisation envisageables et étudierons la qualité de la modélisation du glissement qui en résulte.

# Bibliographie


[AA95] P. Abraham et J. Alstetter : Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions*, 26A:2859–2871, 1995.

[AOS10] I. Aubert, J.-M. Olive et N. Saintier : The effect of internal hydrogen on surface slip localisation on polycrystalline aisi 316l stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, In Press, Accepted Manuscript:–, 2010.

[BC95] A.-M. Brass et A. Chanfreau : Accelerated hydrogen diffusion along grain boundaries in nickel. *Acta Materialia*, 44(9):3823–3831, 1995.

[BC98] A.-M. Brass et J. Chênes : Influence of deformation on the hydrogen behavior in iron and nickel base alloys : a review of experimental data. *Material Science & Engineering A*, 292:210–221, 1998.

[BC05] A.-M. Brass et J. Chêne : Diffusion and strain-assisted transport and trapping of hydrogen in ferritic steels. *In ICF 11 : 11th International Conference on Fracture*, Turin (Italy), March 20-25 2005.

[BC06] A.-M. Brass et J. Chênes : Hydrogen uptake in 316l stainless steel : Consequences on the tensile properties. *Corrosion Science*, 48:3222–3242, 2006.

[Bea72] C.D. Beachem : A new model for hydrogen cracking (hydrogen embrittlement). *Metallurgical Transaction A*, pages 437–451, 1972.

[BLK88] H.K Birnbaum, B. Ladna et A. Kimura : Hydrogen segregation and diffusion at grain boundaries. *Journal de physique*, 49:397–401, 1988.

[BS94] H.K. Birnbaum et P. Sofronis : Hydrogen-enhanced localized plasticity - a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering*, A176:191–202, 1994.

[CA70] P. Combette et P. Azou : Diffusion de l'hydrogne dans le nickel. *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, 67(1):17–33, 1970.

[Cai87] G. Cailletaud : *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1987.

[CB05] J. Chêne et A.-M. Brass : Role of strain-assisted transport of hydrogen on the intergranula fracture of nickel base alloys. *In ICF 11 : 11th International Conference on Fracture*, Turin (Italy), March 20-25 2005.

[CDM99] J.-P. Chateau, D. Delafosse et T. Magnin : Simulations numériques des intéractions hydrogne-dislocations en corrosion sous contraintes dans les matériaux cubiques faces centrées. *Annales de Chimie Science des Matériaux*, 24:295–305, 1999.

[CDM02a] J.-P. Chateau, D. Delafosse et T. Magnin : Numerical simulations of hydrogen-dislocation interactions in fcc stainless steels. part ii : hydrogen effects on crack tip plasticity at a stress corrosion crack. *Acta Materialia*, 50:1523–1538, 2002.

[CDM02b] J.P. Chateau, D. Delafosse et T. Magnin : Numerical simulations of hydrogen–dislocation interactions in fcc stainless steels. part i : hydrogen–dislocation interactions in bulk crystals. *Acta Materialia*, 50:1507–1522, 2002.

[CG70] P. Combette et J. Grilhé : Effet portevin-le chatelier et discontinuité à la limite élastique dans le nickel hydrogéné. *Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, 67(7-8):491–505, 1970.

[Che09] J. Chêne : L'hydrogène dans les matériaux métalliques en relation avec les interactions plasticité-environnement. *Plastox 2007*, pages 131–145, 2009.

[Cra94] J. Crank : *The mathematics of diffusion.* Oxford University Press, 1994.

[Del09] D. Delafosse : Couplage hydrogène - plasticité dans les matériaux cubiques à faces centrées. *Plastox 2007*, pages 147–159, 2009.

[DM01] D. Delafosse et T. Magnin : Hydrogen induced plasticity in stress corrosion cracking of engineering systems. *Engineering Fracture Mechanics*, 68:693–729, 2001.

[EHMB82] J. Eastman, F. Heubaum, T. Matsumoto et H.K. Birnbaum : The effect of hydrogen on the solid solution strengthening and softening of nickel. *Acta Metallurgica*, 30:1579–1586, 1982.

[FRB97] P. J. Ferreira, I. M. Roberston et H. K. Birnbaum : Hydrogen effects on the interaction between dislocations. *Acta Materialia*, 46(5):1749–1757, 1997.

[FRB99] P.J. Ferreira, I.M. Robertson et H.K. Birnbaum : Hydrogen effects on the character of dislocation in high-purity aluminum. *Acta Materialia*, 10(10):2991–2998, 1999.

[GD04] G. Girardin et D. Delafosse : Solute-dislocation interactions : modelling and experiments in hydrogenated nickel and nickel base alloys. *Material Science and Engineering A*, 387:51–54, 2004.

[Gir04] Gouënou Girardin : *Interactions hydrogène-plasticité dans le nickel et ses alliages.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne et Université Jean Monnet de Saint-Étienne, 2004.

[GSS05] V.G. Graviljuk, V.N. Shivanyuk et B.D. Shanina : Change in the electron structure caused by c, n and h atoms in iron and its effect on their interaction with dislocations. *Acta Materialia*, 53:5017–5024, 2005.

[KB87] A. Kimura et H.K. Birnbaum : The effects of cathodically charged hydrogen on the flow stress of nickel and nickel-carbon alloys. *Acta Metallurgica*, 35(5):1077–1088, May 1987.

[KP05] R. Kircheim et A. Pundt : Segregation of hydrogen at dislocations. *In ICF 11 : 11th International Conference on Fracture*, Turin (Italy), March 20-25 2005.

[Liu08] H.W. Liu : A unified model of environment-assisted cracking. *Acta Materialia*, 2008.

[LS97] J. Lufrano et P. Sofronis : Enhanced hydrogen concentrations ahead of rounded notches and cracks : competition between plastic strain and hydrostatic stress. *Acta Materialia*, 46(5):1519–1526, 1997.

[Lyn05] S.P. Lynch : Concerning teh relative importance of decohesion versus slip and adsorbed versu solute hydrogen on fracture behavior. *In ICF 11 : 11th International Conference on Fracture*, Turin (Italy), March 20-25 2005.

[Lyn09] S.P. Lynch : Comments on "a unified model of environment-assisted cracking". *Scripta Materialia*, 2009.

[MCB95] T. Magin, A. Chambreuil et B. Bayle : The corrosion-enhanced plasticity model for stress corrosion cracking in ductile fcc alloys. *Acta Metallurgica*, 44:1457–1470, 1995.

[MD85] G. Matusiewicz et D.J. Duquett : Diffusion elastic measurements of hydrogen diffusion in nickel. *Actac Metallurgica*, 33(9):1637–1641, 1985.

[Mé04] Magalie Ménard : *Effet de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable 316L.* Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2004.

[NS60] J. Neyman et E.L. Scott : Correction for bias introduced by a transformation of variables. *The Annals of Mathematical Statistics*, 31(3):643–655, 1960.

[RB86] I.M. Robertson et H.K. Birnbaum : An hvem study of hydrogen effects on the deformationand fracture of nickel. *Actac Metallurgica*, 34:353–366, 1986.

[RB05] I.M. Roberston et H.K. Birnbaum : Dislocation mobility and hydrogen - a brief review. *In ICF 11 : 11th International Conference on Fracture*, Turin (Italy), March 20-25 2005.

[Rob99] I.M. Robertson : The effect of hydrogen on dislocation dynamics. *Engineering Fracture Mechanics*, 64:649–673, 1999.

[RRB90] P. Rozenak, I.M. Roberston et H.K. Birnbaum : Hvem studies of the effects of hydrogen on the deformation and fracture of asi type 316 austenitic stainless steel. *Acta Metallurgica and Materialia*, 38:2031–2040, 1990.

[SB95] P. Sofronis et H.K. Birnbaum : Mechanics of the hydrogen-dislocation-impurity interactions - i. increasing shear modulus. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 43:49–90, 1995.

[SGKS99] B.D. Shanina, V.G. Gavriljuk, S.P. Kolesnik et V.N. Shivanyuk : Paramagnetic spin resonance in hydrogen-charged stainless austenitic steel. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 32(3):298, 1999.

[SL99] P. Sofronis et J. Lufrano : Interaction of local elastoplasticity with hydrogen : embrittlement effects. *Material Science & Engineering A*, 260:41–47, 1999.

[Sof95] P. Sofronis : The influence of mobility of dissolved hydrogen on the elastic response of metal. *Journal of Mechanical Physics in SOlids*, 43(9):1385–1407, 1995.

[UA91] D.G. Ulmer et C.J. Altstetter : Hydrogen-induced strain localization and failure of austenitic stainless steels at high hydrogen concentrations. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(6):1237–1248, 1991.

[Wan01] J.-S. Wang : The thermodynamics aspects of hydrogen induced embrittlement. *Engineering Fracture Mechanics*, 68:647–669, 2001.

# Chapitre 2

# Simulations numériques : choix du modèle mécanique et du type de modélisation de la microstructure

## Sommaire


**2.1 Introduction . . . 46**
**2.2 Échelle de modélisation . . . 46**
**2.3 Modèle de plasticité cristalline . . . 49**
2.3.1 Lois pour le monocristal . . . 49
2.3.2 Passage au polycristal . . . 51
**2.4 Modélisation de la microstructure : simplification de la géométrie subsurfacique des grains . . . 52**
2.4.1 Contexte . . . 52
2.4.2 Méthodes de modélisation non destructive à partir de l'analyse EBSD . . . 52
2.4.2.1 Modélisation à partir d'une géométrie 2D . . . 52
2.4.2.2 Modélisation 3D à partir de deux géométries 2D « reliées » . . . 54
2.4.2.3 Modélisation 3D à partir d'une géométrie 2D et d'une construction réaliste de la microstructure subsurfacique . . . 54
2.4.3 Choix des méthodes dans le cadre de l'étude proposée . . . 55
**2.5 Influence de la géométrie subsurfacique : présentation des maillages utilisés . . . 57**
2.5.1 Modélisation de la microstructure . . . 57
2.5.2 Générations des maillages . . . 58
2.5.3 Nomenclature et caractéristiques des maillages . . . 62
2.5.3.1 Nomenclature . . . 62
2.5.3.2 Caractéristique des maillages . . . 62
**2.6 Influence de la géométrie subsurfacique : simulations numériques . . . 63**

2.6.1 Conditions limites . . . . . 63
2.6.2 Paramètres matériau . . . . . 63
2.6.3 Résultats des calculs . . . . . 63
2.6.3.1 Comportement macroscopique . . . . . 64
2.6.3.2 Glissement à l'échelle du grain . . . . . 64
2.6.3.3 Systèmes et plans activés . . . . . 74
**2.7 Conclusion . . . . . 80**

## 2.1 Introduction

Cette partie présente le modèle mécanique utilisé pour les calculs numériques présentés dans ces travaux. Comme nous avons pu le mentionner, la démarche proposée pour étudier l'effet de l'hydrogène sur la plasticité nécessite de manipuler des modèles numériques d'agrégats polycristallins, afin de déterminer les niveaux de contrainte et de déformation plastique à l'échelle du grain. Les mesures expérimentales des hauteurs et espacements des marches de glissement peuvent ainsi être analysées et comparées à la vue de ces champs locaux.

Dans le cadre d'une telle démarche, les polycristaux sont composés d'une vingtaine à une cinquantaine de grains, le modèle numérique utilisé doit permettre de manipuler de tels agrégats : notre choix s'est porté sur le modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud [Cai87].

Les trois grandes étapes d'un calcul mécanique utilisant ce modèle, telles qu'elles sont décrites dans [CFJ+03], sont :

1. la génération d'un modèle réaliste de la microstructure,
2. le choix de la méthode numérique,
3. l'identification des paramètres des différentes lois de comportement utilisées.

La qualité de la simulation et donc des résultats est ainsi fortement influencée par la pertinence des choix faits à ces trois étapes. Entre autre, le « numéricien » est fréquemment amené à apporter quelques simplifications lors de la création du modèle, que ce soit pour des questions de coûts de calcul ou bien de limitations dans la connaissance de la microstructure à modéliser : il doit alors être capable de justifier de la pertinence de ces simplifications.

Dans le cadre de ces travaux, la connaissance restreinte de la géométrie des grains, qui n'est accessible qu'en surface des échantillons est le facteur limitant pour modéliser la microstructure exacte. Différentes méthodes sont disponibles afin de contourner cet obstacle ; il est alors nécessaire de connaître le coût des simplifications apportées.

L'objectif de ce chapitre est tout d'abord de présenter le modèle de plasticité cristalline. Nous expliquerons les motifs du choix de ce modèle, en analysant l'échelle de modélisation et les diverses possibilités offertes. Nous présenterons ensuite le principe du modèle et les lois de comportement utilisées.

Une seconde partie présentera une étude de l'effet d'une approximation faite sur le modèle de microstructure, dans le cas où la géométrie subsurfacique des grains n'est pas accessible. Nous verrons tout d'abord les différentes méthodes envisageables pour répondre à cette problématique, puis nous présenterons les calculs numériques effectués afin de comprendre l'impact des différentes simplifications proposées sur la qualité des résultats.

## 2.2 Échelle de modélisation

La figure 2.1 présente les différentes échelles de modélisation numérique, et les différents modèles qui y sont associés. Nous voyons que la modélisation de polycristaux et la simulation de niveaux élevés de déformation passent par l'utilisation de modèles continus. Les modélisations « 100% discrètes » sont pour le moment inaccessibles pour le calcul sur polycristaux, de par la limite des moyens de calculs.

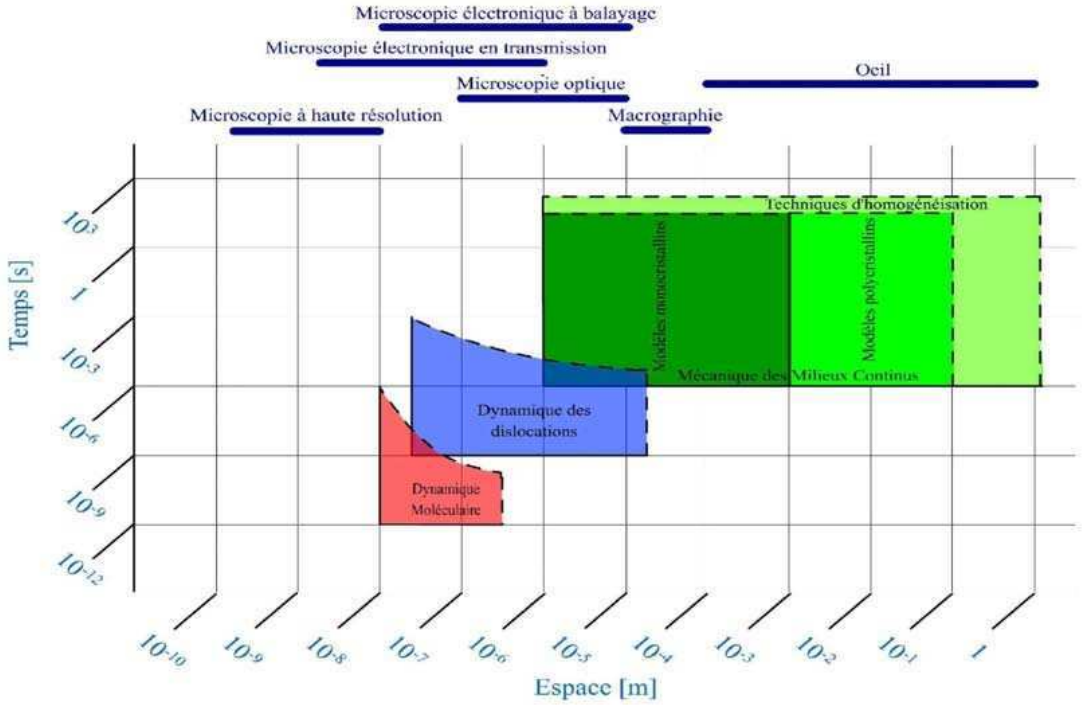



FIGURE 2.1 – Représentation schématique des possibilités de simuler et d'observer le comportement plastique d'un volume de matière de taille donnée pendant un temps physique (dans le cas des simulations dynamiques). Les frontières tracées en traits pleins représentent les limites de validité des modèles. Les pointillés montrent les limites actuelles imposées par la puissance des calculateurs. [Fiv06]

Il est toutefois possible de considérer une approche mixte (qui n'est pas explicitement présentée sur la figure 2.1) consistant à coupler un calcul de dynamique des dislocations (DDD) à un code éléments finis (EF) [CVdGN97, FVC97]. Le couplage est effectué par superposition de deux sous-problèmes élastiques : pour un volume donné, les forces extérieures appliquées sur la surface (problème de la simulation continue) sont équilibrées aux forces internes exercées sur la surface par le champ de dislocation supposé dans un milieu infini (problème du modèle discret) : cette étape est réalisée par la partie EF du modèle, et permet d'alléger les besoins en mémoire et en charge CPU.

Ces modèles ont en outre l'avantage de pouvoir incorporer un effet d'échelle dans la simulation du comportement mécanique d'agrégats polycristallins. La limite imposée par les moyens de calculs actuels est cependant toujours présente et peut affecter les capacités de modélisation du comportement plastique. Un des problèmes majeurs est

l'utilisation d'un nombre limité de sources de dislocations incorporées dans le modèle de DDD [NVdGD06] : la plasticité se développant lorsqu'une ou plusieurs sources de dislocation sont disponibles dans la zone où le critère de plasticité est atteint, une forte dépendance des résultats à la distribution et aux dimensions initiales des sources est observée.

Les travaux de Filip Šiška [Sis07] illustrent une application de ce modèle discret-continu sur un polycristal, dans le cadre de la simulation d'un film mince. Le modèle consiste en 9 grains de forme cubique, répartis selon les directions principales du film (un grain dans l'épaisseur). Une trentaine de sources sont distribuées aléatoirement dans chaque grain. Le calcul de dynamique des dislocations est effectué séparément dans chaque grain, de sorte que les joints de grain sont impénétrables (limites du code). Plusieurs essais numériques sont menés jusqu'à 0.5% de déformation totale en faisant varier :

- la longueur des sources
- la densité des sources (de l'ordre de $10^{13}\,\mathrm{m}^{-2}$)
- les dimensions de l'agrégat

Les résultats observés sur le comportement macroscopique montrent une forte influence de la longueur des sources et de leur densité sur la limite d'élasticité, au dépend de la taille de grain ou de l'épaisseur du film.

Le taux d'écrouissage est quant à lui sensible à la taille de grain (le taux augmente quand la taille de grain diminue) et à la longueur des sources (le taux augmente quand la longueur des sources augmente). Filip Šiška attribue une grande partie du phénomène d'écrouissage au phénomène d'empilement de dislocation sur les joints de grain, au dépend des interactions entre dislocations ; cette interprétation est aussi liée au faible nombre de sources modélisées.

À partir de comparaisons faites à l'échelle du grain entre le modèle discret-continu utilisé et un modèle continu [1], Filip Šiška conclut que les champs de contrainte et de déformation sont distribués de manière similaire entre les deux types de modélisation. Il note cependant une disparité importante des résultats obtenus par le modèle mixte, qu'il attribue une nouvelle fois au nombre limité de sources, introduisant de fortes concentrations de contrainte.

Pour ces raisons, une approche statistique des résultats de ce type de modèle est suggérée, afin d'obtenir le comportement moyen observé sur plusieurs réalisations (distribution différentes des sources) [NVdGD06, SWFG09]. Filip Šiška a étudié cette possibilité, et conclut que pour son type de modélisation (9 grains, une trentaine de sources par grain), 10 réalisations étaient insuffisantes pour obtenir le comportement continu du matériau.

En l'état actuel des moyens de calculs disponibles, notre choix ne s'est pas porté sur ce type de modèle mixte. Nous lui préférerons un modèle continu "classique" tel que celui de plasticité cristalline. Il est toutefois évident que dans un futur proche, ce couplage discret-continu deviendra totalement accessible et permettra d'approfondir l'étude de la plasticité des polycristaux, en la reliant aux comportements des dislocations.

Les sections suivantes présenteront le modèle continu de plasticité cristalline. Nous introduirons tout d'abord le principe du modèle, puis nous détaillerons les lois mécaniques utilisées.

1. Il s'agit du modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud, présenté dans ce chapitre.

## 2.3 Modèle de plasticité cristalline

Le modèle présenté ici est celui de Méric et Cailletaud [Cai87]. Ce modèle a été utilisé à plusieurs reprises dans le cadre de la modélisation de la plasticité de polycristaux à l'échelle mésoscopique [EFQC98, PFG$^+$00, Bar00, EFW$^+$02, Zeg05, Mus05, SWFG09, Gé08]. Il repose sur une modélisation de la plasticité à l'échelle continue des systèmes de glissement. Des lois phénoménologiques sont utilisées pour le monocristal ; pour un calcul sur polycristal, une étape de transition est nécessaire : cette étape rend compte de l'effet de voisinage, engendré par les incompatibilités de déformation aux joints de grain. La déformation au sein d'un grain correspond alors à la déformation du monocristal correspondant modifiée par cet effet de voisinage.

Les prochaines parties décrivent les lois pour le monocristal et présentent le choix effectué pour la transition au polycristal.

### 2.3.1 Lois pour le monocristal

Les lois mécaniques utilisées pour le monocristal sont des projections des modèles continus de plasticité sur des systèmes de glissement : la plasticité est alors représentée par les valeurs de glissement pour chaque système de glissement.

Pour introduire le modèle, il est tout d'abord supposé que le glissement est le mécanisme prépondérant de la déformation plastique et que la loi de Schmid est valable [Cai87] : pour chaque système $s$, la cission résolue $\tau^s$ est calculée par projection du tenseur de contrainte locale $\underset{\sim}{\sigma}$ sur ce système (équation 2.2). On définit à cet effet le tenseur d'orientation $\underset{\sim}{\underset{\sim}{m}}^s$, calculé à partir de la normale au plan de glissement $\underset{\sim}{n}^s$ et de la direction de glissement $\underset{\sim}{m}^s$ (équation 2.1).

$$\underset{\sim}{\underset{\sim}{m}}^s = \frac{1}{2}\left(\underset{\sim}{n}^s \otimes \underset{\sim}{m}^s + \underset{\sim}{m}^s \otimes \underset{\sim}{n}^s\right) \tag{2.1}$$

$$\tau^s = \underset{\sim}{\sigma} : \underset{\sim}{\underset{\sim}{m}}^s = \sigma_{ij}\, m_{ij}^s \tag{2.2}$$

Le taux de glissement sur chaque système est donné par la relation 2.3, où $r^s$ et $x^s$ représentent respectivement l'écrouissage isotrope (expansion du domaine de plasticité) et cinématique (translation du domaine de plasticité). Un comportement élasto-visco-plastique est utilisé, mais dans le cas de calculs pour un matériau élasto-plastique, les paramètres choisis « rendent négligeables » le caractère visqueux (sans cela, une étape de sélection des systèmes activés est nécessaire à chaque pas de calcul [BC05]). La valeur de la cission critique $R_0$ étant supposée constante pour tous

les systèmes de glissement, la valeur de $\tau_c^s$ est incluse dans l'expression de $r^s$, afin de simplifier la notation.

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^n sign\left(\tau^s - x^s\right) \tag{2.3}$$

L'évolution de l'écrouissage isotrope, $r^s$, est calculée par la relation 2.4. La contribution des autres systèmes de glissement à l'écrouissage du système considéré est matérialisée par la matrice d'interaction $h_{rs}$. La forme exponentielle décrit la saturation de l'écrouissage en fonction du niveau de déformation ($\nu^r$), et le terme $b$, la sensibilité du matériau vis-à-vis de cette saturation.

$$r^s = R_0 + Q \sum_r h_{rs} \left\{1 - e^{-b\nu^r}\right\} \ , avec\ \dot{\nu^r} = |\dot{\gamma^r}| \tag{2.4}$$

La matrice $h_{rs}$ correspondant au matériau CFC est présentée à la figure 2.2. Sont observables six termes différents, correspondant aux interactions entre dislocations observables pour les systèmes octaédriques :

- h1 : auto-écrouissage,
- h2 : interaction coplanaire,
- h3 : verrous de Hirth,
- h4 : interaction colinéaire,
- h5 : jonctions glissiles,
- h6 : verrous de Lomer.

| | Bd | Ba | Bc | Db | Dc | Da | Ab | Ad | Ac | Cb | Ca | Cd |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Bd | h1 | h2 | h2 | h4 | h5 | h5 | h5 | h6 | h3 | h5 | h3 | h6 |
| Ba | h2 | h1 | h2 | h5 | h3 | h6 | h4 | h5 | h5 | h5 | h6 | h3 |
| Bc | h2 | h2 | h1 | h5 | h6 | h3 | h5 | h3 | h6 | h4 | h5 | h5 |
| Db | h4 | h5 | h5 | h1 | h2 | h2 | h6 | h5 | h3 | h6 | h3 | h5 |
| Dc | h5 | h3 | h6 | h2 | h1 | h2 | h3 | h5 | h6 | h5 | h5 | h4 |
| Da | h5 | h6 | h3 | h2 | h2 | h1 | h5 | h4 | h5 | h3 | h6 | h5 |
| Ab | h5 | h4 | h5 | h6 | h3 | h5 | h1 | h2 | h2 | h6 | h5 | h3 |
| Ad | h6 | h5 | h3 | h5 | h5 | h4 | h2 | h1 | h2 | h3 | h5 | h6 |
| Ac | h3 | h5 | h6 | h3 | h6 | h5 | h2 | h2 | h1 | h5 | h4 | h5 |
| Cb | h5 | h5 | h4 | h6 | h5 | h3 | h6 | h3 | h5 | h1 | h2 | h2 |
| Ca | h3 | h6 | h5 | h3 | h5 | h6 | h5 | h5 | h4 | h2 | h1 | h2 |
| Cd | h6 | h3 | h5 | h5 | h4 | h5 | h3 | h6 | h5 | h2 | h2 | h1 |

| | |
|---|---|
| Bd | $(111)[\bar{1}01]$ |
| Ba | $(111)[0\bar{1}1]$ |
| Bc | $(111)[\bar{1}10]$ |
| Db | $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$ |
| Dc | $(1\bar{1}1)[011]$ |
| Da | $(1\bar{1}1)[110]$ |
| Ab | $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$ |
| Ad | $(\bar{1}11)[110]$ |
| Ac | $(\bar{1}11)[101]$ |
| Cb | $(11\bar{1})[\bar{1}10]$ |
| Ca | $(11\bar{1})[101]$ |
| Cd | $(11\bar{1})[011]$ |

FIGURE 2.2 – Matrice d'interaction $h_{rs}$ pour un matériau CFC [Tra].

L'évolution de l'écrouissage cinématique, $x^s$, est obtenue par la relation présentée à l'équation 2.5 et la loi présentée à l'équation 2.6.

$$x^s = c\,\alpha^s \tag{2.5}$$

$$\dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\,\alpha^s \dot{\nu}^s \ \ avec\ \alpha^s(t = t_0) = 0 \tag{2.6}$$

Le tenseur du taux de déformation visco-plastique locale $\underset{\sim}{\dot{\varepsilon}}^p$ est calculé à partir des taux de glissement obtenus sur chaque système (2.7), et le tenseur de déformation totale est obtenu par somme de la partie élastique (obtenue par la loi de Hooke) et de la partie plastique (obtenue par intégration du taux de déformation visco-plastique).

$$\underset{\sim}{\dot{\varepsilon}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \, \underset{\sim}{m}^s \tag{2.7}$$

L'ensemble des lois présentées permettent de définir le comportement plastique d'un monocristal, voyons maintenant l'étape du transfert au polycristal.

### 2.3.2 Passage au polycristal

Deux méthodes sont observées dans la littérature :
- les modèles d'homogénéisation ou auto-cohérents.
- la méthodes des éléments finis avec description de la microstructure.

Pour un calcul utilisant un modèle d'homogénéisation, chaque grain est remplacé par une phase d'orientation cristallographique, de forme et de fraction volumique similaire, et cette phase interagit avec un milieu homogénéisé équivalant à l'ensemble des grains du polycristal [Tay38, Esh57, BZ79]. Ceci correspond à un calcul sur chaque monocristal composant l'agrégat, pour lequel les champs de déformation et contrainte appliqués sont adaptés à partir des champs macroscopiques appliqués à l'agrégat : on parle alors de lois de transition d'échelle du monocristal au polycristal (voir [Bar00] pour un résumé des différents schémas d'homogénéisation disponibles).

La position du grain n'est pas prise en compte, seule intervient l'interaction de ce grain avec le milieu homogène équivalent, représentant l'ensemble des autres grains. Or le phénomène d'accommodation des déformations entre un grain et son voisinage est un phénomène essentiel pour la détermination du développement de la plasticité au sein de ce grain : l'hétérogénéité des contraintes et des déformations à l'intérieur des grains n'est ainsi pas correctement pris en compte. Ce type de modèle est toutefois efficace pour prédire le comportement macroscopique [Bar00, EFQC98].

Pour cette raison (et en tenant compte de l'augmentation des moyens de calcul), la modélisation de microstructures par éléments finis (EF) s'est développée au cours des quinze dernières années, aussi bien pour des microstructures synthétiques que des microstructures réelles [Bar00, NG04, DLRC05, Zeg05, Mé04, Mus05, Gé08, EFW$^+$02, EFQC98, CFJ$^+$03]. Dans ce cas, les lois mécaniques présentées précédemment sont utilisées à l'échelle du monocristal, et le passage au polycristal est assuré par la formulation du problème par éléments finis (continuité du champs de déplacement).

Parmi les différentes possibilités de modélisation par éléments finis, celle qui retiendra notre attention est la modélisation détaillée de chaque grain, pour laquelle le maillage utilisé (maillage libre) respecte la géométrie des grains et donc des joints de grain. Ce modèle a en effet de meilleures capacités à modéliser les incompatibilités de déformation aux interfaces (joints de grain) [FC$^+$02, DLRC05].

Quant au logiciel utilisé pour les calculs présentés dans ces travaux, notre choix s'est porté sur le code EF ZéBuLoN, développé en collaboration par l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, l'ONÉRA, l'INSA de Rouen et NW Numerics. Ce code incorpore un mailleur et permet notamment de réaliser des calculs utilisant des modèles de plasticité cristalline, et a été utilisé dans de nombreux travaux étudiant la plasticité à l'échelle du grain [Bar00, DLRC05, Zeg05, Mé04, Mus05, Gé08, EFW+02, EFQC98, CFJ+03].

## 2.4 Modélisation de la microstructure : simplification de la géométrie subsurfacique des grains

### 2.4.1 Contexte

La méthode principale permettant de caractériser une microstructure d'agrégat polycristallin métallique est l'utilisation de l'*Electron Back Scattering Diffraction* (EBSD), dont le principe est présenté à l'annexe D.1. Or cette méthode ne permet d'appréhender que la microstructure en surface des échantillons. La méthode des polissages successifs combinés à des scans EBSD (à chaque étape de polissage) permet de reconstruire un agrégat 3D à partir des scans obtenus à différentes profondeurs dans cet agrégat, mais a l'inconvénient d'être destructive [CFJ+03].

D'autre part, des techniques d'imagerie 3D sont disponibles, notamment la microtomographie. Cependant, la microtomographie aux rayons X s'avère plus applicable aux matériaux constitués de phases de différentes densités (ou de matériau poreux), et la microtomographie synchrotron [IU04] reste une technologie peu accessible.

Ainsi, dans la plupart des cas, seule la microstructure en surface des agrégats est accessible (géométrie 2D des grains émergents et orientation de ces grains), ce qui a amené les mécaniciens à chercher des méthodes pour contourner cette contrainte. Les prochains paragraphes présenteront diverses méthodes employées pour modéliser un agrégat polycristallin à partir de scans EBSD. Ces différentes méthodes dépendent des caractéristiques de l'agrégat à modéliser.

### 2.4.2 Méthodes de modélisation non destructive à partir de l'analyse EBSD

#### 2.4.2.1 Modélisation à partir d'une géométrie 2D

Lors de la modélisation de films minces [PFG+00, SFG07], ou lorsque l'une des dimensions de l'agrégat est de l'ordre de la taille de grain, le modèle peut-être obtenu à partir de la géométrie 2D des grains obtenue par EBSD sur la surface de l'échantillon. Deux méthodes sont disponibles dans ce cas.

**Modélisation 2D et utilisation du mode 2_5D**

Le mode de calcul « 2_5D » du code Zébulon permet de manipuler des champs 3D de contrainte et déformation sur une géométrie 2D [2]. L'utilisation de ce mode permet de réduire grandement la mémoire et le temps de calcul [Mé04],

2. En dehors d'un cas très particulier de symétrie des orientations, une modélisation 2D des champs de déformation est une simplification trop importante et n'est donc pas envisageable [CFJ+03]

de part le nombre réduit de degrés de liberté (par rapport à un modèle numérique 3D) et la simplification des éléments utilisés pour le maillage 2D.

Ainsi, l'utilisation d'un calcul sur maillage 2D s'avère intéressante pour une première approche d'un problème polycristallin. Par la suite nous quantifierons les erreurs de modélisation dues aux simplifications apportées par cette méthode, par rapport à des méthodes plus raffinées. Nous pouvons toutefois constater que l'influence de l'épaisseur du modèle n'est pas prise en compte. Or Héripré [Hé06] a pu vérifier que l'épaisseur d'un modèle 3D obtenu par extrusion d'une géométrie 2D (voir paragraphe suivant) influençait les résultats en déformation, dans le cas d'application de conditions limites homogènes : la figure 2.3 montre la répartition de l'erreur (calculée à chaque point de Gauss) entre les résultats numériques obtenus avec des maillages extrudés de différentes épaisseurs (respectivement 2 éléments, 15 éléments et 15 éléments avec condition de symétrie selon la face principale inférieure), et les résultats expérimentaux correspondant (essai de traction simple).

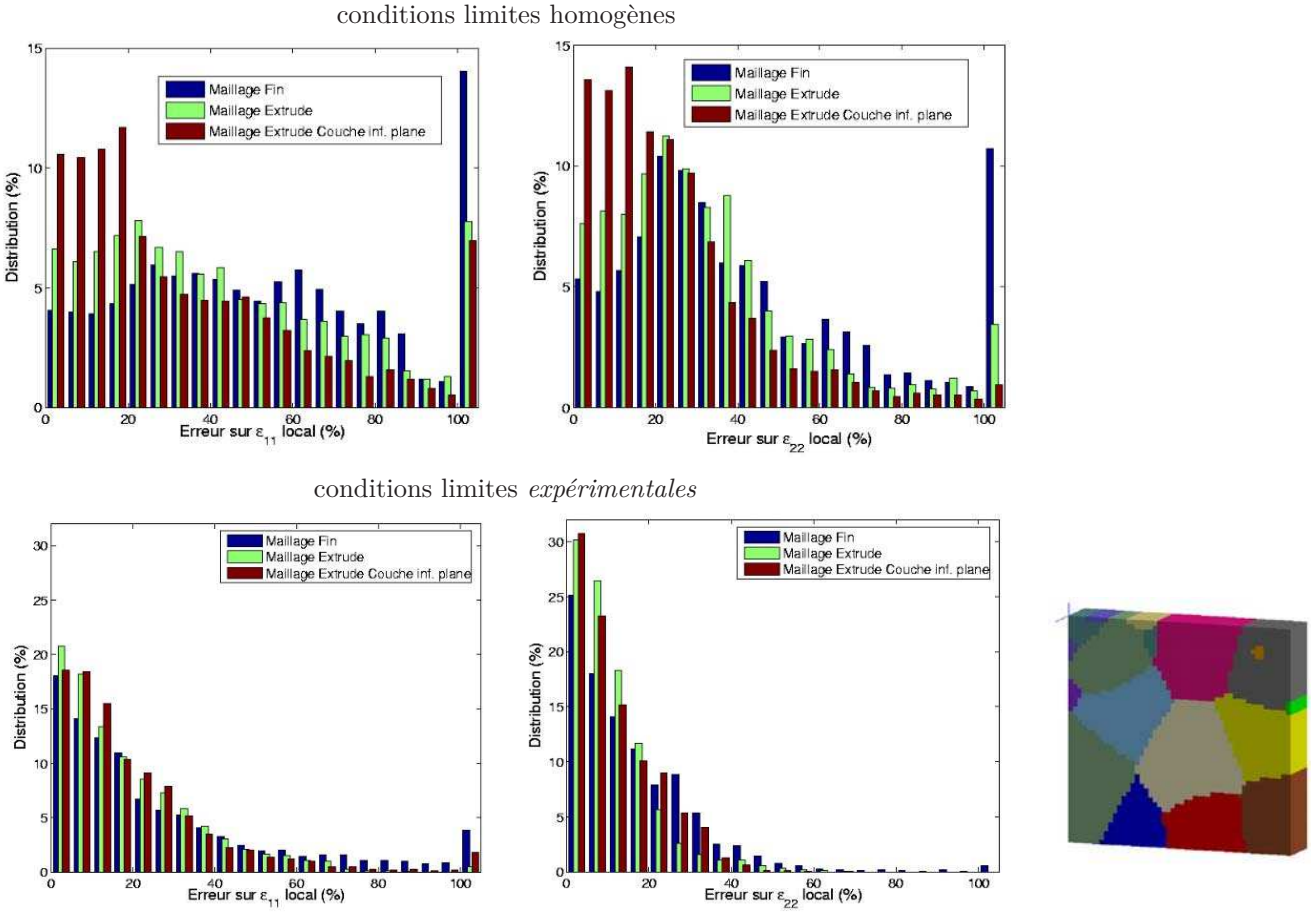



FIGURE 2.3 – Influence de l'épaisseur du maillage sur l'erreur (par rapports aux valeurs expérimentales) sur les déformations locales [Hé06]. Les résultats sont observés pour des conditions limites homogènes (traction de direction verticale) ou *expérimentales* (applications, aux nœuds du maillage, des déplacements locaux correspondant au champs mesuré expérimentalement sur l'agrégat en cours d'essai de traction simple). Le maillage utilisé est présenté à droite.

**Modélisation 3D par extrusion d'une géométrie 2D (modèle « quasi-2D »)**

Un modèle 3D peut être généré à partir de la géométrie 2D des grains obtenue sur une des surfaces de l'agrégat. Une simple opération d'extrusion permet en effet d'obtenir ainsi un agrégat 3D dont les joints de grain sont perpendiculaires à la surface principale ; il est donc important de vérifier que cette hypothèse n'est pas trop simplificatrice [Sis07, PFG+00].

Ce type de modèle permet, contrairement à un modèle 2D, de prendre en compte l'effet de l'épaisseur de l'agrégat sur les champs de contrainte et déformation obtenus. Un autre avantage est qu'il permet l'utilisation de plusieurs modèles dans l'épaisseur, ce qui est le cas quand une sous-couche homogène est utilisée pour modéliser le comportement du matériau (ou d'un autre matériau) dans la profondeur. Un exemple peut-être trouvé dans les travaux de Parisot [PFG+00] (voir figure 2.4).

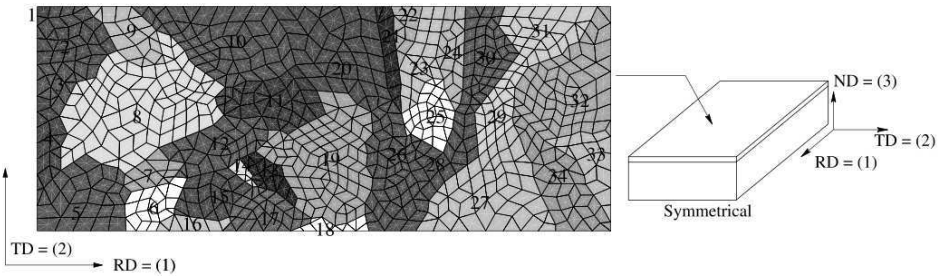



FIGURE 2.4 – Maillage utilisé dans les travaux de Parisot [PFG+00] pour la modélisation d'un film mince de zinc, couvrant une tôle d'acier galvanisé. Le modèle pour le film mince (représenté à gauche) est polycristallin et tient compte de la géométrie des grains, le modèle pour la tôle d'acier est homogène (élasto-plastique)

#### 2.4.2.2 Modélisation 3D à partir de deux géométries 2D « reliées »

Une modélisation plus précise, dans le cas d'agrégats polycristallins dont l'une des dimensions est de l'ordre de la taille de grain, consiste à utiliser les géométries obtenues sur chacune des faces principales, et de relier celles-ci afin de construire le modèle 3D. Dans ce cas, l'hypothèse de joints de grain perpendiculaires à la surface est réduite à l'hypothèse (moins simplificatrice) de joints de grain plans [EFW+02].

Le modèle est « facilement » réalisable quand l'intégralité des grains du polycristal traverse l'épaisseur, ou quand les grains qui ne traversent pas l'épaisseur ne sont pas voisins, car la géométrie de ces grains est déductible de la géométrie (connue) de ses voisins (on peut trouver un exemple de ce cas dans les travaux de Eberl [EFW+02], voir figure 2.5).

En revanche, quand des grains non-traversants sont voisins, la réalisation du modèle ne peut pas se faire directement : la prochaine section présente une méthode proposée pour répondre à cette problématique.

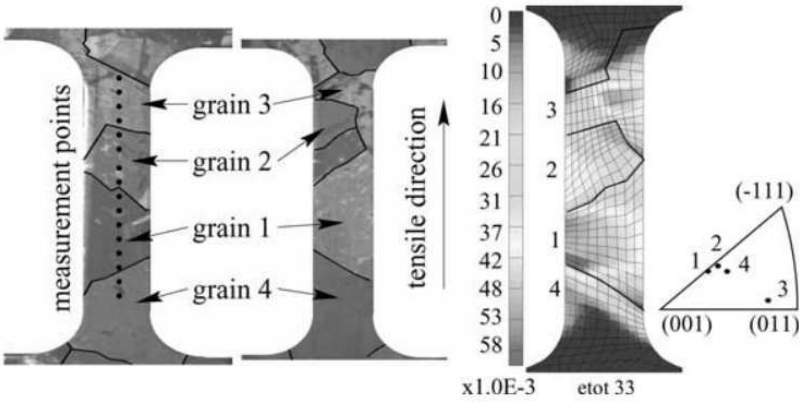



FIGURE 2.5 – Éprouvette d'INCO 600 multicristalline : vues de dessus et de dessous (à gauche), carte de déformation plastique équivalente issue d'un calcul par éléments finis et orientation des grains (à droite) (issu de [CFJ+03])

#### 2.4.2.3 Modélisation 3D à partir d'une géométrie 2D et d'une construction réaliste de la microstructure subsurfacique

Cette méthode est employée pour des polycristaux dont la taille de grain est inférieure au dimension de l'échantillon, et que la méthode des polissages successifs ne peut être considérée. Les travaux de Héripré [Hé06] et St-Pierre [SPHD+08] illustrent cette méthode, qui consiste à composer une microstructure dont la géométrie et l'orientation cristallographique des grains observées en surface sont similaires à ce qui a été observé par EBSD. La microstructure subsurfacique (incluant « le reste » de la microstructure 3D des grains en surface), est générée aléatoirement, mais de manière « réaliste », c'est à dire qu'elle respecte les caractéristiques géométriques des grains (contrôle de la distribution de la taille de grain et des facteurs de forme des grains), et la texture déduite de l'EBSD, telles qu'elles sont observées en surface.

Un inconvénient d'une telle méthode est la forte influence de cette microstructure subsurfacique sur les résultats obtenus, même au niveau des résultats observés en surface. Ce phénomène a pu être observé par Asmahana Zehgadi [Zeg05] : à partir d'une simulation d'essai de traction sur un modèle de polycristal avec trois grains dans l'épaisseur, elle a ainsi constaté une sensibilité importante des résultats :

- en contrainte de Von-Mises, pour des calculs cristallins en élasticité anisotrope ;
- en glissement cumulé (sur l'ensemble des systèmes de glissement), pour des calculs en élasto-plasticité.

La figure 2.6 illustre ce phénomène : on peut ainsi voir que pour deux réalisations différentes (géométrie de surface identique, géométrie subsurfacique différente), la répartition du glissement cumulé est différente.

### 2.4.3 Choix des méthodes dans le cadre de l'étude proposée

Ce chapitre propose de quantifier les erreurs de modélisation de comportement mécanique liées aux simplifications apportées sur la géométrie de la microstructure, dans le cas d'un agrégat dont l'une des dimensions est de l'ordre de la taille de grain. Le but *in fine* d'une telle démarche est de permettre un choix optimal du type de modélisation à

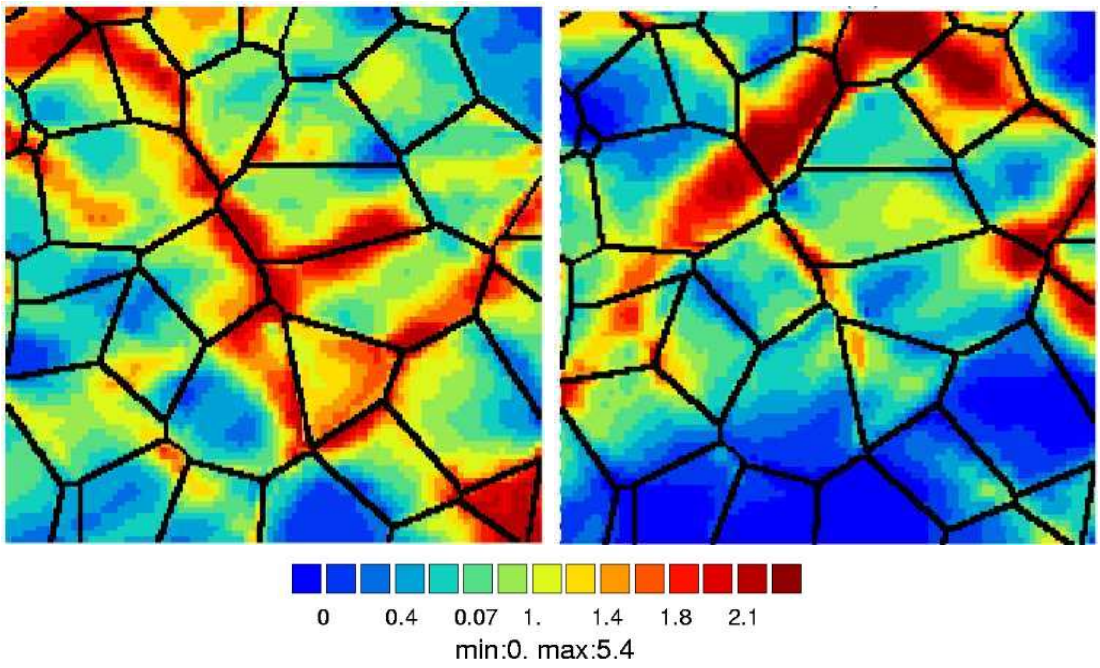



FIGURE 2.6 – Distribution du glissement plastique cumulé, normalisé par la moyenne globale en glissement cumulé, pour deux microstructures subsurfaciques différentes (la direction de sollicitation est verticale) [Zeg05]

adopter, pour considérer que la modélisation numérique apporte des résultats suffisamment fidèles à ce qui est observé en expérimental. Par optimal, nous entendons une modélisation correcte du comportement mécanique, pour un coût de modélisation raisonnable (autant par les moyens expérimentaux mis en œuvre pour caractériser la microstructure, que la complexité de la génération du modèle).

Nous considérons des échantillons polycristallins avec une partie utile de 8 mm × 3 mm × 1 mm, pour une taille de grain millimétrique : les méthodes proposées pour modéliser des agrégats à un grain dans l'épaisseur conviennent. Nous optons donc pour les caractéristiques de modélisation suivantes :

- type de modélisation : 2_5D, quasi-2D (3D extrudé à partir d'une face), et 3D à partir des deux faces reliées
- dimensions du modèle identiques à celles de la partie utile des échantillons
- nombre de grains [3] : 24

Nous quantifierons ainsi les erreurs liées aux différentes simplifications apportées par rapport au modèle le plus complexe, c'est à dire que nous prendrons le modèle 3D comme référence pour analyser les résultats obtenus avec les modèles 2_5D et quasi-2D.

Cette étude vise à quantifier l'impact des simplifications apportées par les modélisations 2_5D et quasi-2D, par

3. On notera que le but ici n'est pas de modéliser un comportement mécanique « généralisé » en utilisant un modèle de VER, mais de modéliser le comportement d'échantillons qui auront des comportements macroscopiques bien distincts de par le faible nombre de grains dans la partie utile [4].

rapport à la modélisation 3D proposée. Nous n'étudierons pas la pertinence de ce modèle 3D pour modéliser des champs de contrainte et de déformation, en comparant les résultats aux résultats expérimentaux correspondants.
Nous citerons juste les travaux de Eberl *et al.* [EFW+02] qui illustrent une telle démarche : pour des conditions expérimentales similaires (toutefois un nombre de grains moins important), pour un alliage 600 à base nickel, ils ont ainsi comparé les résultats numériques (obtenus avec le modèle 3D choisi pour cette étude) avec ceux obtenus expérimentalement, et noté une bonne corrélation pour différents résultats en glissement : intensité, système principal et nombre de systèmes activés.

## 2.5 Influence de la géométrie subsurfacique : présentation des maillages utilisés

### 2.5.1 Modélisation de la microstructure

**Modélisation de la géométrie des grains**

La géométrie des grains est modélisée grâce aux cellules de Voronoï. Cette méthode permet de générer avec facilité plusieurs modèles différents, ce qui est un avantage certain pour une étude qui vise à quantifier statistiquement les résultats d'un modèle numérique. Pour un ensemble de points (noyaux) donnés $\{p_i\}$, les cellules de Voronoï $\{C_i\}$ générées par ces noyaux sont définies par la relation 2.8 :

$$C_i = \{x \in \mathbb{R}^2 :\| p_i - x \| \leq \| p_j - x \|, \forall p_j\} \tag{2.8}$$

Cette hypothèse sur la forme des grains est très simplificatrice, nous pouvons à ce sujet citer les travaux de Šiška [Sis07] qui a estimé l'impact de cette hypothèse sur les résultats numériques, dans le cadre de son étude. Ses modèles sont constitués d'une couche mince polycristalline sur un milieu homogène, afin de modéliser le comportement mécanique de films minces en cuivre. La couche polycristalline est obtenue par extrusion de grains 2D : la géométrie 2D correspondante est soit obtenue par les cellules de Voronoï, soit par un algorithme de croissance des grains permettant d'obtenir une distribution log-normale de taille de grain.
Après une simulation de cinq cycles de traction-compression ($\pm 0.5\,\%$) ou traction cyclique ($0\,\% - 1.0\,\%$), il conclut que l'utilisation des cellules de Voronoï pour modéliser la géométrie des grains n'engendre pas d'erreur de modélisation du comportement mécanique des films minces. Nous pouvons noter que la couche polycristalline des modèles de Šiška contient un grain dans l'épaisseur, ce qui correspond aux agrégats de notre étude, la différence résidant dans l'absence de sous-couche homogène et, pour une partie des agrégats, dans le fait que les joints de grain ne sont pas strictement perpendiculaires à la surface.

Nous pouvons de plus noter que ce choix de modélisation a été fait dans de nombreux travaux utilisant des lois de plasticité cristalline sur des agrégats synthétiques. En pratique, les cellules de Voronoï peuvent être utilisées pour distribuer les paramètres locaux aux points d'intégration d'un maillage régulier [Bar00, NG04, DLRC05, Zeg05], ou pour définir directement la géométrie d'un maillage libre [Mus05, Gé08] qui respectera alors les bords des cellules c'est à dire les joints de grain.

Pour cette étude, la deuxième solution (maillage libre) est envisagée, ce type de maillage permettant une meilleur modélisation des phénomènes de plasticité aux joints de grain (accommodation des incompatibilités de déformation) [FC+02, DLRC05].

Il convient de citer la méthode de génération d'agrégats utilisant des ellipses. Cette méthode (du moins son application en 2D à partir d'analyses EBSD) utilise, pour chaque grain, une ellipse d'aire équivalente, positionnée ensuite pour recouvrir au maximum le grain (rotation et rapport de forme). Les ellipses sont ensuite utilisées de la même manière que des germes de cellules de Voronoï. Le modèle de microstructure obtenu est ainsi bien plus réaliste qu'en utilisant des cellules de Voronoï [Hé06, SPHD+08]. Cette méthode est généralement utilisée pour la construction d'agrégats réalistes, c'est à dire dont la microstructure représente l'agrégat en volume, et lui correspond en surface. L'étude proposée ici ne se positionne cependant pas dans cette problématique. En effet, nous ne partons pas d'agrégats réels dont nous souhaitons simuler le comportement mécanique : nous utilisons des agrégats aléatoires pour analyser les résultats obtenus avec différents types de modélisation, correspondant au cas d'échantillons avec un grain dans l'épaisseur.

**Modélisation de la texture**

Il a été choisi de modéliser la texture de la manière la plus simple. Les trois angles d'Euler nécessaires pour définir l'orientation cristallographique de chaque grain ont été tirés aléatoirement (loi de Poisson), sans souci de respecter une quelconque texture réelle. L'avantage de cette solution est qu'elle permet très simplement d'utiliser un même maillage pour simuler des agrégats ne différant que par le jeu d'orientations choisi.

### 2.5.2 Générations des maillages

Dans cette partie, nous allons décrire les différentes étapes suivies pour générer les maillages qui seront utilisés pour des simulations numériques d'essai de traction. Lors de ces différentes étapes, plusieurs pré-processings ont été développés, et coordonnés par scripts Bash, ce qui permet d'obtenir un maillage d'agrégat synthétique 3D (et les maillages simplifiés correspondant) en quelques minutes. La figure 2.7 permet d'illustrer la démarche.

**La position des germes,** ou noyaux des cellules de Voronoï, est tirée aléatoirement (loi de Poisson) dans la zone définissant l'agrégat : aucune condition n'a été posée sur ce tirage, comme c'est le cas avec l'utilisation d'une distance de répulsion [DLRC05], car une homogénéité des tailles de grain n'est pas spécifiquement recherchée ici.

Les dimensions des agrégats sont de 8 mm × 3 mm × 1 mm et le nombre de grains par agrégat a été fixé à 24, de sorte que la taille de grain correspondante soit cohérente avec la taille de grain souhaitée. 24 coordonnées 3D sont donc générées dans la zone définie.

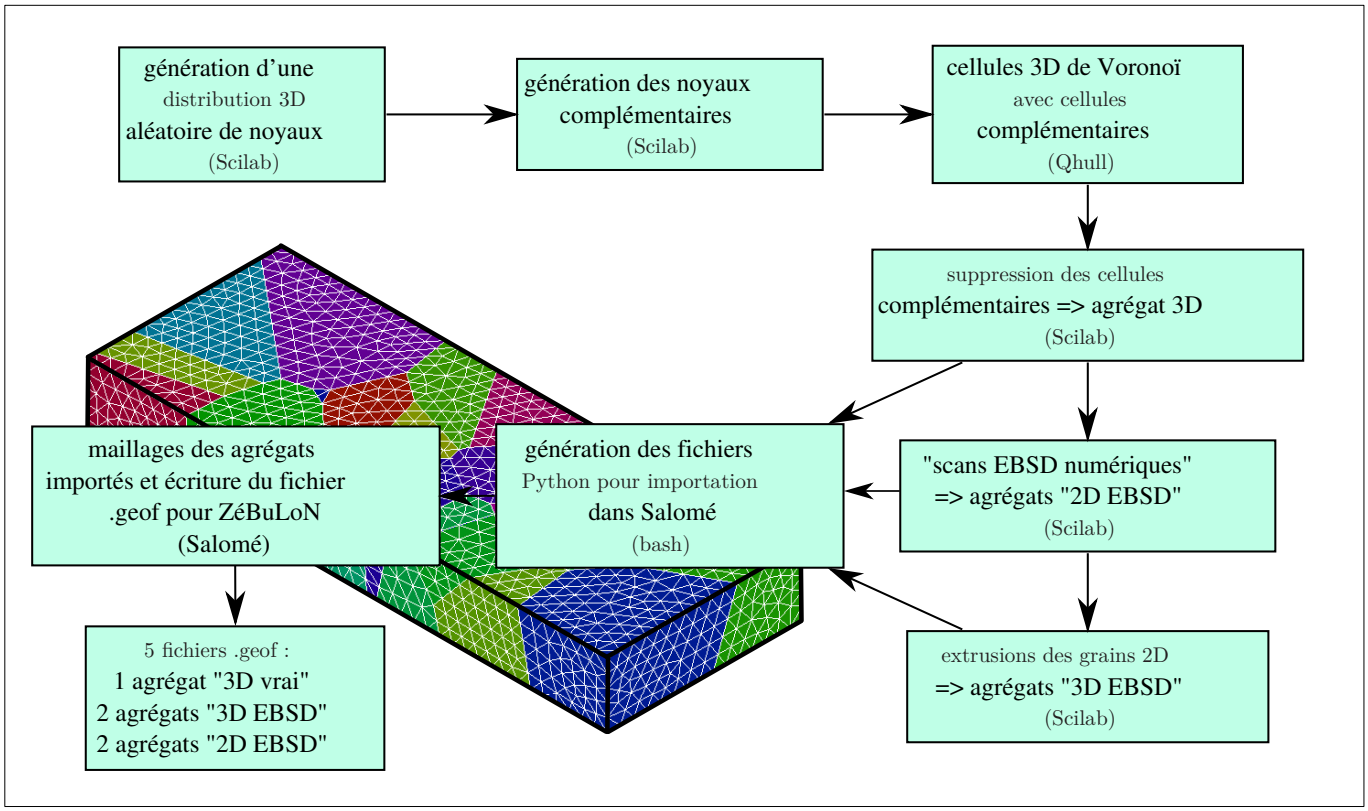



FIGURE 2.7 – Différentes étapes de la génération d'un maillage 3D et des deux maillages « EBSD extrudés » correspondant.

**Des germes complémentaires** sont créés pour faciliter la génération d'agrégats découpés ou périodiques. En effet, les noyaux situés les plus à l'extérieur engendrent des cellules ouvertes (semi-infinies) qu'il est nécessaire de fermer pour décrire une microstructure réelle.

Deux choix sont alors possibles :
- Fermer ces cellules pour obtenir un agrégat à bord droits (agrégat découpé) : dans ce cas, les noyaux complémentaires seront les symétriques, par rapport aux bords de l'agrégat souhaité, des noyaux originaux.
- Fermer ces cellules pour obtenir un agrégat périodique : dans ce cas, ils seront la répétition périodique, des noyaux des cellules ouvertes, avec des pas de périodicité correspondant aux dimensions de l'agrégat souhaité.

**La génération des cellules de Voronoï** est effectuée grâce au logiciel libre Qhull. Les données obtenues sont (dans l'ordre) :

1. Les coordonnées des sommets des cellules ;
2. Les connectivités des cellules, c'est à dire les indices des sommets de chaque cellule ;
3. Les connectivités des facettes des cellules, c'est à dire les indices des deux cellules séparées par la facette, puis les indices des sommets de la facette.

**Les cellules complémentaires,** c'est à dire les cellules correspondant aux germes complémentaires générés à l'étape 2, sont effacées de la définition de l'agrégat : les grains restant définissent l'agrégat final, découpé ou périodique.

**Les modèles 2D et 3D extrudés sont générés.** Tout d'abord une étape de « scan EBSD numérique », où la géométrie 2D des grains est extraite sur chacune des surfaces ($z = -0.5$ et $z = 0.5$) est effectuée. À cette étape, nous avons déjà les données nécessaires pour les modèles 2D.

Il est utile de préciser que les grains non-émergeants au niveau de la surface ne sont pas pris en compte, et disparaissent ainsi du modèle (pour les calculs présentés, un maximum de trois grains non-modélisés sur vingt-quatre grains originaux). Nous avons jugé pertinent de garder cette possibilité pour quantifier l'impact d'un « oubli » de grains en n'utilisant que les résultats par EBSD d'une face.

La seconde étape consiste à extruder la géométrie 2D obtenue, pour obtenir un agrégat 3D extrudé aux dimensions identiques à l'agrégat 3D « vrai » (voir figure 2.8). Il a été préféré de réaliser cette étape d'extrusion sur la géométrie et non le maillage : ceci permet d'utiliser le même type d'élément tétraédrique pour les modèles 3D et les modèles 3D extrudés.

**La génération des fichiers en langage Python** est nécessaire pour importer les géométries obtenues dans le logiciel libre Salomé. Outre l'aspect syntaxique, il est nécessaire d'adapter, pour Salomé, la définition des cellules telles

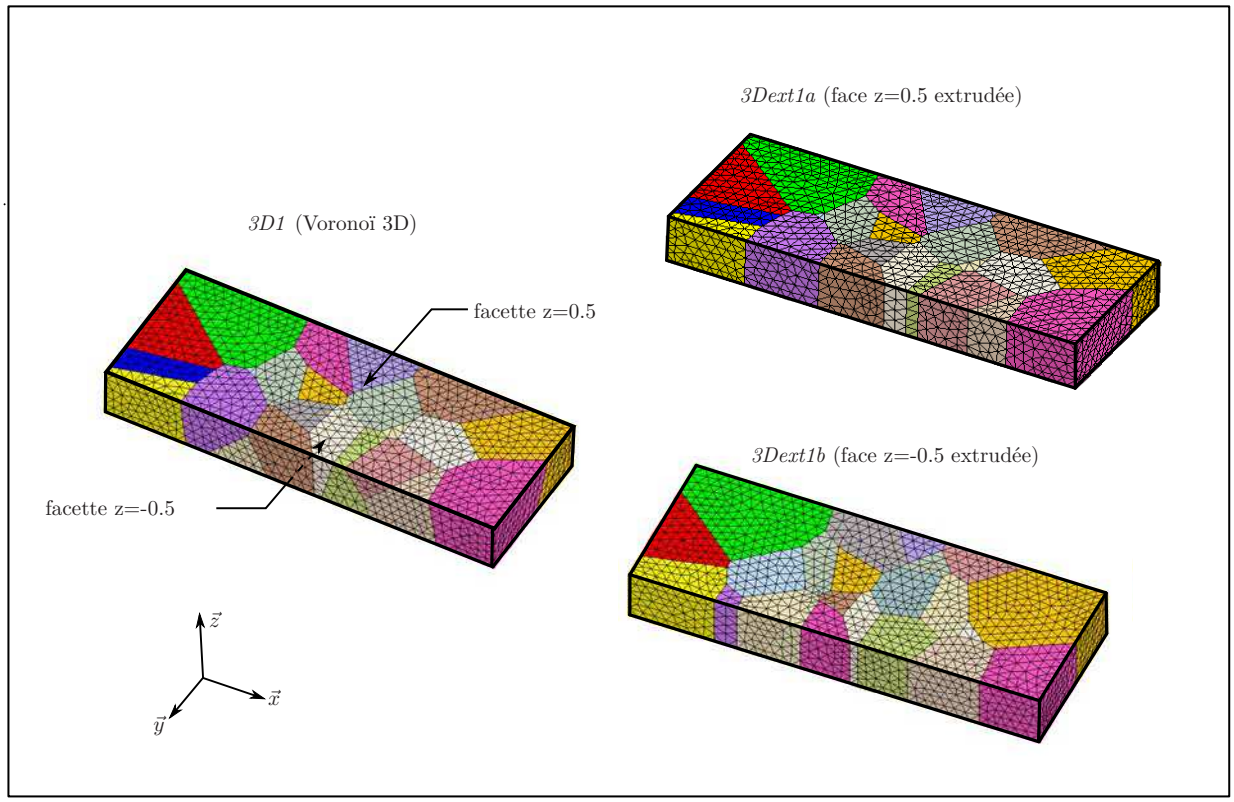



FIGURE 2.8 – Génération des agrégats 3D extrudé, construits sur la base de l'agrégat 3D

qu'elles sont données par Qhull. Sont définies (dans l'ordre) :

1. Les coordonnées des sommets des cellules
2. La connectivité des facettes, c'est à dire l'indice des sommets de chaque facette
3. La connectivité des cellules, c'est à dire l'indice des facettes de chaque cellule

**Les maillages des agrégats importés dans Salomé** sont réalisés grâce au module *Smesh* de Salomé. Les paramètres suivant ont été sélectionnés :

Pour les maillages 3D et 3D extrudés :

- algorithmes : *NETGEN_2D_3D* (cet algorithme crée un maillage à base de tétraèdres)
- *max size* : 0.2
- *fineness* : moderate
- *quadratic mesh*

Pour les maillages 2D :

- algorithmes : *NETGEN_2D* (cet algorithme crée un maillage à base de triangles)
- *max size : 0.2*
- *fineness : moderate*
- *quadratic mesh*

### 2.5.3 Nomenclature et caractéristiques des maillages

#### 2.5.3.1 Nomenclature

Trois géométries d'agrégats 3D ont été générées, ce qui correspond à six agrégats quasi-2D et six agrégats 2D supplémentaires. Nous noterons :

- *3D1*, *3D2* et *3D3*, les agrégats 3D « vrais »
- *2D1a*, *2D2a* et *2D3a*, les agrégats 2D obtenus à partir de la face $z = 0.5$
- *2D1b*, *2D2b* et *2D3b*, les agrégats 2D obtenus à partir de la face $z = -0.5$
- *3Dext1a*, *3Dext2a* et *3Dext3a*, les agrégats 3D extrudés obtenus à partir de la face $z = 0.5$
- *3Dext1b*, *3Dext2b* et *3Dext3b*, les agrégats 3D extrudés obtenus à partir de la face $z = -0.5$

#### 2.5.3.2 Caractéristique des maillages

Les différentes caractéristiques des maillages sont présentées au tableau 2.1 :

| | type d'élément | nbr. éléments par grain | nbr. nœuds par grain |
|---|---|---|---|
| 3D/3D-extrudés | tétraèdre quadratique (c3d10) | 500 | 1000 |
| 2D | triangle quadratique (c2d6) | 50 | 150 |

TABLE 2.1 – Caractéristiques des maillages utilisés

Le choix du degré d'interpolation et de la finesse des maillages utilisés pour les agrégats a été motivé par les résultats obtenus dans d'autres études similaires. Barbe [Bar00] a ainsi observé qu'à nombre de points d'intégration égal, un maillage composé d'éléments quadratiques était plus performant qu'un maillage composé d'éléments linéaires pour décrire le comportement à l'échelle macroscopique comme à l'échelle intragranulaire (les éléments linéaires tendant à rigidifier la réponse). Notre choix s'est donc porté sur l'interpolation quadratique.

Pour le choix de la finesse du maillage, Barbe [Bar00] conclut que pour une représentation correcte du comportement intragranulaire en 3D, 3000 points d'intégration (avec interpolation quadratique) par grain étaient nécessaires. D'autres critères moins critiques ont été donnés : Forest [FC+02] parle de 1000 points d'intégration par grain, tandis que Diard [DLRC05] propose seulement 400 points par grain ; Gérard [Gé08] utilise un maillage avec un peu plus de 1000 points par grain.

Les agrégats de cette étude comportent 24 grains : ce nombre de grain est suffisamment faible pour suivre la recommandation de 3000 points d'intégration par grain tout en s'assurant d'un coût de calcul raisonnable (une vingtaine d'heure pour les calculs en 3D). Les paramètres pour le maillage sur Salomé ont ainsi été choisis pour s'approcher de cette solution : nous obtenons des maillages avec 2500 points d'intégration par grain. La finesse du maillage des agrégats 2D a été choisie pour que les éléments aient des dimensions similaires à celles des éléments 3D.

## 2.6 Influence de la géométrie subsurfacique : simulations numériques

### 2.6.1 Conditions limites

Les conditions limites homogènes utilisées pour simuler un essai de traction sont les suivantes :
- Les déplacements sont imposés sur les bords $x = -4$ ($U1 = 0$) et $x = 4$ : la déformation axiale finale est de 2%.
- Un nœud est choisi pour bloquer les mouvements de corps rigide en translation ($U2 = U3 = 0$).
- Les mouvements de corps rigide en rotation sont bloqués en empêchant une ligne sur chaque bords $x = -4$ et $x = 4$ de se déplacer selon $\vec{z}$ ($U3 = 0$).

Les niveaux de déformation axiale totale choisis pour observer les résultats locaux sont 0.5%, 1%, 1.5% et 2%. Les résultats obtenus à l'échelle macroscopique (courbes de traction et d'écrouissage) sont générés en cours de calcul, et contiennent donc des valeurs pour chaque pas de calcul.

### 2.6.2 Paramètres matériau

Les paramètres matériau obtenus par optimisation à partir de la courbe de traction macroscopique de l'acier inoxydable 316L ont été utilisés [APSO08]. Le comportement plastique est dicté par le modèle de plasticité cristalline pour les matériaux CFC. Les paramètres utilisés sont les suivants :
- paramètres d'élasticité : $E = 189000MPa$, $\mu = 0.26$
- paramètres d'écoulement visco-plastique : $K = 50MPa.s^{-1/n}$, $n = 25$

– paramètres d'écrouissage : $R0 = 22.64MPa$, $Q = 62.07MPa$, $b = 1.16$
– matrice d'interaction décrivant l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent : $h_{ij} = 1$

### 2.6.3 Résultats des calculs

Cette section décrit les différents résultats numériques observés sur chacun des agrégats :
– le comportement macroscopique via les courbes de traction et d'écouissage,
– le glissement cumulé, obtenu à partir des glissements sur les 12 systèmes de glissement (*octgeq* dans le code de calcul), observé à l'échelle mésoscopique et macroscopique (moyenne sur chaque grain),
– le nombre de systèmes de glissement actifs, observés à l'échelle mésoscopique,
– l'indice du système le plus actif, observé à l'échelle mésoscopique,
– l'indice du plan le plus actif, observé à l'échelle mésoscopique.

#### 2.6.3.1 Comportement macroscopique

La figure 2.9 présente les trois courbes de traction (contrainte axiale et déformation axiale moyennées sur l'agrégat), pour les trois agrégats générés aléatoirement. Dans un même graphique sont rassemblées la courbe de l'agrégat 3D, les courbes des agrégats 2D, et les courbes des agrégats 3D extrudés. Il est important de noter que le faible nombre de grains, insuffisant pour considérer nos agrégats comme des volumes élémentaires représentatifs (VER), empêche de comparer ces résultats à la courbe contrainte-déformation obtenue expérimentalement et utilisée pour l'identification des paramètres de la loi de comportement. Les courbes d'écrouissage correspondantes sont présentées à la figure 2.10.

On constate que les comportements macroscopiques des agrégats 2D (*2Dia* et *2Dib*) sont très différents de ceux des agrégats 3D correspondant. Une différence importante est observée pour l'écrouissage macroscopique en début de plasticité, et l'écart aux résultats 3D de contrainte axiale à 2% de déformation peut atteindre 25 MPa.

Pour les agrégats 3D extrudés (*3Dextia* et *3Dextib*), les comportements macroscopiques sont très proches de ceux des agrégat 3D correspondant. L'écrouissage en début de plasticité (moins de 0.25% de déformation) est soit équivalent, soit légèrement inférieur à celui de l'agrégat 3D. Passé ce stade, l'écrouissage est identique à celui de l'agrégat 3D, et l'écart maximal aux résultats 3D de contrainte axiale à 2% de déformation est d'environ 5 MPa.

Il est important de signaler que la précision du résultat n'est pas uniquement influencée par le modèle numérique utilisé pour simuler le comportement mécanique, mais aussi par le principe de la modélisation de la géométrie de l'agrégat (certains grains non-visibles sur la face considérée sont omis). Toutefois, les modélisations 2D et 3D extrudés sont « pénalisées » de manière identique quant aux grains omis de la modélisation : la différence de performance pour la modélisation du comportement macroscopique observée entre ces deux types de modélisation n'est donc influencée que par le modèle de comportement mécanique correspondant (ce qui inclut l'effet de l'épaisseur).

Ces différentes remarques semblent disqualifier les modèles 2D pour la modélisation du comportement macroscopique, car ni l'écrouissage, ni la contrainte axiale en plasticité ne permettent de retrouver le comportement du

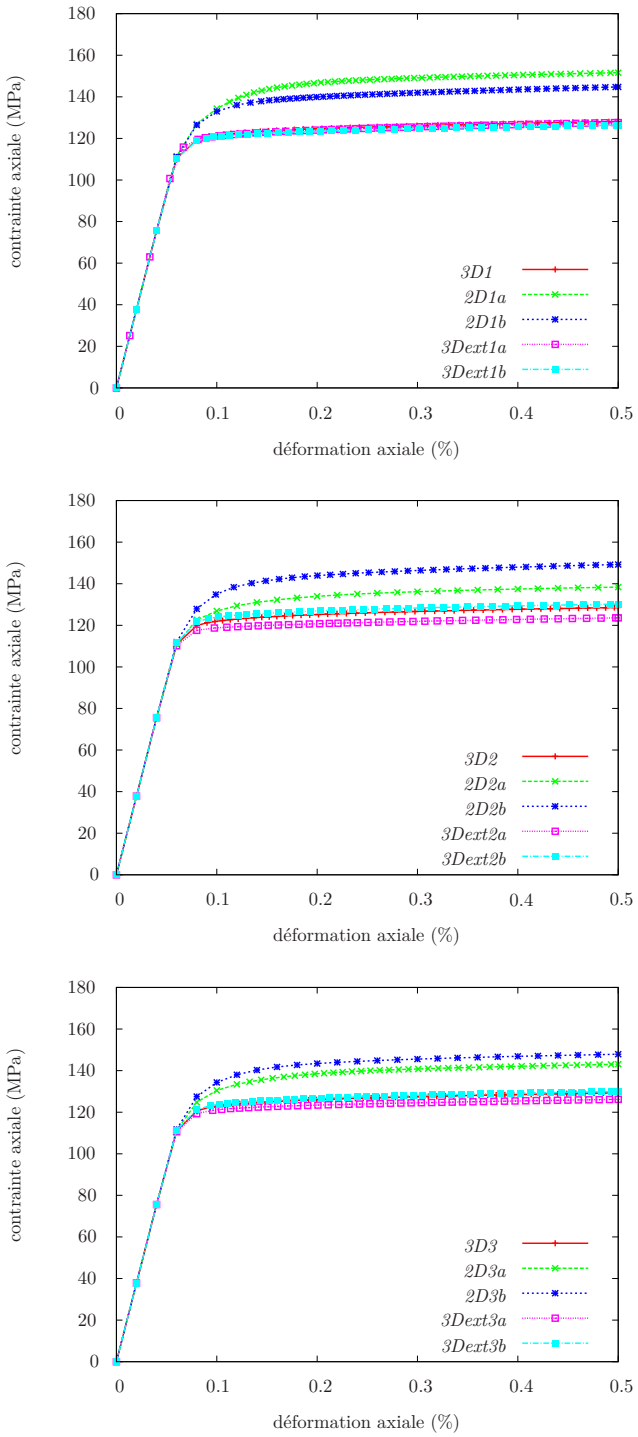



FIGURE 2.9 – Courbes de traction macroscopiques des différents modèles de simulation des agrégats 1, 2 et 3

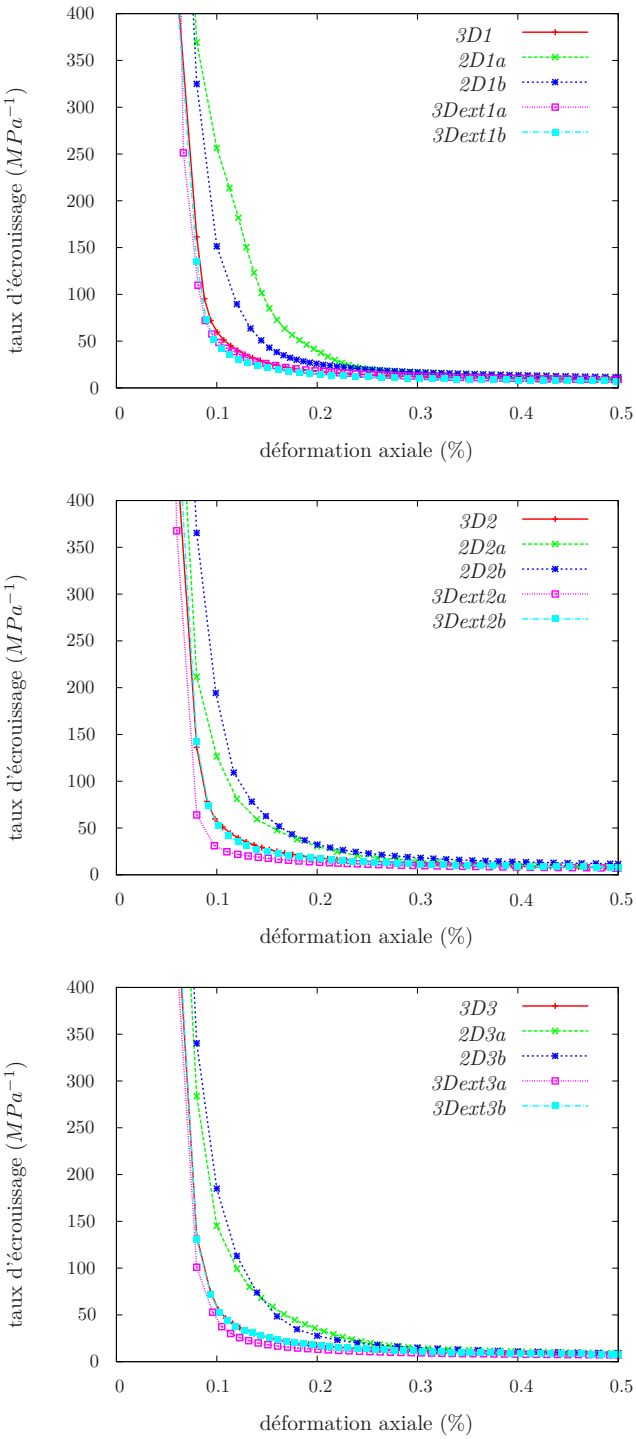



FIGURE 2.10 – Courbes d'écrouissage macroscopiques des différents modèles de simulation des agrégats 1, 2 et 3

modèle 3D. En ce qui concerne les modèles 3D extrudés, on retiendra qu'ils sont efficaces pour approcher ces deux quantités, notamment pour simuler l'écrouissage après 0.1% de déformation.

#### 2.6.3.2 Glissement à l'échelle du grain

Les figures 2.11 et 2.12 représentent les résultats en glissement cumulé pour la première simulation d'agrégat (les deux autres agrégats montrent des tendances similaires, voir dans l'annexe A), pour 0.5% et 2% de déformation axiale.

Le but est ici de comparer les isovaleurs sur des microstructures de surface correspondantes, c'est à dire, par exemple, que nous ne comparerons pas la face B de l'agrégat 3D avec la face B de l'agrégat 3D extrudés *3Dext1a* car elles ne correspondent pas géométriquement. La colonne de gauche représente donc les faces A ($z = 0.5$) des agrégats *2D1a* (2D), *3D1* (3D) et *3Dext1a* (3D extrudés), et la colonne de droite, les faces B ($z = -0.5$) des agrégats *2D1b*, *3D1* et *3Dext1b*.

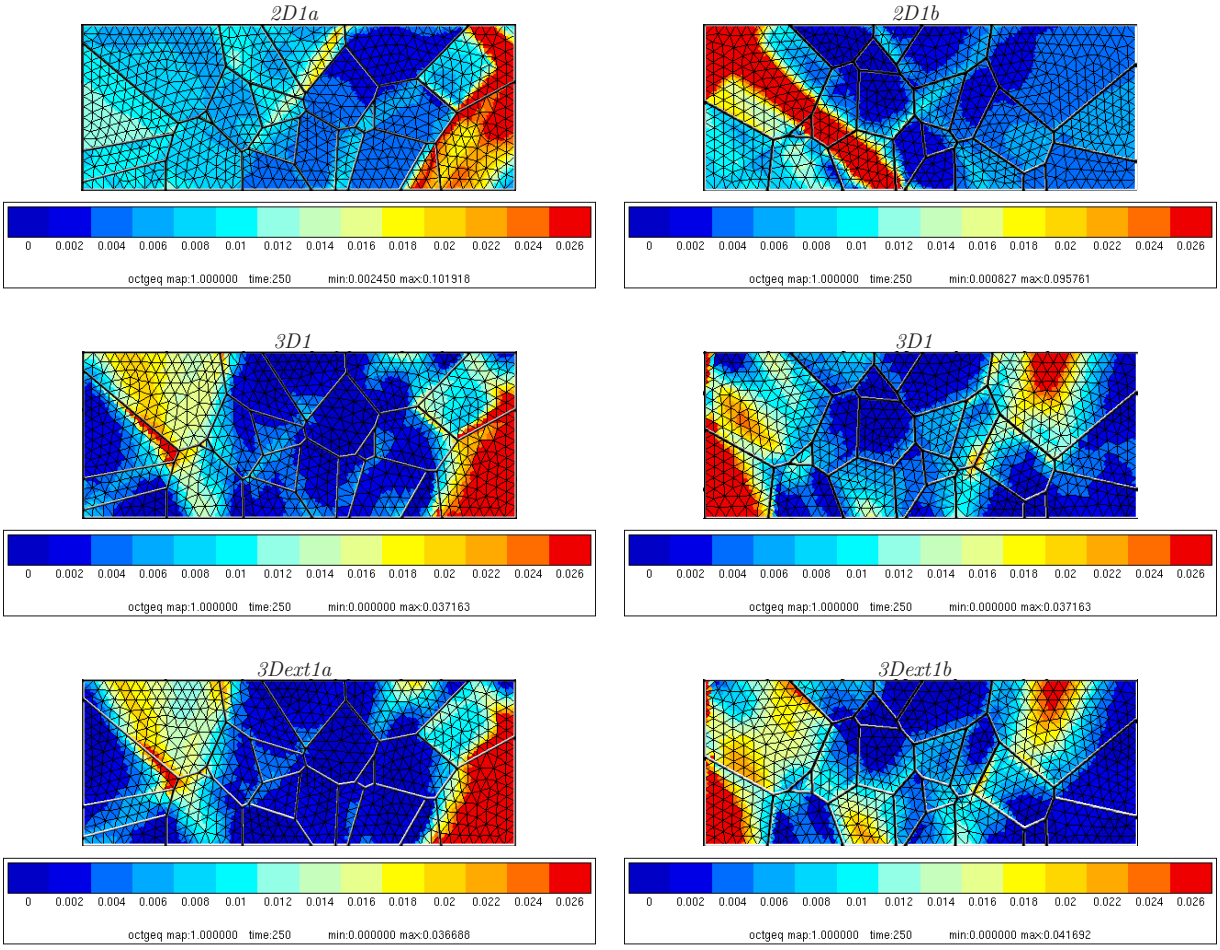



FIGURE 2.11 – Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour l'agrégat 1.

On constate sur ces figures que le modèle 2D ne représente pas convenablement la répartition du glissement plastique observé sur la face équivalente de l'agrégat 3D. Quant à la modélisation 3D extrudée, on remarque que les différentes localisations de plasticité sur les faces de l'agrégat 3D sont bien prises en compte sur la même face du modèle 3D extrudé équivalent. On notera de plus que les niveaux de déformation plastique sont équivalents entre les deux modèles.

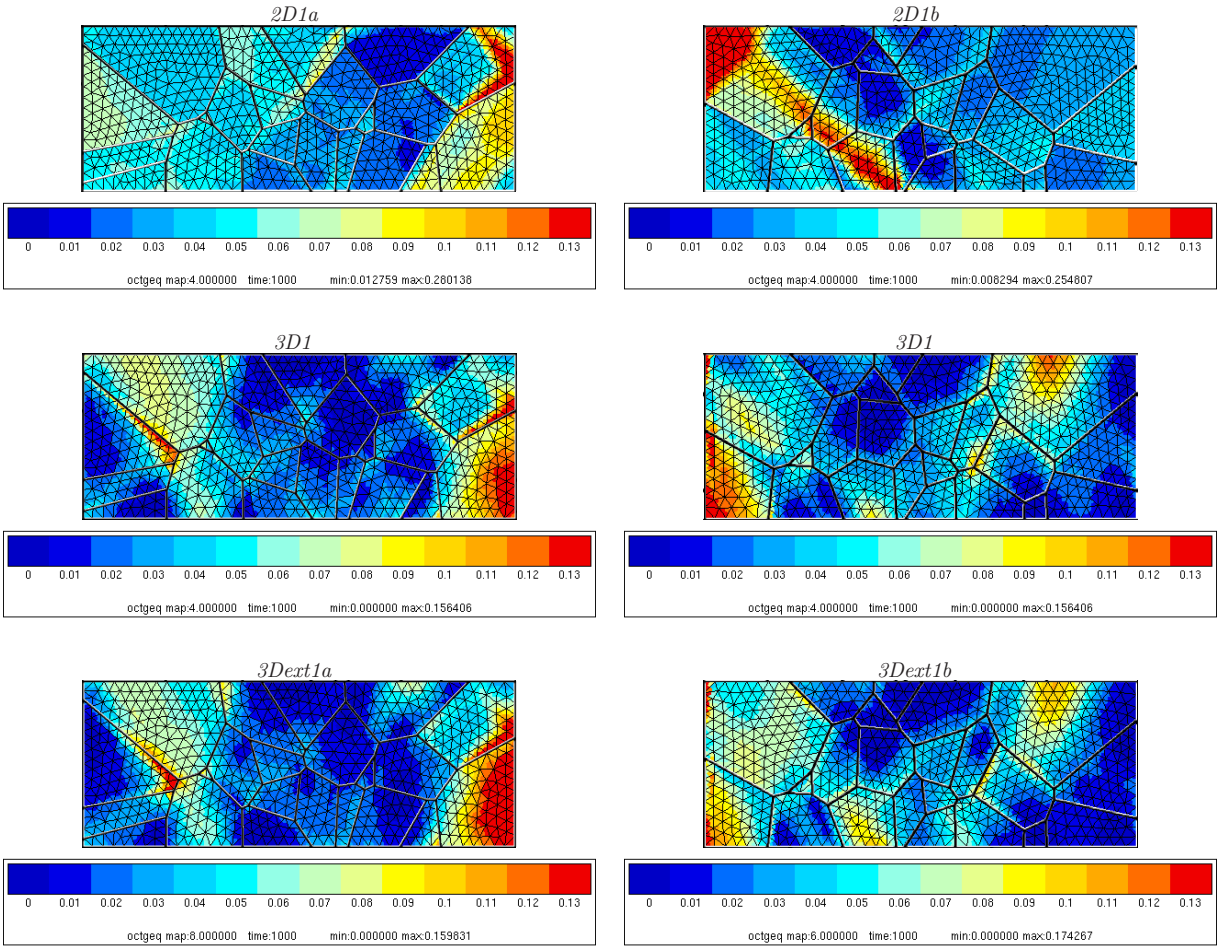



FIGURE 2.12 – Résultats en glissement cumulé pour 2.0% de déformation axiale, pour l'agrégat 1.

**Valeurs moyennées**

Les valeurs de glissement cumulé ont été moyennées aux grains, soit sur l'intégralité du volume du grain (surface du grain pour les agrégats 2D), soit au cœur de la partie en surface du grain. Pour définir le cœur du grain, nous sommes partis du constat que la partie du grain où le glissement multiple était présent ne concernait que les premiers éléments à partir du joint de grain : la figure 2.13 illustre les zones résultantes. Cette région du grain a retenu notre attention car c'est en surface et au cœur des grains que les mesures AFM sont effectuées : l'utilisation de post-traitement spécifiques à cette région répond ainsi à un but pratique de corréler résultats numériques et expérimentaux.

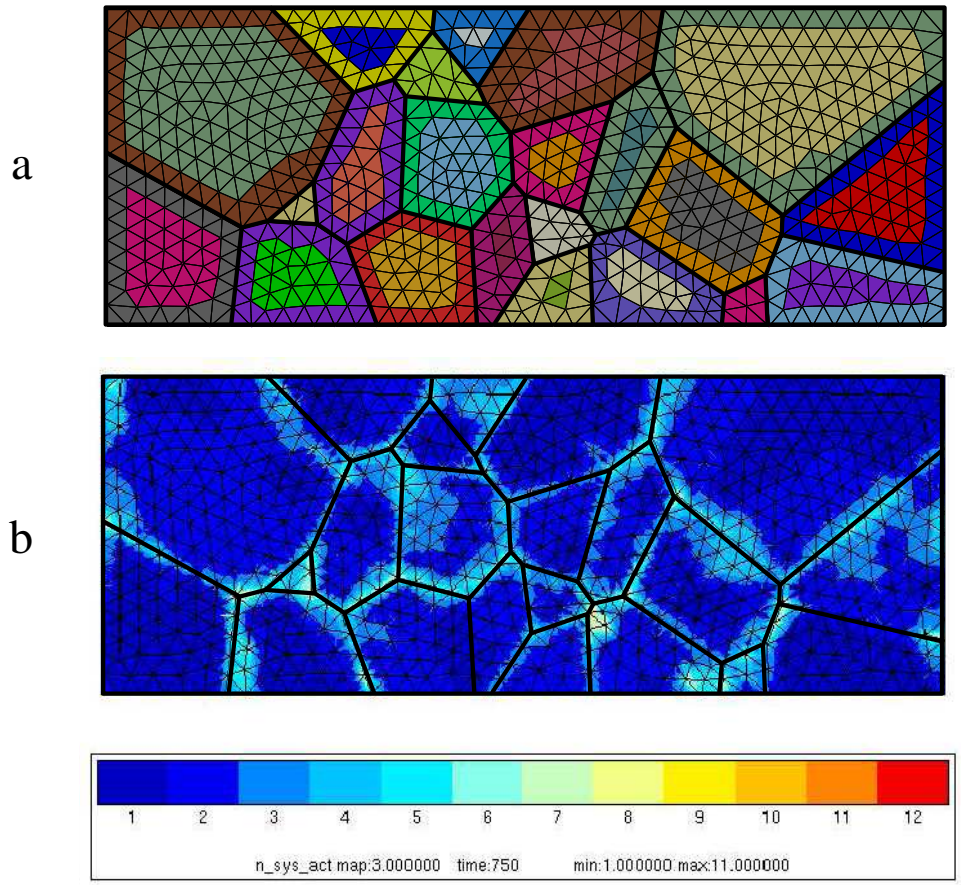



FIGURE 2.13 – (a) : Zones représentant le cœur des grains. La délimitation des grains est surlignée en noir, pour chaque grain la partie « joint de grain » et « cœur du grain » sont de couleurs différentes. La zone ne comporte que la première couche d'éléments en surface. (b) : Nombre de systèmes activés observés sur un agrégat. La délimitation des grains est surlignée en noir. On constate que les régions à glissement multiple sont contenues dans la première couche d'éléments à partir des joints de grain.

Pour examiner les résultats, nous définissons les valeurs $e_{2D}$ et $e_{3D\ extrudes}$ correspondantes à l'écart aux résultats 3D en glissement cumulé équivalent (somme du glissement sur chacun des systèmes) pour les modèles 2D (voir équation 2.9) et 3D extrudés (voir équation 2.10) :

$$e_{2D} = \frac{\mid \gamma_{2D}^{eq} - \gamma_{3D}^{eq} \mid}{\gamma_{3D}^{eq}} \tag{2.9}$$

$$e_{3D\ extrudes} = \frac{\mid \gamma_{3D\ extrudes}^{eq} - \gamma_{3D}^{eq} \mid}{\gamma_{3D}^{eq}} \tag{2.10}$$

L'écart est calculé pour chaque grain, à partir des valeurs moyennées sur ce grain. Nous avons choisi de filtrer les valeurs $\gamma^{eq}$ inférieures à 0.1% (l'écart correspondant n'étant alors pas calculé) afin de ne pas traiter les valeurs d'écarts trop importantes observées dans le cas où peu de glissement s'est développé. De plus, dans le cas où la région du

cœur en surface ne correspond qu'à quelques éléments (nous avons choisi trois éléments comme limite) les résultats correspondant ne sont pas traités.

Pour chaque type de résultat, six agrégats ont été analysés : *3Dext1a*, *3Dext1b*, *3Dext2a*, *3Dext2b*, *3Dext3a*, *3Dext3b* pour les agrégats 3D extrudés, et *2D1a*, *2D1b*, *2D2a*, *2D2b*,*2D3a*, *2D3b* pour les agrégats 2D ; chacun étant comparé à l'agrégat 3D correspondant. Chaque agrégat comportant une vingtaine de grains, environ cent vingt résultats sont utilisés pour tracer chaque graphique.

Les histogrammes des écarts aux résultats 3D, observés dans le volume des grains, sont observables à la figure 2.14. Pour les deux cas de déformation, on observe que les écarts observés sur les agrégats 3D extrudés sont généralement plus faibles (décalage de l'histogramme vers la gauche) que les écarts observés sur les agrégats 2D.

Le tableau 2.2 rassemble les valeurs minimales, maximales et médianes correspondantes. Dans tous les cas observés, les écarts maximaux sont élevés ; les valeurs des agrégats 2D étant toutefois bien plus importantes. Il a été vérifié que ces écarts importants ne provenaient pas systématiquement de grains situés au bord des agrégats. Pour 0.5% de déformation axiale, l'écart minimal observé sur les deux types de modèles est d'environ 1%. En revanche, pour 2% de déformation axiale, l'écart minimal observé pour les agrégats 3D extrudés est d'environ 0.001%, ce qui indique que pour quelques grains (sur les cent vingt observés) les écarts sont très faibles.

| | minimum | maximum | médiane |
|---|---|---|---|
| 2D (0.5%) | 1% | 570% | 85% |
| 3Dext (0.5%) | 1% | 150% | 30% |
| 2D (2%) | 2% | 755% | 85% |
| 3Dext (2%) | 0.002% | 175% | 25% |

TABLE 2.2 – Ensemble des valeurs minimales, maximales et médianes (arrondies) des écarts observés sur le glissement cumulé développé dans les grains

Une analyse identique peut être faite en observant les résultats du même post-traitement effectué au cœur et en surface des grains. La figure 2.15 représente les courbes correspondantes.

Le tableau 2.3 rassemble les valeurs minimales, maximales et médianes correspondantes. La même tendance que pour les résultats obtenus sur les grains entiers est observées. Toutefois on remarque que l'écart maximal observé sur les agrégats 2D atteint des niveaux « extrêmes », ce qui discrédite une fois de plus ce type de modélisation (ces écarts importants ne provenant pas systématiquement de grains situés au bord des agrégats).

Les figures 2.16 et 2.17 présentent cet écart au regard de l'erreur faite sur le volume du grain, car un grain d'un modèle simplifié peut avoir une géométrie très différente de celle du grain 3D, si la géométrie du grain 3D varie significativement dans l'épaisseur. En prenant les agrégats *3Dext1a* et *2D1a* comme exemple, l'écart par rapport au

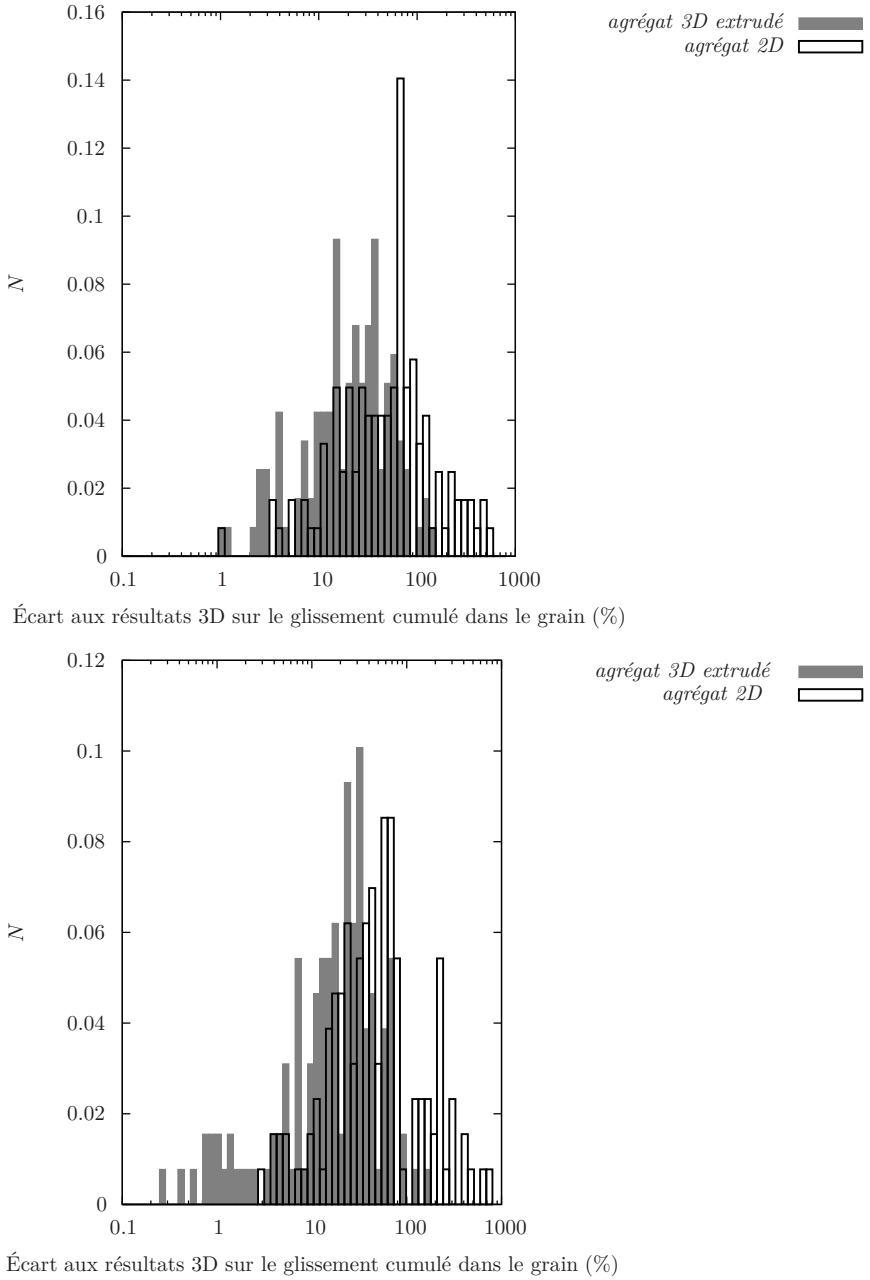



FIGURE 2.14 – Histogramme de l'écart aux résultats 3D en glissement plastique cumulé, moyenné dans le volume de chaque grain, pour les modélisations 2D et 3D extrudés, à 0.5% (histogramme du haut) et 2% (histogramme du bas) de déformation axiale.

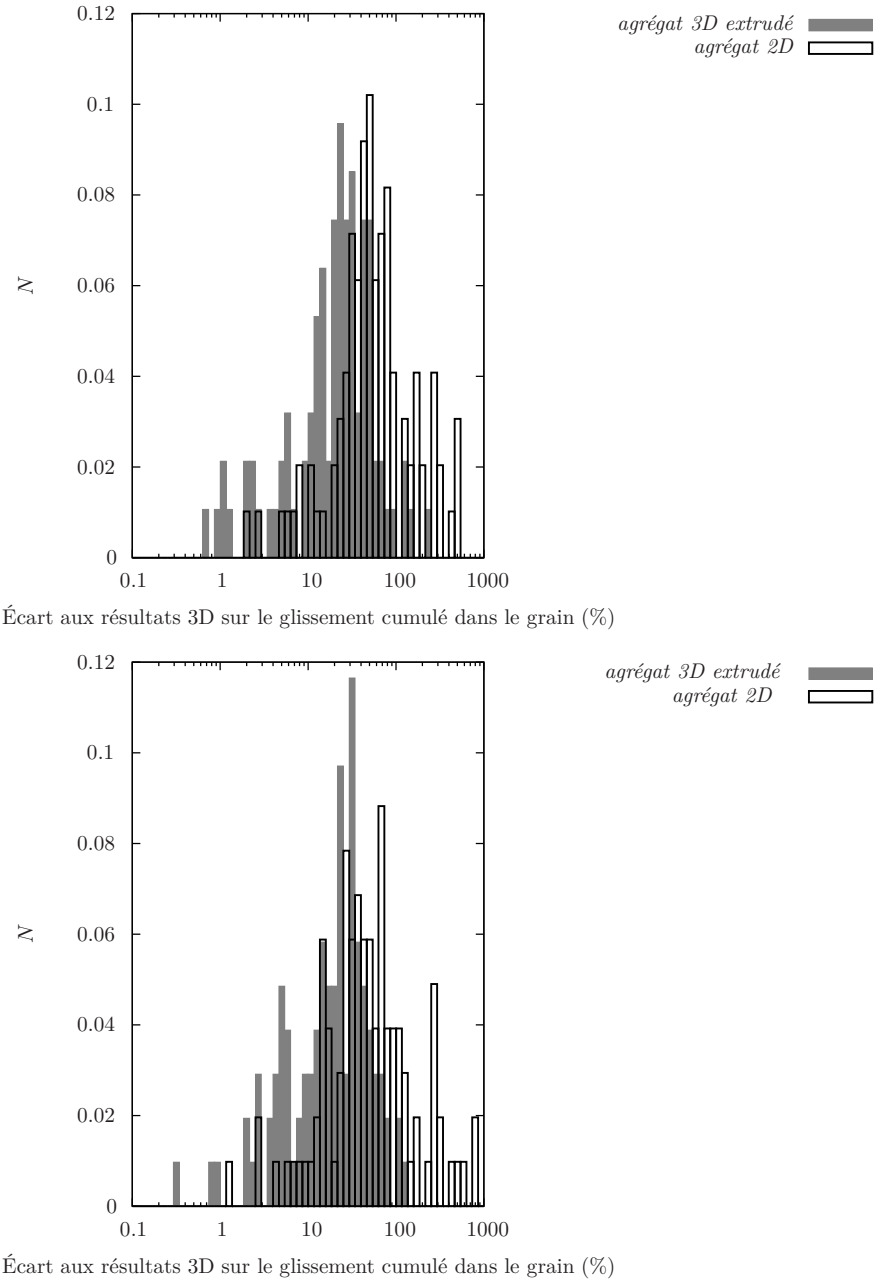



FIGURE 2.15 – Histogramme de l'écart aux résultats 3D en glissement plastique cumulé, moyenné au cœur à la surface de chaque grain, pour les modélisations 2D et 3D extrudés, à 0.5% (histogramme du haut) et 2% (histogramme du bas) de déformation axiale.

| | minimum | maximum | médiane |
|---|---|---|---|
| 2D (0.5%) | 2% | 1320% | 115% |
| 3Dext (0.5%) | 0.025% | 234% | 30% |
| 2D (2%) | 0.035% | 1380% | 105% |
| 3Dext (2%) | 0.3% | 130% | 25% |

TABLE 2.3 – Ensemble des valeurs minimales, maximales et médianes (arrondies) des écarts observés sur le glissement cumulé développé au cœur et en surface des grains

volume « réel » de l'agrégat *3D1* est calculé pour chaque grain de la manière suivante [5] :

$$e_{vol} = \frac{\mid V^{3Dext} - V^{3D} \mid}{V^{3D}} \tag{2.11}$$

La figure 2.16 montre le graphique de la répartition correspondante pour les valeurs de glissement cumulé moyennées sur les grains, et la figure 2.17, le graphique correspondant pour les valeurs moyennées au cœur et en surface des grains.

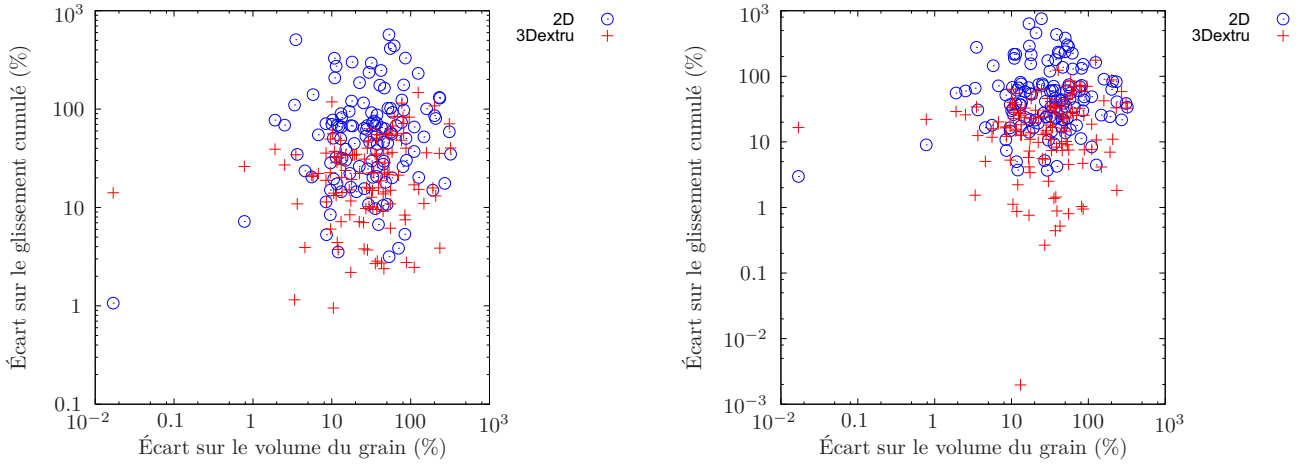



FIGURE 2.16 – Écart aux résultats 3D en glissement cumulé en fonction de l'erreur sur le volume, pour les valeurs moyennées dans les grains, des agrégats 2D et 3D extrudés, à 0.5% (à gauche) et 2% (à droite) de déformation axiale.

Ces résultats ne permettent pas de corréler l'écart aux résultats 3D en glissement cumulé en fonction de l'erreur sur la modélisation du volume du grain, que ce soit pour les agrégats 2D ou 3D extrudés, pour 0.5 % et 2.0 % de déformation axiale. Il faut signaler que la plasticité développée dans un grain donné est grandement influencée par le voisinage de ce grain. Un grain dont la géométrie 3D extrudée (ou 2D) est proche de la géométrie 3D, mais entouré de grains qui eux ont une géométrie très différente en 3D extrudé (ou 2D) de la géométrie en 3D, aura ainsi une plasticité fortement perturbée.

On remarque à partir des résultats moyennés que la modélisation 3D extrudée est elle aussi relativement limitée

5. Pour les agrégats 2D, les volumes de l'agrégat 3D extrudé correspondant sont utilisé (l'épaisseur de l'échantillon étant égale à 1, le volume du grain 3D extrudés correspond à l'aire du grain 2D)

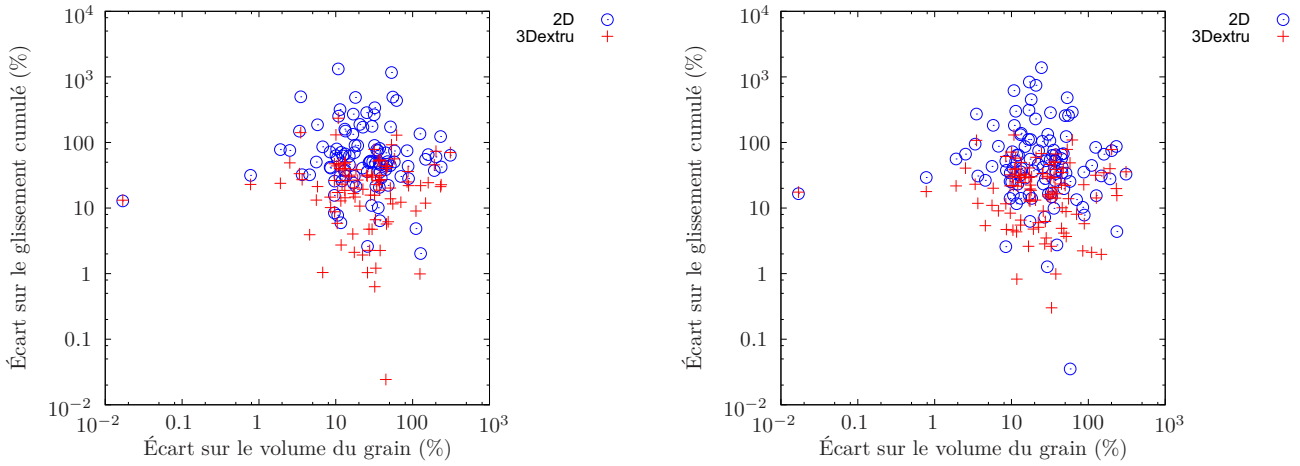



FIGURE 2.17 – Écart aux résultats 3D en glissement cumulé en fonction de l'erreur sur le volume, pour les valeurs moyennées au cœur et en surface des grains, des agrégats 2D et 3D extrudés, à 0.5% (à gauche) et 2% (à droite) de déformation axiale.

pour appréhender la plasticité à l'échelle mésoscopique. L'analyse effectuée ne permet pas de déterminer un critère permettant de prévoir, pour un grain donné, un intervalle d'erreur ; ce qui aurait permis de choisir des « grains de confiance ».

Le niveau de plasticité n'est cependant pas la seule information utile au mécanicien que permet d'approcher la simulation numérique. La prochaine section décrit l'analyse des résultats obtenus pour le système de glissement primaire, le nombre de systèmes de glissement activés, et les quantités équivalentes pour les plans de glissement.

#### 2.6.3.3 Systèmes et plans activés

Les valeurs correspondant aux systèmes et plan activés nécessitent un post-traitement supplémentaire, réalisé sur ZéBuLoN, que nous détaillons ici de manière explicite. Nous utilisons deux fonctions disponibles : le test égalité (==) qui retourne 1 en cas d'égalité entre deux valeurs, 0 sinon [6], et la fonction *heavyside* ($H(x)$), définie de la sorte :

$$H(x) = 1 \quad si \quad x > 0$$
$$H(x) = 0 \quad si \quad x \leq 0$$

Le système de glissement primaire $S_{prim}$ correspond à la valeur maximale $\gamma_S^{max}$ des composantes de glissement sur

6. En pratique, un seuil est utilisé sur l'égalité pour qu'une erreur numérique ne perturbe pas le test.

chaque système $\gamma_{S_i}$ :

$$\gamma_S^{max} = \sum_{i=1}^{12} \gamma_{S_i} \sum_{j \neq i} H(\gamma_{S_i} - \gamma_{S_j}) \tag{2.12}$$

$$S_{max} = \sum_{i=1}^{12} i(\gamma_{S_i} == \gamma_S^{max}) \tag{2.13}$$

Nous introduisons d'une manière similaire le glissement maximal sur un plan $\gamma_P^{max}$ et l'indice du plan correspondant $P_{prim}$. Nous définissons tout d'abord le glissement sur un plan $P_i$, $\gamma_{P_i}$, comme la somme des glissements sur les trois systèmes qu'il contient. En pratique :

$$\begin{aligned}
\gamma_{P_1} &= \gamma_{S_1} + \gamma_{S_2} + \gamma_{S_3} \\
\gamma_{P_2} &= \gamma_{S_4} + \gamma_{S_5} + \gamma_{S_6} \\
\gamma_{P_3} &= \gamma_{S_7} + \gamma_{S_8} + \gamma_{S_9} \\
\gamma_{P_4} &= \gamma_{S_{10}} + \gamma_{S_{11}} + \gamma_{S_{12}}
\end{aligned}$$

Et alors :

$$\gamma_P^{max} = \sum_{i=1}^{4} \gamma_{P_i} \sum_{j \neq i} H(\gamma_{P_i} - \gamma_{P_j}) \tag{2.14}$$

$$P_{max} = \sum_{i=1}^{4} i(\gamma_{P_i} == \gamma_P^{max}) \tag{2.15}$$

Pour définir le nombre de systèmes de glissement activés, $n_S^{act}$, nous utiliserons la définition des systèmes « significativement activés » proposée par Cailletaud [Cai87] dans le cadre de calcul en visco-plasticité. En effet, à chaque pas de calcul, chaque système de glissement a un niveau de déformation non nul, cependant certains sont négligeables. Ainsi, un seuil est défini à partir d'un pourcentage de la valeur de glissement maximale $\gamma_S^{max}$ : si la valeur du glissement sur un système donné dépasse ce seuil, le système est considéré comme significativement activé. Nous utiliserons 10% de la valeur $\gamma_S^{max}$ :

$$n_S^{act} = \sum_{i=1}^{12} H(\gamma_{S_i} - 0.1\gamma_S^{max}) \tag{2.16}$$

On procède de la même manière pour définir le nombre de plans activés (c'est à dire avec une activité significative des systèmes de glissement contenus dans ce plan) :

$$n_P^{act} = \sum_{i=1}^{4} H(\gamma_{P_i} - 0.1\gamma_P^{max}) \tag{2.17}$$

Les figures 2.18 et 2.19 montrent respectivement les résultats obtenus pour l'indice du système de glissement principal et le nombre de systèmes activés, pour le premier agrégat, à 0.5% de déformation ; et les figures 2.20 et 2.21 montrent respectivement les résultats obtenus pour l'indice du plan de glissement le plus activé et le nombre de plans

activés, pour le premier agrégat, à 0.5% de déformation.

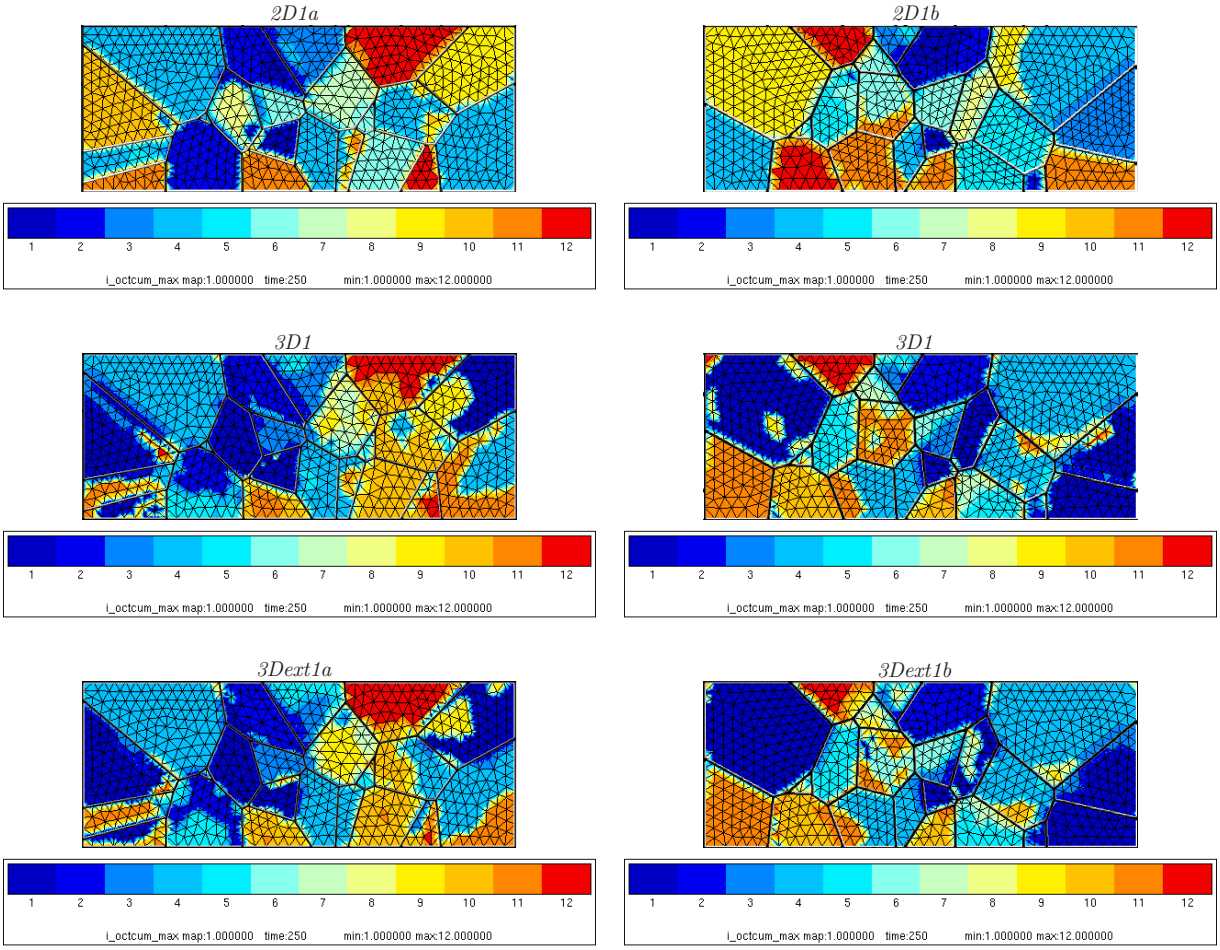



FIGURE 2.18 – Comparaison de l'indice du système primaire obtenu sur les 2 faces des agrégats 3D (*3D1*), 3D extrudés (*3Dext1a* et *3Dext1b*) et 2D (*2D1a* et *2D1b*), pour 0.5% de déformation axiale

On constate une très bonne corrélation entre les résultats 3D extrudés et les résultats 3D. Ceci indique que la modélisation 3D extrudée est pertinente pour la description de l'activité des systèmes et plans de glissement en surface des agrégats.

En revanche, la modélisation 2D est moyennement performante pour décrire les systèmes et plans avec le plus d'activité, et surévalue le nombre de plans et de systèmes activés. Une nouvelle fois, ceci discrédite ce type de modélisation pour des polycristaux dont la taille moyenne de grain est de l'ordre de l'épaisseur de l'échantillon.

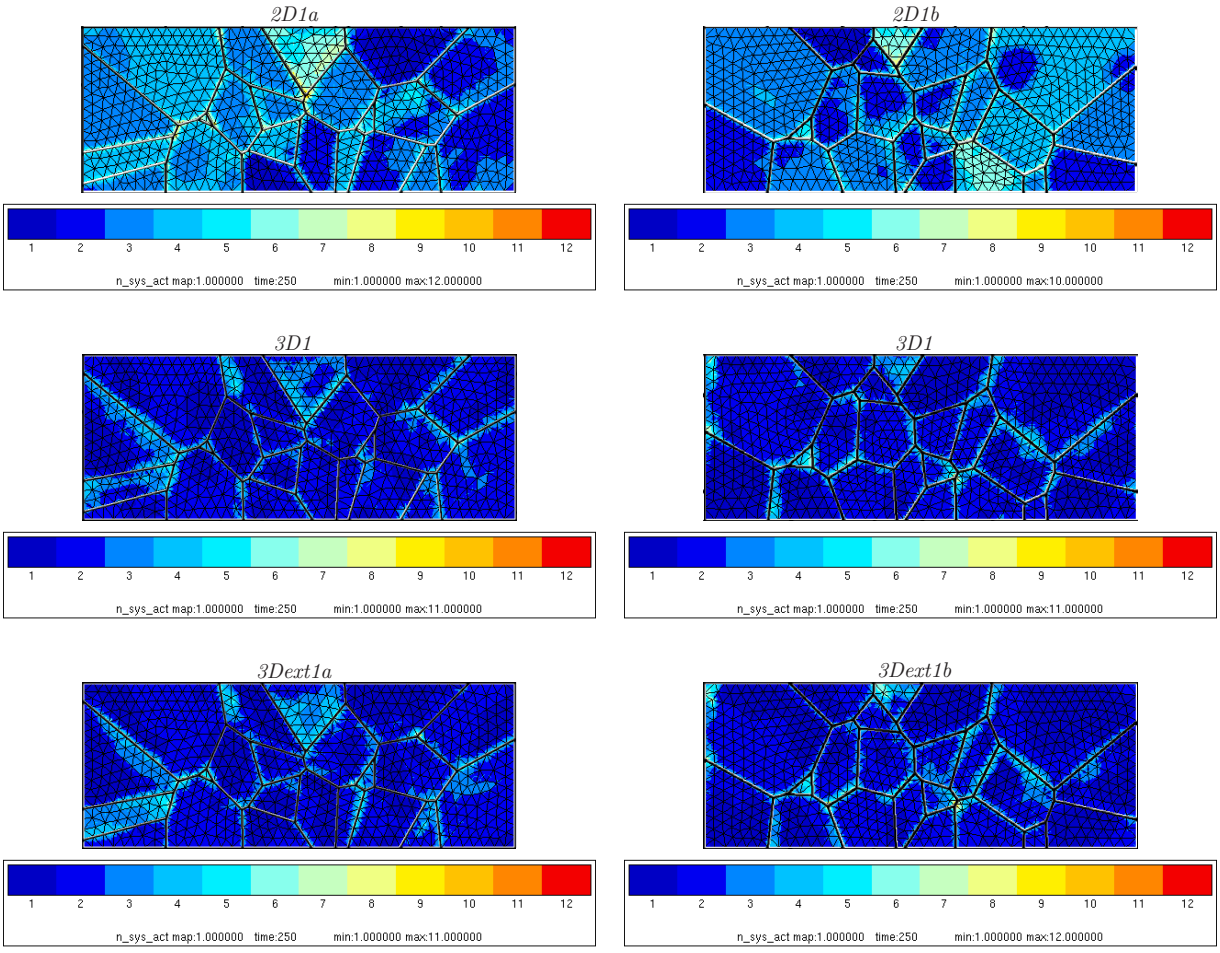



FIGURE 2.19 – Comparaison du nombre de systèmes activés obtenu sur les 2 faces des agrégats 3D (*3D1*), 3D extrudés (*3Dext1a* et *3Dext1b*) et 2D (*2D1a* et *2D1b*), pour 0.5% de déformation axiale

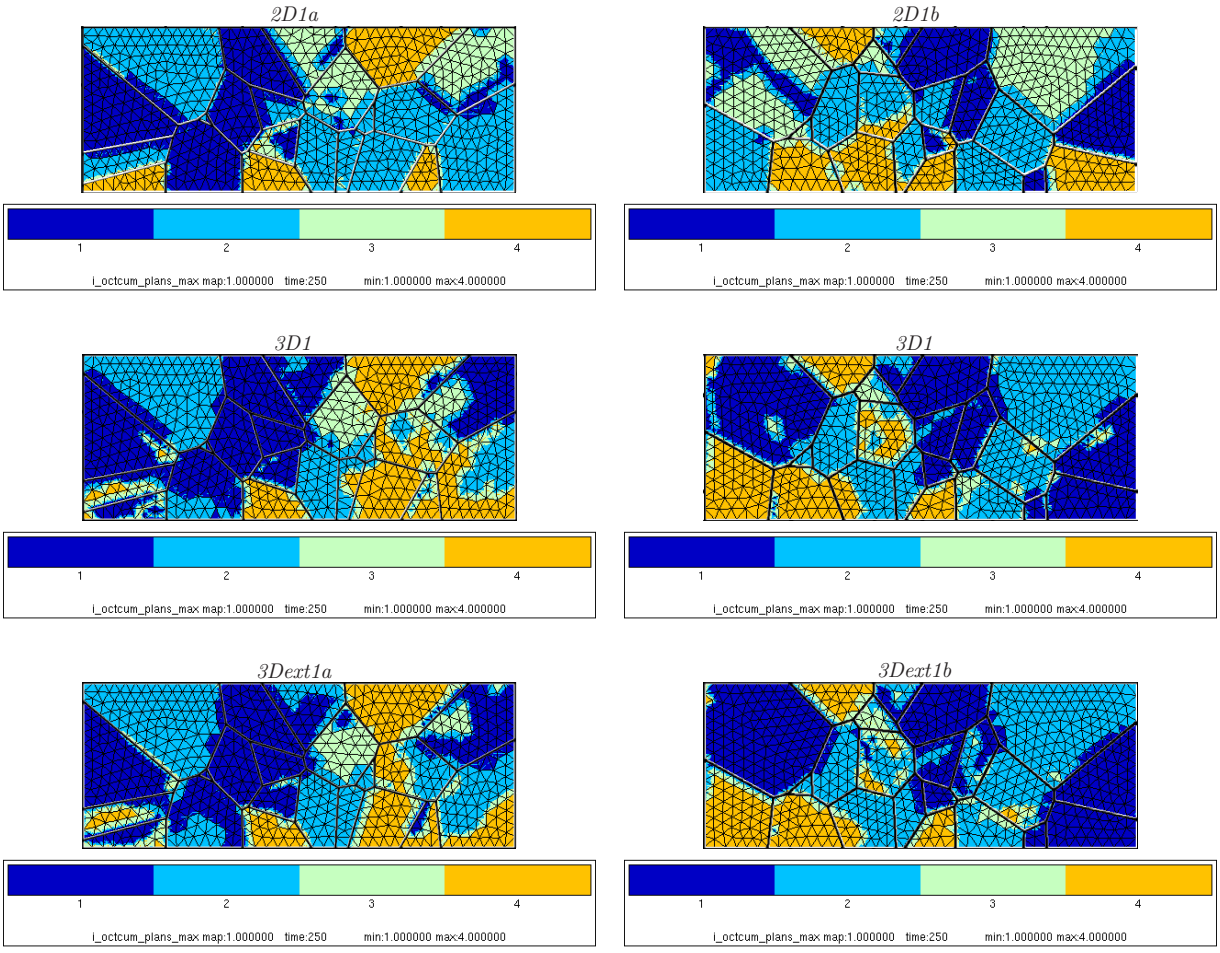



FIGURE 2.20 – Comparaison de l'indice du plan le plus activé obtenu sur les 2 faces des agrégats 3D (*3D1*), 3D extrudés (*3Dext1a* et *3Dext1b*) et 2D (*2D1a* et *2D1b*), pour 0.5% de déformation axiale

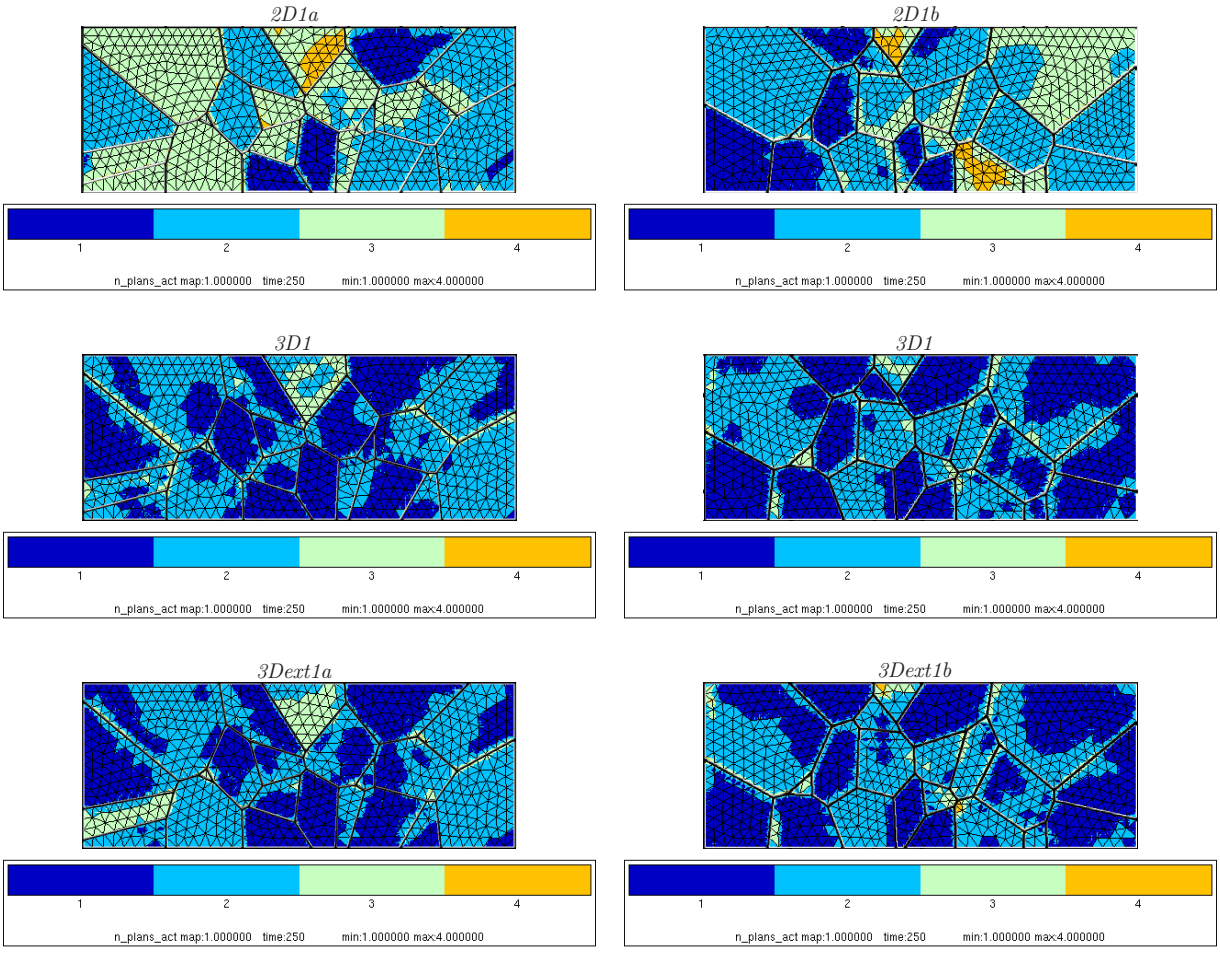



FIGURE 2.21 – Comparaison du nombre de plans activés obtenu sur les 2 faces des agrégats 3D (*3D1*), 3D extrudés (*3Dext1a* et *3Dext1b*) et 2D (*2D1a* et *2D1b*), pour 0.5% de déformation axiale

## 2.7 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté le modèle numérique permettant de déterminer le développement du glissement à l'échelle du grain, tout comme le nombre de systèmes activés ou leur degré d'activation. Ce modèle sera utilisé au chapitre 3, où nous proposons une méthode d'analyse des mesures AFM obtenues expérimentalement au regard des résultats numériques obtenus grâce à ce modèle. Au chapitre 4 nous étudions les capacités du modèle de plasticité cristalline à modéliser la localisation du glissement à l'échelle du grain, grâce à l'introduction d'hétérogénéités à cette échelle.

Dans la suite de ce chapitre, la question de l'influence de la modélisation sur la précision des résultats a été posée pour l'étude d'agrégats avec un grain dans l'épaisseur. Nous avons considéré trois différents types de modélisation d'agrégats réels, réalisables à partir d'analyses EBSD :

- Une modélisation 3D, nécessitant la connaissance des microstructures 2D observées sur les deux faces de l'agrégat ; ces deux microstructures étant ensuite reliées pour obtenir un agrégat 3D (en considérant que les joints de grain sont plans).
- Une modélisation 2D obtenue à partir de la microstructure 2D observée sur une des faces de l'agrégat.
- Une modélisation 3D extrudée obtenue à partir d'une face de l'agrégat extrudée sur une distance égale à l'épaisseur de l'agrégat réel. Les joints de grain sont alors considérés comme perpendiculaires à la surface principale de l'agrégat.

La démarche a utilisé des modèles 3D synthétiques, construits à partir de distributions aléatoires de cellules de Voronoï 3D, et les modèles simplifiés correspondant. L'analyse a porté sur la perte de précision, due à la simplification de modélisation à partir du modèle 3D, sur des quantités variées décrivant la plasticité à l'échelle macroscopique et mésoscopique.

Il a été ainsi observé que la modélisation 2D (calcul en « 2_5D ») était bien trop simplificatrice. À l'échelle macroscopique, ce modèle surestime l'écrouissage en début de plasticité et, de manière générale, la contrainte axiale observée à un niveau de déformation axiale donné. À l'échelle mésoscopique, il ne permet pas une modélisation correcte de la localisation du glissement, ni de l'activité des différents systèmes ou plans de glissement.

En ce qui concerne la modélisation 3D extrudée, les résultats sont très satisfaisants. À l'échelle macroscopique, l'écrouissage observé est similaire à celui observé pour la modélisation 3D, ce qui montre que les phénomènes en volume (comme l'accommodation de la plasticité aux joints triples) ont un impact important sur ce phénomène. L'écart observé quant à la contrainte axiale (à déformation axiale donnée) est faible, moins de 5MPa, ce qui indique aussi une modélisation de meilleure qualité (en comparaison avec la modélisation 2D).

Pour les résultats à l'échelle mésoscopique, nous avons pu observer que ce modèle est efficace pour simuler la localisation, en surface de l'agrégat, du glissement plastique, ainsi que l'activité des différents systèmes et plans de glissement. Toutefois, une analyse des valeurs moyennées (aux grains et aux cœurs des grains en surface) de glissement plastique cumulé indique que plus des deux tiers des résultats ont plus de 10% d'écart par rapport aux résultats obtenus pour le modèle 3D correspondant.

# Bibliographie


[APSO08] I. Aubert, F. Plessier, N. Saintier et J.-M. Olive : Modification of plastic strain localization induced by hydrogen absorption. *Advances in Materials Sciences*, 1:5–14, 2008.

[Bar00] Fabrice Barbe : *Étude numérique de la plasticité d'agrégats polycristallins*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.

[BC05] E.P. Busso et G. Cailletaud : On the selection of active slip systems in crystal plasticity. *International Journal of Plasticity*, 21:2212–2231, 2005.

[BZ79] M. Berveiller et A. Zaoui : An extension of the self–consistent scheme to plastically flowing polycrystal. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26:325–344, 1979.

[Cai87] G. Cailletaud : *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1987.

[CFJ+03] G. Cailletaud, S. Forest, D. Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury et S. Quilici : Some elements of microstructural mechanics. *Computational Materials Science*, 27:351–374, 2003.

[CVdGN97] H. H. M. Cleveringa, E. Van der Giessen et A. Needleman : Comparison of discrete dislocation and continuum plasticity predictions for a composite material. *Acta Metallurgica*, 45:3163–3179, 1997.

[DLRC05] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier et G. Cailletaud : Evaluation of finite element based analysis of 3d multicrystalline aggregates plasticity. application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21:691–722, 2005.

[EFQC98] F. Eberl, F. Feyel, S. Quilici et G. Cailletaud : Approches numériques de la plasticité cristalline. *Journal de Physique IV*, 8:15–25, 1998.

[EFW+02] F. Eberl, S. Forest, T. Wroblewski, G. Cailletaud et J.-L. Lebrun : Finite-element calculations of the lattice rotation field of a tensile-loaded nickel-based allo multicrystal and coparison with topographical x-ray diffraction measurements. *Metallurgical and materials transactions A*, 33A:2825–2833, 2002.

[Esh57] J.D. Eshelby : The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 241:376–396, 1957.

[FC+02] S. Forest, G. Cailletaud, D. , Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury et S. Quilici : Introduction au calcul de microstructures. *Mécanique & Industries*, 3:439–456, 2002.

[Fiv06] Marc Fivel : Plasticité cristalline et transition d'échelle : de l'atôme au monocristal. *In Colloque National MECAMAT*, Aussois, France, 2006.

[FVC97] M. Fivel, M. Verdier et G. Canova : 3d simulation of a nanoindentation test at a mesoscopic scale. *Materials Science and Engineering*, A234-236:923–926, 1997.

[Gé08] Céline Gérard : *Mesures de champs et identification de modèles de plasticité cristalline.* Thèse de doctorat, Université Paris 13, 2008.

[Hé06] Éva Héripré : *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.* Thèse de doctorat, École Polytechnique, 2006.

[IU04] K. Iino et N. Umesaki : Advanced materials analysis using synchrotron radiation and its application in engineering science. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 16:3537–3548, 2004.

[Mus05] Andrey Musienko : *Plasticité cristalline en présence de grandes déformations et d'endommagement.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

[Mé04] Magalie Ménard : *Effet de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable 316L.* Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2004.

[NG04] M. Nygårds et P. Gudmundson : Numerical investigation of the effect of non-local plasticity on surface roughening in metals. *European Journal of Mechanics*, A23:753–762, 2004.

[NVdGD06] A. Needleman, E. Vand der Giessen et V.S. Deshpande : Statistical aspects of discrete dislocation plasticity. *Scripta Materialia*, 54:729–733, 2006.

[PFG+00] R. Parisot, S. Forest, A.-F. Gourgues, A. Pineau et D. Mareuse : Modeling the mechanical behavior of a multicrystalline zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheet. *Computational Materials Science*, 19:189–204, 2000.

[SPHD+08] L. St-Pierre, E. Héripré, M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino et N. Bilger : 3d simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from o.i.m analysis. *International Journal of Plasticity*, 24(9):1516–1532, 2008.

[Tay38] G.I. Taylor : Plastic strain in metals. *Journal Institute of Metals*, 62:307–324, 1938.

[Tra] Northwest Numerics Inc. Transvalor/ENSMP : *Z-mat/ZéBuLoN, Version 8.4.2.*

[SFG07] F. Šiška, S. Forest et P. Gumbsch : Simulations of stress-strain heterogeneities in copper thin films : Texture and substrate effects. *Computational Materials Science*, 39(1):137–141, 2007. Proceedings of the 15th International Workshop on Computational Mechanics of Materials, The 15th International Workshop on Computational Mechanics of Materials.

[Sis07] Filip Šiška : *Continuum vs. dislocation dynamics modelling of thin films.* Thèse de doctorat, École Nationale Suprieure des Mines de Paris, 2007.

[SWFG09] F. Šiška, D. Weygand, S. Forest et P. Gumbsch : Comparison of mechanical behaviour of thin film simulated by discrete dislocation dynamics and continuum crystal plasticity. *Computational Materials Science*, 45:793–799, 2009.

[Zeg05] Asmahana Zeghadi : *Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins.* Thèse de doctorat, École des Mines de Paris, 2005.

# Chapitre 3

# Prise en compte de l'hétérogénéité de déformation à l'échelle du grain pour l'analyse du glissement observé par AFM

## Sommaire


**3.1 Introduction et problématique . . . . . 87**
**3.2 Analyse à l'échelle du grain . . . . . 88**
3.2.1 Présentation de la méthodologie générale . . . . . 88
3.2.2 Analyse du problème : quantités discrètes et quantités continues . . . . . 90
**3.3 Présentation de l'analyse à l'échelle du grain . . . . . 91**
3.3.1 Détermination du nombre moyen de dislocations par marche . . . . . 91
3.3.2 Projection des valeurs numériques dans le repère des mesures AFM . . . . . 93
3.3.2.1 Relations pour un système de glissement isolé . . . . . 93
3.3.2.2 Relation pour un ensemble de marches de glissement . . . . . 94
3.3.3 Mise en relation des résultats numériques et des mesures AFM . . . . . 95
3.3.3.1 Prédiction du plan observé par AFM . . . . . 95
3.3.3.2 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ . . . . . 96
3.3.4 Projection finale des résultats AFM . . . . . 97
3.3.4.1 Calcul du nombre moyen de dislocations émises par marche . . . . . 97
3.3.4.2 Calcul de l'espacement inter-plan moyen . . . . . 97
3.3.5 Conclusions et remarque . . . . . 97
**3.4 Résultats : effet de l'hydrogène sur le glissement intragranulaire . . . . . 98**
3.4.1 Méthodologie . . . . . 98
3.4.1.1 Traitements des données cristallographiques . . . . . 98
3.4.1.2 Organisation finale de la méthode proposée . . . . . 99
3.4.2 Modélisation des agrégats et conditions limites . . . . . 99

3.4.3 Traitements des résultats . . . . . 103
3.4.3.1 Prédiction du plan $P_{exp}$ . . . . . 103
3.4.3.2 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ : comparaison au plan $P_{exp}$ . . . . . 105
3.4.3.3 Calcul des nombres moyens de dislocations et des espacements inter-plan moyens. . 107
**3.5 Conclusions et perspectives . . . . . 110**

## 3.1 Introduction et problématique

Dans le chapitre 1, nous avons présenté un état des lieux sur l'effet de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique. Nous avons notamment traité les effets observés à l'échelle des marches de glissement : en présence d'hydrogène, la localisation du glissement se traduit par des marches plus élevées et plus espacées.
Une analyse statistique des distributions des dimensions caractéristiques des marches de glissement a permis de quantifier cette localisation [AOS10] : l'hydrogène modifie les distributions des hauteurs et espacements des marches de glissement observées par AFM à la surface de polycristaux d'acier 316L, les effets les plus marqués indiquant une augmentation de 100% de la hauteur moyenne et de l'espacement moyen (observés pour des agrégats dont la taille de grain moyenne est de 300 $\mu$m et avec une concentration en hydrogène moyenne de 135 ppm).

L'étude statistique proposée a été effectuée pour des distributions de mesures AFM regroupées par agrégat. L'utilisation d'éprouvettes polycristallines a permis de travailler sur un nombre important de grains, d'orientations cristallographiques variées, et ce, en un nombre réduit d'essais. Toutefois la complexité des champs de contrainte et déformation au sein de l'agrégat rend difficile l'analyse des résultats observés. Le comportement d'un cristal au sein d'un agrégat est différent du comportement du cristal isolé (monocristal) correspondant, car les incompatibilités de déformation aux joints de grain induisent des « effets de voisinage ». Les champs de contrainte et déformation sont donc non seulement hétérogènes à l'échelle de l'agrégat mais aussi à l'échelle du grain (champs de déformation perturbés par l'effet de voisinage).

Pour l'étude statistique, les valeurs regroupées pour calculer les moyennes par agrégat sont donc des valeurs obtenues pour des grains ayant des niveaux de contrainte et de déformation plastique différents. Or, pour une analyse précise de la modification de la plasticité en présence d'hydrogène, la connaissance du niveau de déformation de chaque grain s'avère primordiale. Le but de ce chapitre est donc de présenter une analyse de ces résultats à l'échelle locale : l'utilisation de l'outil numérique (modèle de plasticité cristalline, présenté au chapitre 2) offre une approche intéressante, car la distribution des champs locaux de contrainte et déformation au sein des grains du polycristal devient alors accessible.

Une autre remarque peut être faite, cette fois-ci au sujet de la nature même des mesures AFM : la mesure de la hauteur d'une marche ne traduit pas directement le glissement du plan correspondant mais une projection de ce glissement selon la normale à la surface, et la mesure de l'espacement inter-bande ne traduit pas directement l'espace entre deux plans de glissement (espace inter-plan), mais une projection de cette valeur dans le plan de la surface (voir figure 3.1).

Afin de corriger cette projection des valeurs AFM, il est nécessaire de connaître la normale au plan de glissement observé et la direction de glissement à considérer. Les orientations cristallographiques étant connues pour chaque grain grâce à l'analyse EBSD, il est possible de connaître les directions de projection des différents systèmes, et le modèle de plasticité cristalline permet de connaître l'activité des différents systèmes de glissement au sein d'un grain et donc de remonter aux facteurs de projection des systèmes à considérer. Il est alors possible d'affiner l'analyse des résultats expérimentaux grâce à l'outil numérique.

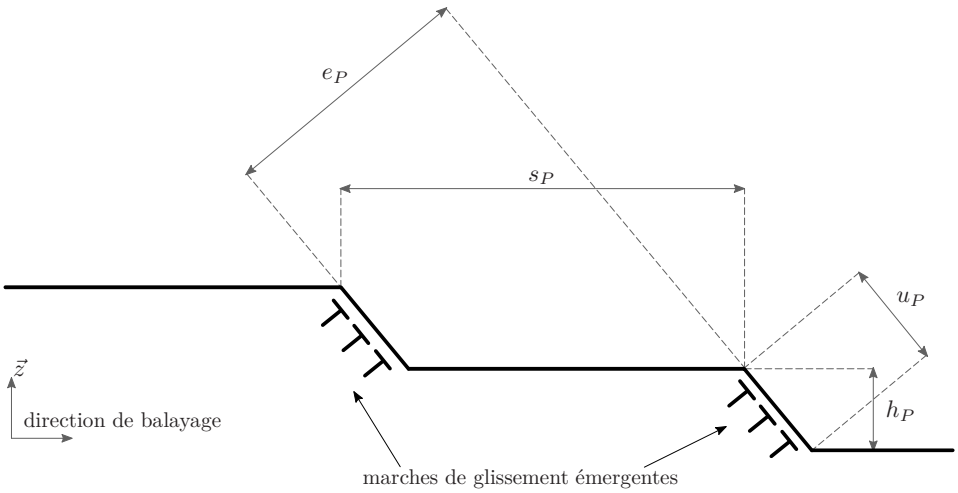



FIGURE 3.1 – Schématisation 2D du problème de projection des propriétés du glissement dans le repère des mesures AFM. $h_P$ et $s_P$ représentent respectivement la hauteur et l'espacement des marches de glissement telles que mesurées par AFM, et $u_P$ et $e_P$ représentent les valeurs correspondantes (déplacement et espace inter-plan) dans le repère du plan.

Ce chapitre présentera tout d'abord la méthodologie générale dans laquelle la méthode d'analyse proposée se place. Nous présenterons ensuite les différents points pris en compte pour l'analyse numérique des résultats AFM. Nous conclurons par une application de cette méthodologie, qui reprendra les résultats expérimentaux des travaux précédents, en analysant l'apport de la nouvelle approche proposée.

## 3.2 Analyse à l'échelle du grain

### 3.2.1 Présentation de la méthodologie générale

Cette partie présente l'approche générale couplant la démarche expérimentale à l'analyse numérique. La figure 3.2 illustre cette approche. Nous voyons qu'en parallèle des essais expérimentaux sont menés des calculs numériques qui simulent ces essais :

- Les agrégats polycristallins (dont la préparation est décrite à la section 1.5.1 sont analysés par EBSD ; les modèles numériques correspondants sont réalisés à partir des géométries et orientations cristallographiques des grains.
- Les essais de traction simple sont simulés sur les modèles d'agrégats, en imposant des conditions limites correspondantes.
- Les projections des mesures AFM des hauteurs et espacements sont déterminées à partir de l'activation des systèmes obtenus grâce à la simulation numérique.
- La plasticité des agrégats réels est estimée expérimentalement grâce à ces mesures AFM projetées ; ces valeurs sont comparées à niveau de déformation plastique numérique équivalent.

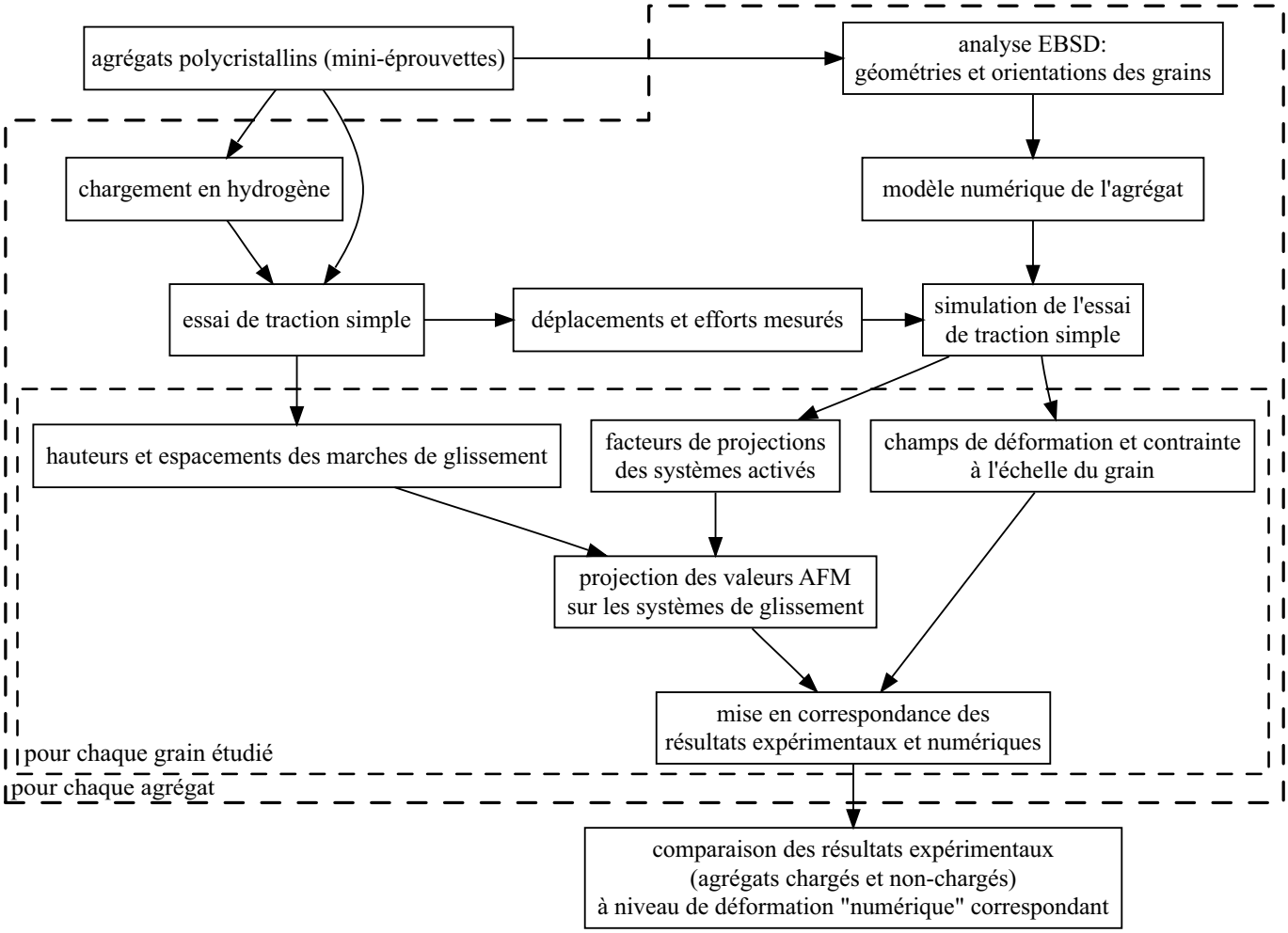



FIGURE 3.2 – Organigramme représentant la méthodologie générale

### 3.2.2 Analyse du problème : quantités discrètes et quantités continues

Les résultats obtenus expérimentalement sont les mesures de hauteurs et espacements des marches de glissement, mesurés par AFM. Ces valeurs sont obtenues pour chaque marche de glissement et décrivent donc des phénomènes discrets à l'échelle microscopique. Elles traduisent directement l'activité sur le plan de glissement concerné.

Les résultats obtenus par simulations numériques sont exprimés à l'échelle continue des systèmes de glissement. Nous utiliserons notamment les valeurs de glissement cumulé sur chacun des systèmes, $\gamma_{S_i}$. En pratique ces valeurs continues sont calculées à chaque point d'intégration du maillage utilisé, et donc pour une région donnée de l'agrégat. L'échelle expérimentale correspondante est donc l'échelle mésoscopique.

Cette échelle de modélisation empêche toute comparaison directe avec les mesures AFM. En effet, le calcul numérique donne accès à l'intensité du glissement pour chaque système de glissement ; mais en pratique comment traduire cette information en hauteur et espacement de marches de glissement, et ce même en utilisant les valeurs moyennées des distributions des valeurs expérimentales ? À un niveau de glissement numérique peut donc correspondre plusieurs morphologies de glissement observé en AFM (voir figure 3.3).

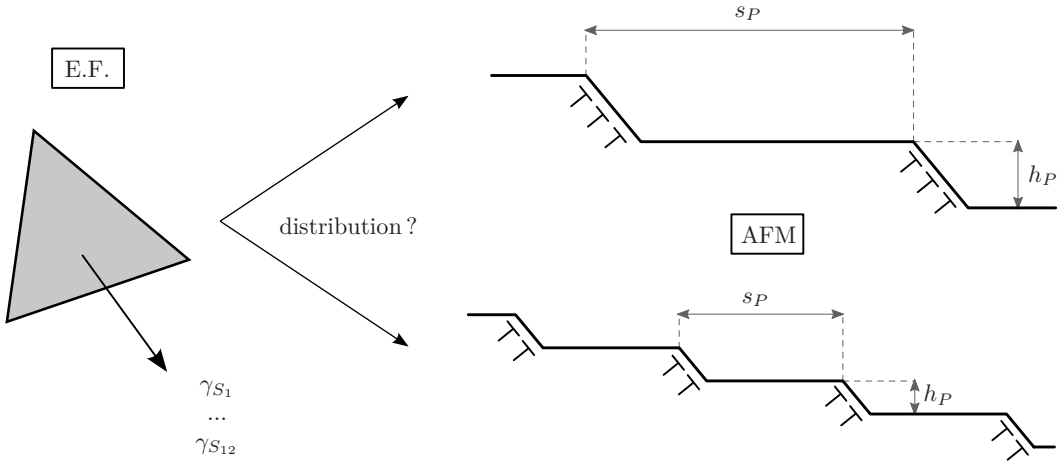



FIGURE 3.3 – Problème d'interprétation des résultats numériques, dus à la différence d'échelle entre les résultats numériques en glissement (à gauche, représenté par un élément fini triangulaire et les valeurs $octcum_i$ du glissement cumulé pour chaque système) et les résultats expérimentaux des mesures AFM.

La méthodologie présentée dans ces travaux respecte cette limitation d'échelle : les résultats AFM sont utilisés pour décrire le comportement individuel moyen des marches de glissement ; les résultats numériques sont utilisés pour décrire l'état de plasticité observé à l'échelle continue des systèmes de glissement et seront utilisés pour interpréter les résultats AFM. La prochaine partie décrit la méthodologie proposée.

## 3.3 Présentation de l'analyse à l'échelle du grain

Trois points ont été considérés :
- Les mesures AFM moyennées (sur chaque grain) des hauteurs des bandes de glissement seront converties en nombres moyens de dislocations émises par bande, et les distances inter-bandes moyennes seront converties en distances inter-plan moyennes.
- Nous utiliserons la simulation numérique (modèle de plasticité cristalline) pour obtenir le degré d'activation des différents systèmes au sein d'un grain.
- La mesure de l'angle des bandes de glissement (mesuré par microscopie optique) sera utilisée pour vérifier la nature du plan dont les marches ont été mesurées par AFM.

Les prochaines parties présentent ces différents points. Tout d'abord, nous établissons dans la section 3.3.1 les relations existant d'une part entre la hauteur moyenne des marches de glissement et le nombre moyen de dislocations émises sur chacun des systèmes, et d'autre part entre l'espacement inter-bande moyen et l'espacement inter-plan correspondant. Nous établirons ensuite dans la section 3.3.2 des relations entre mesures expérimentales et résultats numériques, qui permettront alors d'établir, dans la section 3.3.4, les relations de projections finales qui seront utilisées pour le traitement des données expérimentales.

### 3.3.1 Détermination du nombre moyen de dislocations par marche

L'analyse des données expérimentales passe par le calcul des valeurs moyennées, par grain, des hauteurs et espacements des marches de glissement mesurées par AFM. Les bandes de glissement quelconques peuvent donc être remplacées par le même nombre de bandes de glissement, toutes identiques, de hauteur $\overline{h_{AFM}}$ (hauteur moyenne) et d'espacement $\overline{s_{AFM}}$ (espacement moyen) : nous les appelerons bandes de glissement représentatives.

Raisonnons pour une bande de glissement représentative : cette bande est obtenue par l'émergence, à la surface de l'échantillon, de plusieurs dislocations ayant glissé sur leur plan de glissement $P_i$. Le glissement sur ce plan s'effectue selon des directions spécifiques : pour les matériaux CFC, trois directions de glissement sont disponibles par plan, donnant douze systèmes, présentés au tableau 3.1 (nous reprenons l'ordre des systèmes utilisé dans ZéBuLoN).

La figure 3.4 montre la décomposition du déplacement moyen d'un plan $P_i$, $\overrightarrow{u_{P_i}}$, selon les déplacements moyens sur chacune de ses trois directions de glissement, $\overrightarrow{u_{S_i}}$. En considérant le plan $P_1$, le déplacement résultant, $\overrightarrow{u_{P_1}}$, est ainsi égal à la somme des déplacements selon ces trois directions, $\overrightarrow{u_{S_1}}$, $\overrightarrow{u_{S_2}}$ et $\overrightarrow{u_{S_3}}$ (équation 3.1).

$$\overrightarrow{u_{P_1}} = \overrightarrow{u_{S_1}} + \overrightarrow{u_{S_2}} + \overrightarrow{u_{S_3}} \tag{3.1}$$

Pour un système $S_i$ donné, on peut exprimer le déplacement moyen $\overrightarrow{u_{S_i}}$ comme le produit du nombre moyen de dislocations émises selon ce système, $\overline{N_{S_i}}$ par le vecteur de Burgers de ce système, $\overrightarrow{b_{S_i}}$ (équation 3.2). Le vecteur de Burgers regroupe en effet la distance de glissement engendrée par le mouvement d'une dislocation, et la direction de ce glissement.

| plan | $P_1$ | | | $P_2$ | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| normale | (1 1 1) | | | (1 -1 1) | | |
| système | $S_1$ | $S_2$ | $S_3$ | $S_4$ | $S_5$ | $S_6$ |
| direction | [-1 1 1] | [0 -1 1] | [-1 1 0] | [-1 0 1] | [0 1 1] | [1 1 0] |

| plan | $P_3$ | | | $P_4$ | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| normale | (-1 1 1) | | | (1 1 -1) | | |
| système | $S_7$ | $S_8$ | $S_9$ | $S_{10}$ | $S_{11}$ | $S_{12}$ |
| direction | [0 -1 1] | [1 1 0] | [1 0 1] | [-1 1 0] | [1 0 1] | [0 1 1] |

TABLE 3.1 – Plans et directions de glissement des douze systèmes de glissement pour un matériau CFC.

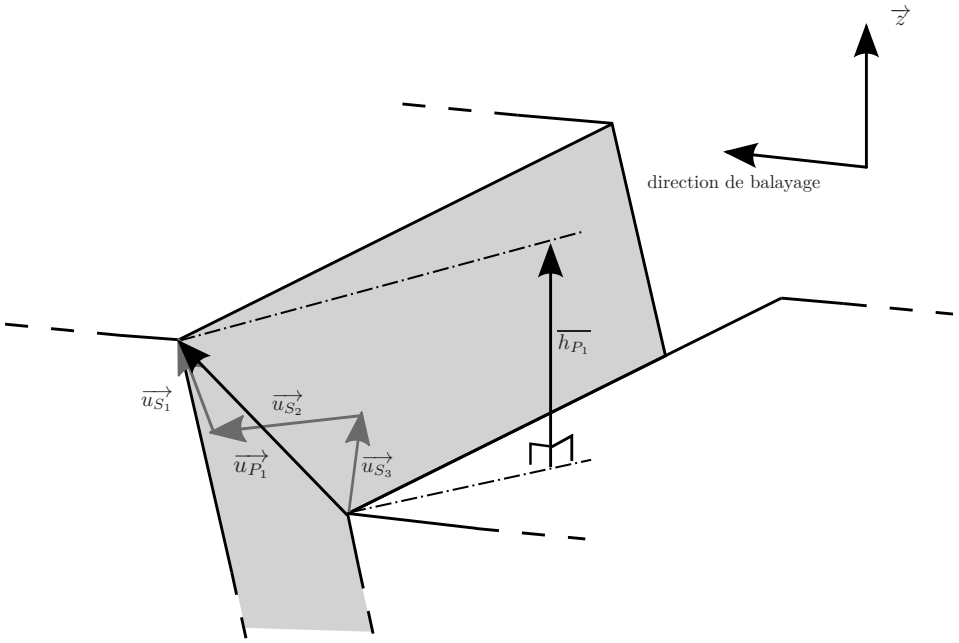



FIGURE 3.4 – Décomposition du déplacement d'un plan en déplacement sur ses trois systèmes, et projection de ce déplacement en hauteur de marche

$$\overrightarrow{u_{S_i}} = \overline{N_{S_i}}\overrightarrow{b_{S_i}} \tag{3.2}$$

En considérant que chaque plan est susceptible d'émerger en surface, et donc de former des marches dont les hauteurs et espacements peuvent être mesurés, on a alors pour chaque plan $P_i$ une hauteur moyenne $\overline{h_{P_i}}$ et un espacement moyen $\overline{s_{P_i}}$. La hauteur moyenne, $\overline{h_{P_i}}$, correspond à la projection des déplacements $\overrightarrow{u_{S_i}}$ sur la normale $\overrightarrow{z}$ à la surface (équation 3.3).

$$\begin{aligned}
\overline{h_{P_i}} &= \sum_{S \in P_i} |\overrightarrow{u_S}.\overrightarrow{z}| && (3.3)\\
&= \sum_{S \in P_i} \left|\overline{N_S}\overrightarrow{b_S}.\overrightarrow{z}\right| && (3.4)\\
&= \sum_{S \in P_i} \overline{h_S} \quad avec\ \overline{h_S} = \overline{N_S}\left|\overrightarrow{b_S}.\overrightarrow{z}\right| && (3.5)
\end{aligned}$$

Nous définissons alors, pour chaque système $S_i$, la hauteur moyenne $\overline{h_{S_i}}$ correspondant au déplacement $\overrightarrow{u_{S_i}}$ selon ce système isolé (relation 3.5). Cette valeur nous sera utile dans les prochaines sections.

Nous remarquons qu'à une hauteur $\overline{h_{P_i}}$ donnée correspondent trois valeurs $\overline{N_{S_i}}$. Les mesures AFM ne permettent donc pas à elles seules de remonter aux nombres moyens de dislocations émises sur chacun des systèmes, car aucune information n'est donnée sur le degré d'activation des systèmes mis en jeu. Nous utiliserons les résultats de la simulation numérique à cet effet, les prochaines sections présentent la méthode proposée.

### 3.3.2 Projection des valeurs numériques dans le repère des mesures AFM

#### 3.3.2.1 Relations pour un système de glissement isolé

Les résultats numériques en glissement selon les douze systèmes disponibles sont donnés dans le repère local (du système de glissement) : une valeur $\gamma_{S_i}$ est une valeur scalaire à projeter sur la direction de glissement du système $S_i$ considéré. Au contraire, les valeurs expérimentales de hauteurs et espacements des marches de glissement, $\overline{h_{AFM}}$ et $\overline{s_{AFM}}$, sont obtenus dans le repère global (de l'échantillon), et sont des valeurs scalaires se projetant (respectivement) sur la normale à la surface, ici $\underset{\sim}{z}$ et la direction du balayage que nous appellerons $\underset{\sim}{d_{S_i}}$ (le balayage de la pointe de l'AFM est réalisé perpendiculairement aux traces formées par les marches de glissement observées, la direction de balayage dépend donc des plans correspondant à ces marches).

En premier lieu, nous exprimons donc les valeurs numériques dans le repère global de la mesure AFM : pour cela nous utilisons la relation 2.7 pour obtenir dans le repère global le tenseur de déformation plastique, $\underset{\sim}{\underset{\sim}{\varepsilon_p^{S_i}}}$, correspondant au glissement $\gamma_{S_i}$ effectué sur un système (équation 3.6). Nous utilisons à cet effet le tenseur d'orientation du système $S_i$, $\underset{\sim}{\underset{\sim}{m_{S_i}}}$, tel que défini à la relation 2.1.

$$\underset{\sim}{\underset{\sim}{\varepsilon_p^{S_i}}} = \gamma_{S_i}\ \underset{\sim}{\underset{\sim}{m_{S_i}}} \tag{3.6}$$

La part de déformation plastique correspondant au repère de la mesure AFM, $\gamma_{S_i}^{proj}$, s'exprime alors par projections successives du tenseur de déformation sur la surface de l'échantillon (nous utilisons alors la normale $\underset{\sim}{z}$), puis selon la direction de balayage $\underset{\sim}{d_{S_i}}$ (équation 3.7).

$$\gamma_{S_i}^{proj} = \left( \underset{\sim}{\underset{\sim}{\varepsilon_p}}^{S_i} \, \underset{\sim}{z} \right) \, \underset{\sim}{d_{S_i}} = \gamma_{S_i} \left( \underset{\sim}{\underset{\sim}{m_{S_i}}} \, \underset{\sim}{z} \right) \, \underset{\sim}{d_{S_i}} \tag{3.7}$$

Au glissement selon le système $S_i$ correspond l'émergence de marches de glissement de hauteur moyenne $\overline{h_{S_i}}$ et d'espacement moyen $\overline{s_{S_i}}$. En considérant une zone suffisamment proche de la surface de l'échantillon pour que l'intégralité des dislocations émises émergent en surface en engendrant des marches de glissement, la composante $\gamma_{S_i}^{proj}$ (représentant la déformation plastique en cisaillement dans le repère $(\underset{\sim}{d_{S_i}}, \underset{\sim}{z})$ de la mesure AFM), peut être reliée [1] aux dimensions moyennes des marches de glissement (voir 3.5). L'équation 3.8 présente la relation proposée.

$$\gamma_{S_i}^{proj} = \frac{\overline{h_{S_i}}}{\overline{s_{S_i}}} \tag{3.8}$$

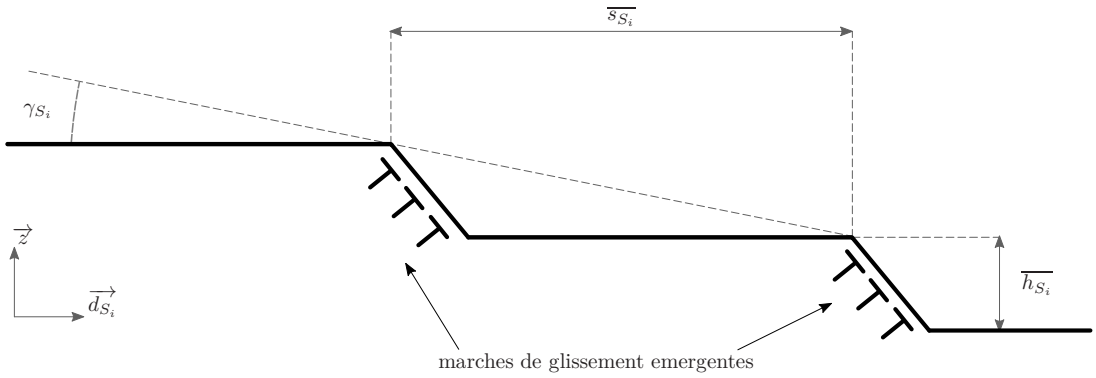



FIGURE 3.5 – Relation, pour un système de glissement isolé, entre la déformation plastique de cisaillement dans le repère de la mesure AFM et les dimensions moyennes des marches de glissement.

Pour l'instant nous avons considéré un système isolé et les marches représentatives engendrées par le glissement selon ce système. Les valeurs $\overline{h_{S_i}}$ et $\overline{s_{S_i}}$ correspondent aux dimensions de ces marches, qui seraient mesurées par AFM si seul le système considéré était activé (parmis les systèmes contenus dans le plan correspondant) : ces valeurs sont donc « théoriques ». Il nous reste encore à établir le cas de marches engendrées par le glissement selon plusieurs systèmes, et établir la correspondance entre ces résultats et les résultats expérimentaux. Ceci sera fait respectivement à la prochaine section et à la section 3.3.3.1.

#### 3.3.2.2 Relation pour un ensemble de marches de glissement

Nous avons exprimé la relation existant entre le glissement calculé pour un système $S_i$ isolé et les mesures AFM « théoriques » correspondantes. Toutefois les marches ne sont pas systématiquement engendrées par le glissement d'un

1. Nous prenons en compte l'hypothèse des petites déformations et l'hypothèse que le glissement est le mécanisme prépondérant de la déformation plastique.

unique système : elles correspondent au glissement selon les systèmes d'un même plan de glissement.

Il est donc nécessaire d'utiliser une relation (similaire à la relation 3.8) faisant intervenir les dimensions (hauteur et espacement) de la marche de glissement représentative. Les relations 3.9 (voir section 3.3.1) et 3.10 présentent les relations simples qui sont utilisées [2].

$$\overline{h_{P_i}} = \sum_{S \in P_i} \overline{h_S} \tag{3.9}$$

$$\overline{s_S} = \overline{s_{P_i}} \ , \ \forall S \in P_i \tag{3.10}$$

En combinant les relations 3.9 et 3.10 à la relation 3.8 précédemment établie, nous obtenons la relation entre la hauteur moyenne d'un plan $P_i$, son espacement, et une valeur $\gamma_{P_i}^{proj}$ correspondant à la somme des valeurs $\gamma_S^{proj}$ de chaque système de glissement appartenant à ce plan (relation 3.11).

$$\overline{h_{P_i}} = \sum_{S \in P_i} \overline{h_S} = \overline{s_{P_i}} \sum_{S \in P_i} \gamma_S^{proj} = \overline{s_{P_i}} \, \gamma_{P_i}^{proj} \tag{3.11}$$

La relation 3.11 est valable quel que soit le plan $P_i$ considéré. Or la mesure AFM « réelle » est réalisée sur des marches correspondant à un plan bien précis, que nous appelerons $P_{exp}$ : il est donc nécessaire de connaître la nature de ce plan. La section suivante présente la méthode proposée pour prédire la nature du plan $P_{exp}$ grâce à la relation 3.11 précédemment établie, et vérifier ensuite la pertinence de cette prédiction.

### 3.3.3 Mise en relation des résultats numériques et des mesures AFM

#### 3.3.3.1 Prédiction du plan observé par AFM

Nous définissons tout d'abord la valeur $\gamma_{exp}$, qui est obtenue par une relation identique à la relation 3.8, en utilisant cette fois-ci les valeurs expérimentales (relation 3.12).

$$\gamma_{exp} = \frac{\overline{h_{AFM}}}{\overline{s_{AFM}}} \tag{3.12}$$

Afin de prédire le plan observé par AFM (nous appelerons $P_{pred}$ le plan prédit : la prédiction sera exacte si le plan $P_{pred}$ correspond au plan $P_{exp}$) nous utilisons la relation 3.11 appliquée à ce plan : dans ce cas la valeur $\gamma_{P_{pred}}^{proj}$ correspond à la valeur $\gamma_{exp}$. La prédiction du plan consiste à trouver le plan $P_i$ vérifiant cette égalité (relation 3.13).

$$P_{exp} = P_i \ \ tel \ que \ \gamma_{P_i}^{proj} = \frac{\overline{h_{AFM}}}{\overline{s_{AFM}}} = \gamma_{exp} \tag{3.13}$$

Concrètement, il s'agit de trouver le plan dont la valeur $\gamma_{P_i}^{proj}$ (obtenue par projection des résultats numériques dans le repère de la mesure AFM) est la plus proche du rapport $\overline{h_{AFM}}/\overline{s_{AFM}}$ (valeurs expérimentales). Nous utilisons

2. Il faut considérer, pour ces relations, que ce travail est effectué sur des marches de glissement représentatives, identiques et régulièrement réparties.

à cet effet la relation 3.14 : le plan $P_{pred}$ correspond alors au plan $P_i$ pour lequel l'erreur $err_{P_i}$ est minimale.

$$err_{P_i} = \left| \frac{\gamma_{P_i}^{proj} - \gamma_{exp}}{\gamma_{exp}} \right| \tag{3.14}$$

Une fois le plan $P_{pred}$ obtenu, nous vérifions la pertinence de la prédiction grâce aux résultats expérimentaux. La section suivante présente la méthode proposée.

#### 3.3.3.2 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$

Une opération simple permet de vérifier la pertinence de la prédiction du plan primaire. Elle consiste à calculer, pour chaque plan $P_i$, l'angle $\alpha_{P_i}$ des lignes formées par l'émergence de ce plan à la surface de l'échantillon. Pour un grain donné, nous obtenons ainsi quatre angles. Ces angles peuvent ensuite être comparés à l'angle observé expérimentalement, $\alpha_{exp}$, afin de déduire la nature du plan observé expérimentalement, $P_{exp}$ : si le plan $P_{pred}$ ne correspond pas au plan $P_{exp}$, alors les résultats obtenus ne sont pas considérés.

La figure 3.6 illustre le calcul utilisé pour obtenir l'angle des bandes formées par chacun des plans. La ligne est produite par l'intersection du plan de glissement avec la surface de l'agrégat : le vecteur directeur de la ligne, $\overrightarrow{l_{P_i}}$ est calculé à partir du produit vectoriel des normales des ces deux plans, respectivement $\overrightarrow{n_{P_i}}$ et $\overrightarrow{z}$ (équation 3.15). L'angle $\alpha_{P_i}$ correspond à l'angle entre ce vecteur $\overrightarrow{l_{P_i}}$ et le vecteur représentant la direction de sollicitation.

$$\overrightarrow{l_{P_i}} = \overrightarrow{n_{P_i}} \wedge \overrightarrow{z} \tag{3.15}$$

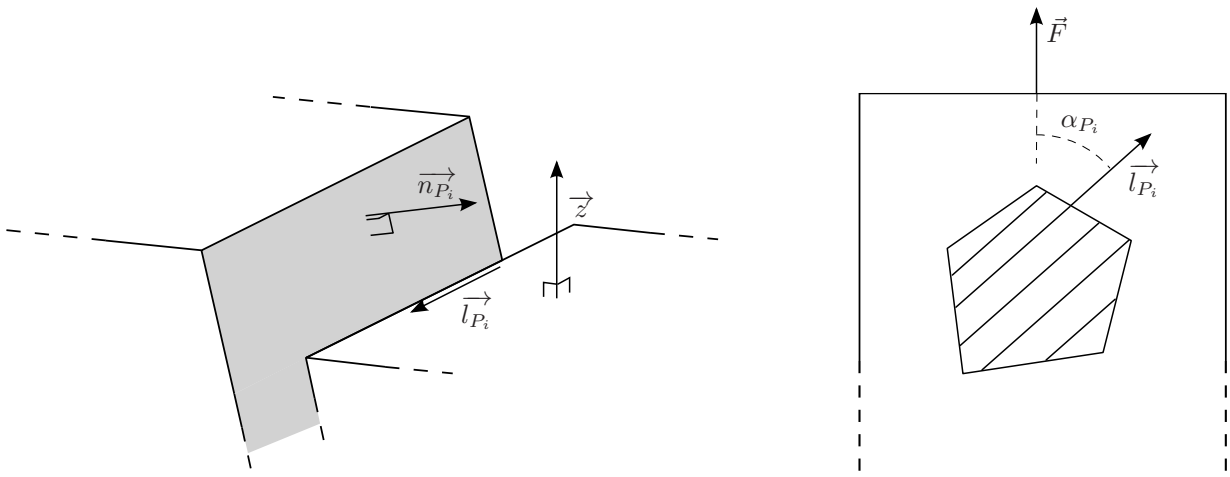



FIGURE 3.6 – Vecteur directeur de la trace de glissement ($\overrightarrow{l_{P_i}}$) et angle de cette trace ($\alpha_{P_i}$) mesuré par rapport à l'axe de sollicitation ($\vec{F}$).

### 3.3.4 Projection finale des résultats AFM

Dans le cas où le plan $P_{pred}$ correspond bien au plan $P_{exp}$ (nous n'utilisons donc à présent que la notation $P_{exp}$), la projection finale des résultats AFM est réalisée, mettant en jeu les résultats expérimentaux et les résultats numériques. Les sections suivantes présentent ainsi la projection réalisée pour obtenir le nombre moyen de dislocations émises par marche, $\overline{N_{P_{exp}}}$, et celle permettant d'obtenir l'espacement inter-plan moyen, $\overline{e_{P_{exp}}}$.

#### 3.3.4.1 Calcul du nombre moyen de dislocations émises par marche

Nous reprenons les relations 3.5 et 3.8 afin d'obtenir une relation 3.16 entre nombre moyen de dislocations $\overline{N_{S_i}}$ émises selon un système $S_i$ et l'espace inter-bande moyen $\overline{s_{S_i}}$. Pour simplifier la notation, nous utilisons le facteur $K^N_{S_i}$, constitué des valeurs issues de la simulation numériques et de valeurs obtenues par traitement des données d'orientation crystalographique du grain étudié.

$$\overline{N_{S_i}} = \frac{\overline{h_{S_i}}}{\left|\overrightarrow{b_{S_i}}.\overrightarrow{z}\right|} = \frac{\gamma^{proj}_{S_i}\,\overline{s_{S_i}}}{\left|\overrightarrow{b_{S_i}}.\overrightarrow{z}\right|} = K^N_{S_i}\overline{s_{S_i}} \quad avec\ K^N_{S_i} = \frac{\gamma^{proj}_{S_i}}{\left|\overrightarrow{b_{S_i}}.\overrightarrow{z}\right|} \tag{3.16}$$

Le nombre moyen de dislocations émises sur un plan $P_{exp}$, $\overline{N_{P_{exp}}}$, est égal à la somme des nombres de dislocations émises selon chaque système de glissement contenus dans ce plan : en utilisant la relation 3.10, nous en tirons la relation finale entre $\overline{N_{P_{exp}}}$ et $\overline{s_{P_{exp}}}$, en faisant intervenir un nouveau facteur, $K^N_{P_{exp}}$.

$$\overline{N_{P_{exp}}} = \sum_{S\in P_{exp}} \overline{N_S} = \sum_{S\in P_{exp}} K_{S_i}\overline{s_{S_i}} = K^N_{P_{exp}}\overline{s_{P_{exp}}} \quad avec\ K^N_{P_{exp}} = \sum_{S\in P_{exp}} K^N_S \tag{3.17}$$

#### 3.3.4.2 Calcul de l'espacement inter-plan moyen

La formule permettant, pour chaque plan $P_i$, de projeter l'espacement inter-bande moyen $\overline{s_{P_i}}$ en espacement inter-plan moyen $\overline{e_{P_i}}$ est donnée à la relation 3.18 et illustrée à la figure 3.7.

$$\overline{e_{P_i}} = \overline{s_{P_i}}\ |\overrightarrow{n_{P_i}} \wedge \overrightarrow{z}| \tag{3.18}$$

Cette relation est valable pour tout plan émergeant à la surface de l'échantillon. La relation 3.19 donne l'équation correspondante pour le plan $P_{exp}$, et permet de définir un nouveau facteur $K^e_{P_{exp}}$ afin d'alléger la notation.

$$\overline{e_{P_{exp}}} = \overline{s_{P_{exp}}}\ \left|\overrightarrow{n_{P_{exp}}} \wedge \overrightarrow{z}\right| = \overline{s_{P_{exp}}}\,K^e_{P_{exp}} \tag{3.19}$$

### 3.3.5 Conclusions et remarque

Nous avons établi les relations de projection des résultats AFM permettant d'analyser le développement de la plasticité grâce à des quantités exprimées à l'échelle des plans de glissement : le nombre moyen de dislocations émises et l'espacement inter-plan.

Dans ces relations, nous voyons que seul l'espacement inter-bande, $\overline{s_{P_{exp}}}$ est utilisé, combiné à des valeurs provenant du traitement des données cristallographiques et du calcul numérique. La hauteur des marches, $\overline{h_{P_{exp}}}$ est toutefois

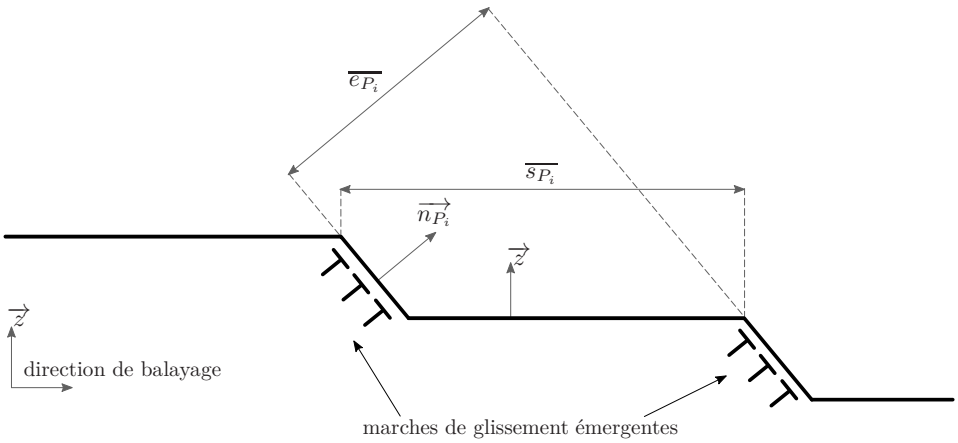



FIGURE 3.7 – Projection de l'espace inter-bande moyen (mesuré par AFM) $\overline{s_{P_i}}$ en espace inter-plan moyen $\overline{e_{P_i}}$.

implicitement présente dans ces relations, car elle nécessite qu'une condition reliant $\overline{h_{P_{exp}}}$, $\overline{s_{P_{exp}}}$ et $\gamma_{Pexp}$ soit vérifiée (relation 3.11).

Ceci nous amène à un point important : cette condition n'est pas strictement vérifiée (erreurs dans les résultats numériques et les mesures AFM). En pratique, nous utilisons ainsi la relation 3.14 pour prédire le plan $P_{exp}$ à considérer pour le traitement des résultats AFM. Les relations finales 3.17 et 3.19 sont toutefois basées sur la condition « sans erreur » (c'est à dire la relation 3.11) : cette erreur se répercutera donc sur les valeurs $\overline{N_{P_{exp}}}$ et $\overline{e_{P_{exp}}}$ lors de l'exploitation des résultats. Nous mentionnerons ainsi, lors des traitements, l'erreur $err_{P_{exp}}$ correspondante.

## 3.4 Résultats : effet de l'hydrogène sur le glissement intragranulaire

Dans cette section, nous appliquons la méthode proposée aux observations expérimentales de Magalie Ménard [Mé04]. Deux agrégats ont été repris, nous les nommerons *epNH* (non chargé en hydrogène) et *epH* (concentration moyenne de 135 wt·ppm en hydrogène). La préparation des agrégats et les essais mécaniques de ces travaux sont décrits au chapitre 1. Nous décrirons les essais numériques réalisés puis nous traiterons les données obtenues et présenterons les résultats de ce traitement.

### 3.4.1 Méthodologie

#### 3.4.1.1 Traitements des données cristallographiques

Les coordonnées des vecteurs de Burgers des différents systèmes et des normales aux différents plans sont calculées, pour chaque grain, dans le repère de l'agrégat, à partir des coordonnées correspondantes dans le repère du grain (voir tableau 3.1) et de la matrice d'Euler.

Les angles d'Euler $(\psi, \theta, \phi)$ définissent l'orientation cristallographique du grain, à partir d'un repère global. La matrice d'Euler est la matrice de passage du repère d'un grain au repère global de l'agrégat (équation 3.20).

$$[M_{gr\to ag}] = \begin{bmatrix} M_{11} & M_{12} & M_{13} \\ M_{21} & M_{22} & M_{23} \\ M_{31} & M_{32} & M_{33} \end{bmatrix} \quad Avec : \begin{array}{rcl} M_{11} &=& cos(\phi)cos(\psi) - sin(\psi)cos(\theta)sin(\phi) \\ M_{12} &=& -sin(\phi)cos(\psi) - sin(\psi)cos(\theta)cos(\phi) \\ M_{13} &=& sin(\theta)sin(\psi) \\ M_{21} &=& cos(\phi)sin(\psi) + sin(\phi)cos(\theta)cos(\psi) \\ M_{22} &=& -sin(\phi)sin(\psi) + cos(\phi)cos(\theta)cos(\psi) \\ M_{23} &=& -sin(\theta)cos(\psi) \\ M_{31} &=& sin(\phi)sin(\theta) \\ M_{32} &=& cos(\phi)sin(\theta) \\ M_{33} &=& cos(\theta) \end{array} \tag{3.20}$$

Pour chaque grain, les vecteurs $\overrightarrow{b_{S_i}}$ et $\overrightarrow{n_{P_i}}$ sont exprimés dans le repère de l'agrégat grâce à la matrice d'Euler, permettant alors le calcul des valeurs $\gamma_{S_i}^{proj}$ et des angles des bandes de glissement $\alpha_{P_i}$ (voir section 3.3.3.2) : les coordonnées des vecteurs dans le repère global de l'agrégat, $\overrightarrow{x_{ag}}$, sont ainsi obtenus à partir des coordonnées des vecteurs dans le repère local du grain, $\overrightarrow{x_{gr}}$ (équation 3.21).

$$\overrightarrow{x_{ag}} = [M_{gr\to ag}]\,\overrightarrow{x_{gr}} \tag{3.21}$$

#### 3.4.1.2 Organisation finale de la méthode proposée

La figure 3.8 présente le couplage final, avec lequel les mesures AFM sont analysées grâce aux traitements numériques. Le couplage expérimental-numérique se situe à deux étapes :

- Afin de pouvoir comparer les différents résultats à un niveau de déformation plastique équivalent, nous avons choisi d'utiliser le glissement cumulé sur le plan $P_{exp}$ (si la prédiction du plan, présentée à la section 3.3.3.2, s'est avérée juste), $\gamma_{P_{exp}}$ [3] (relation 3.22) et non le glissement cumulé équivalent qui traduit la plasticité sur l'intégralité des systèmes.
- Les facteurs $K_{P_{exp}}^{N}$ et $K_{P_{exp}}^{e}$, calculés numériquement, sont utilisés pour projeter les résultats expérimentaux, $\overline{h_{AFM}}$ et $\overline{s_{AFM}}$ en nombre moyen de dislocations émises, $\overline{N_{P_{exp}}}$ et espacement inter-plan $\overline{e_{P_{exp}}}$.

$$\gamma_{P_{exp}} = \sum_{S\in P_{exp}} \gamma_S \tag{3.22}$$

### 3.4.2 Modélisation des agrégats et conditions limites

Les parties utiles polycristallines des agrégats ont été modélisées en quasi-2D (3D extrudée) à partir de la cartographie EBSD d'une de leur surface principale (voir la section 2.4.2.1 de ce mémoire pour une description du procédé). Les caractéristiques des maillages correspondant à ces agrégats sont données au tableau 3.2. Les modèles

3. Cette valeur ne doit pas être confondue avec la valeur $\gamma_{P_{exp}}^{proj}$ définie à la section 3.11, car elle ne fait intervenir aucune projection.

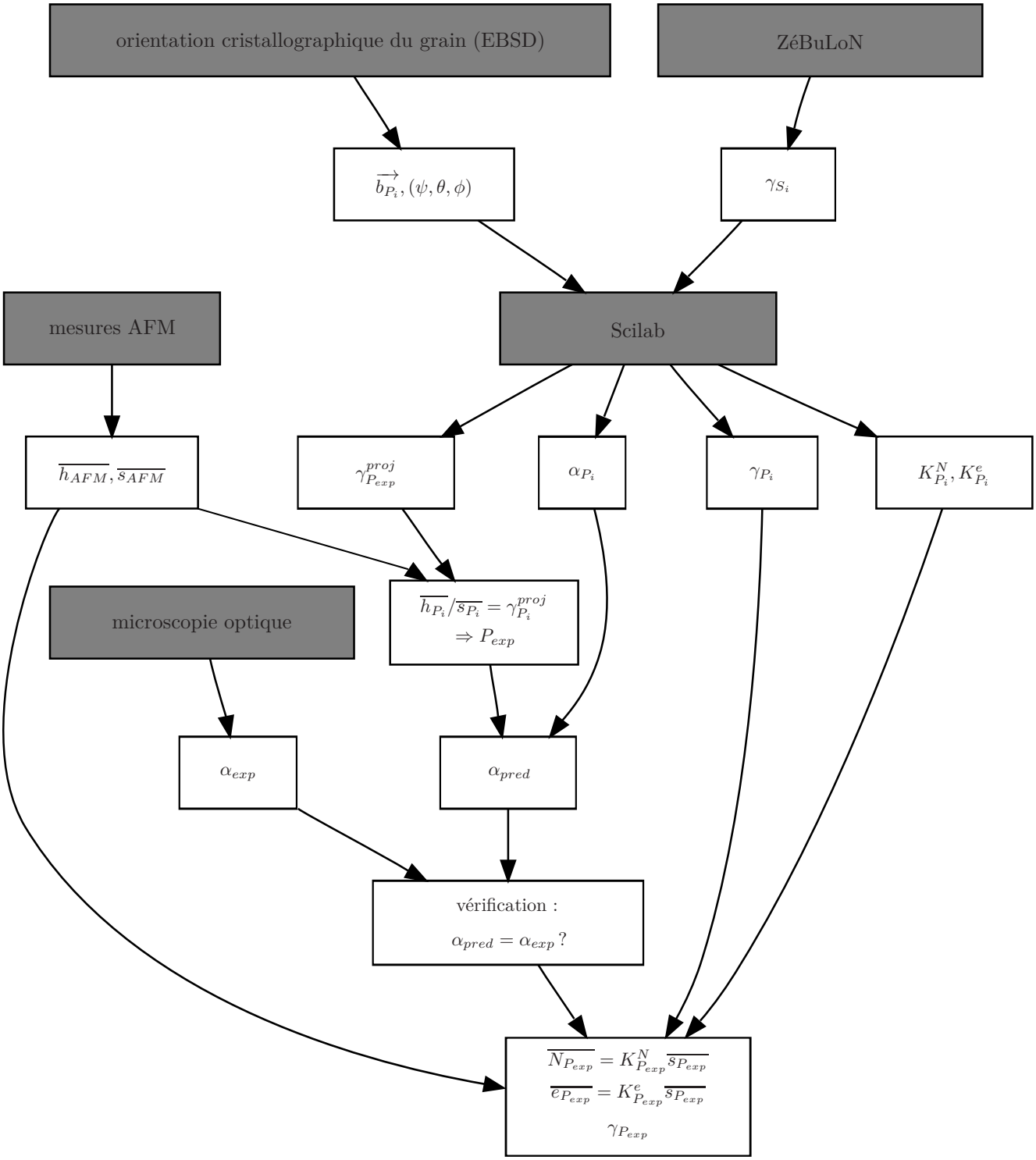
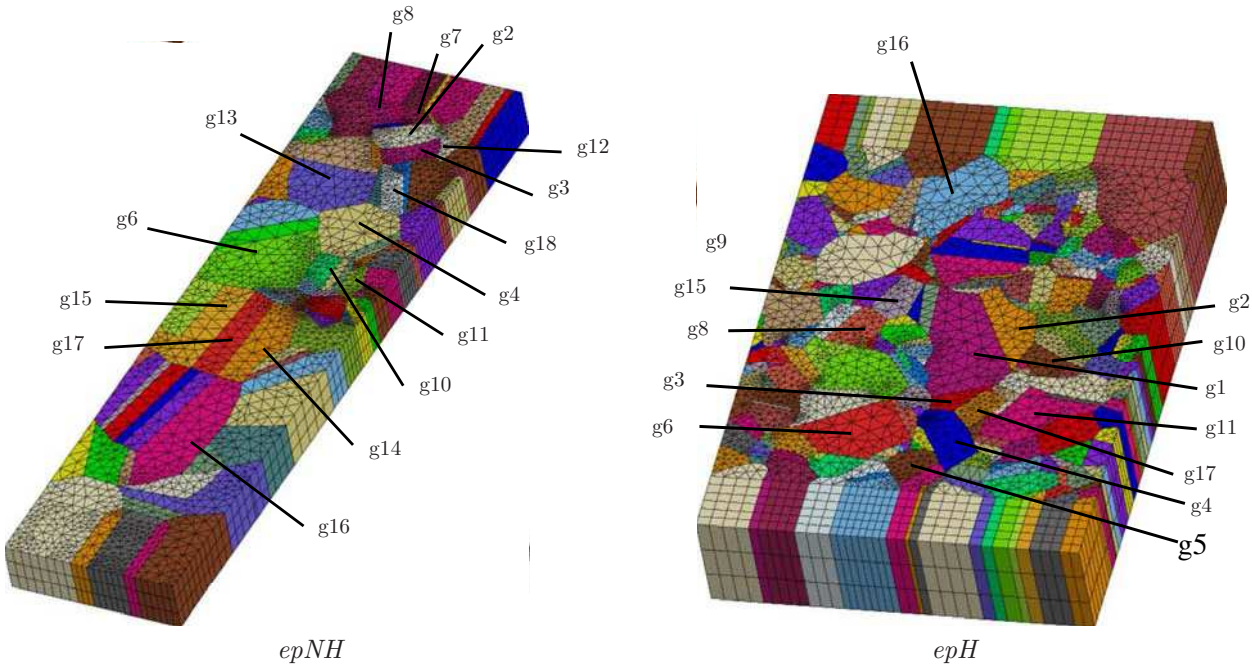



FIGURE 3.8 – Couplage final des traitements numériques et des mesures AFM, réalisé pour chaque grain étudié.

numériques correspondants sont présentés à la figure 3.9.

| | type d'éléments | nbr. grains | nbr. ddl | nbr. moy. pt. intég. par grain |
|---|---|---|---|---|
| *epNH* | prisme quadratique (*c3d15*) | 98 | 146238 | 1224 |
| *epH* | prisme quadratique (*c3d15*) | 271 | 186225 | 548 |

TABLE 3.2 – Caractéristiques des maillages de l'agrégat *epNH* et de l'agrégat *epH*




*epNH* *epH*

FIGURE 3.9 – Modèles numériques de l'agrégat *epNH* et de l'agrégat *epH*. Les grains observés sont indiqués sur le modèle.

Les conditions limites sont présentées à la figure 3.10 : elles correspondent à un essai de traction uniaxiale, la vitesse de déformation axiale est de $10^{-3}\,\mathrm{s}^{-1}$ et la déformation axiale finale est fixée pour chaque agrégat à la déformation axiale mesurée expérimentalement (3.03 % pour l'agrégat *epNH*, 3.34 % pour l'agrégat *epH*).

Le modèle de comportement du matériau est composé d'une partie élastique linéaire isotrope et d'une partie visco-plastique avec écrouissage isotrope (modèle de plasticité cristalline, présenté au chapitre 2). Les paramètres sont obtenus par optimisation du comportement polycristallin à partir de la courbe de traction macroscopique de l'agrégat *epNH* (voir figure 3.11). Les paramètres sont les suivants :

- paramètres d'élasticité : $E = 189000MPa$, $\mu = 0.26$
- paramètres d'écoulement visco-plastique : $K = 50MPa.s^{-1/n}$, $n = 25$
- paramètres d'écrouissage : $R0 = 22.64MPa$, $Q = 62.07MPa$, $b = 1.16$
- matrice d'interaction décrivant l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent : $h_{ij} = 1$

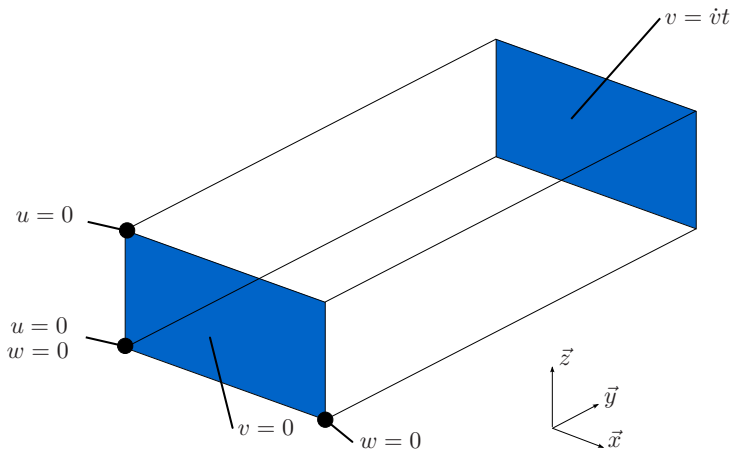



FIGURE 3.10 – Conditions limites appliquées.

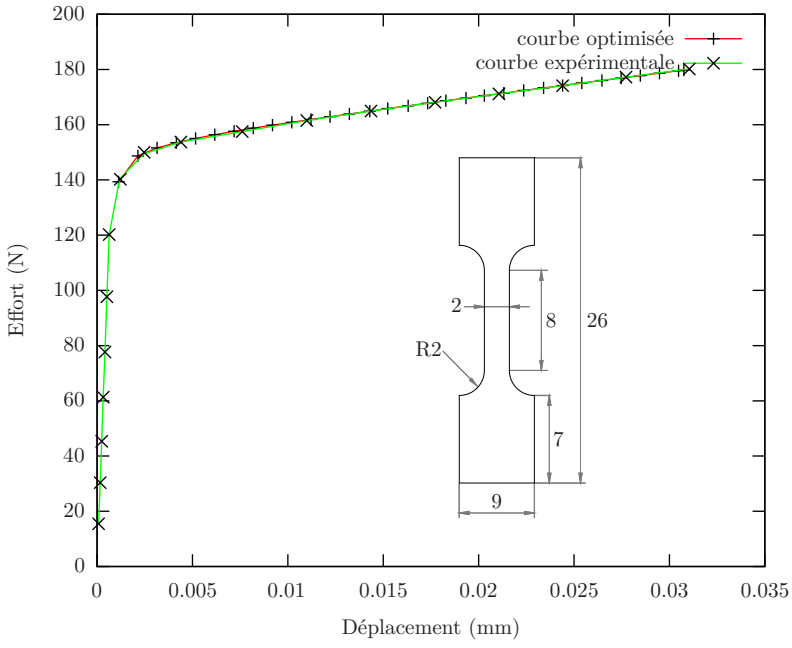



FIGURE 3.11 – Courbe de traction de l'agrégat *epNH* et résultat de l'optimisation. Géométrie utilisée.

### 3.4.3 Traitements des résultats

Les résultats de la simulation numérique (les figures 3.12 et 3.13 présentent les résultats en glissement cumulé équivalent) sont traités afin d'obtenir les différents facteurs présentés à la section 3.3. Les valeurs numériques utilisées sont les moyennes des glissements sur chaque système de glissement, moyennées au cœur et en surface des grains étudiés.

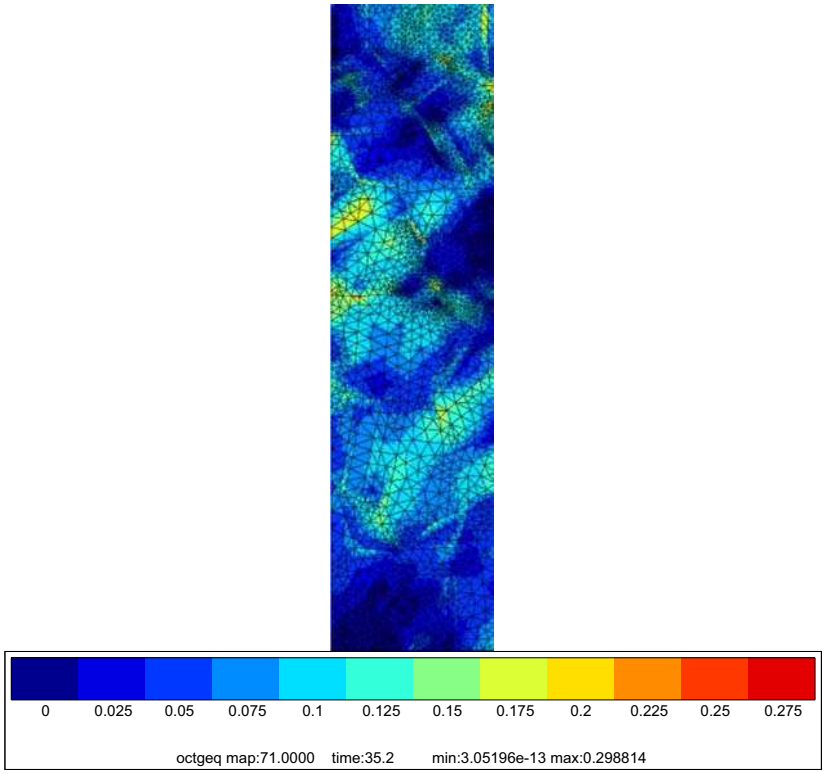



FIGURE 3.12 – Glissement cumulé équivalent développé dans l'agrégat *epNH* (à 3.03 %).

#### 3.4.3.1 Prédiction du plan $P_{exp}$

Les tableaux 3.3 et 3.4 présentent les données utilisées pour prédire le plan observé par AFM, $P_{exp}$ (voir section 3.3.3.1). Nous calculons donc, pour chaque grain étudié :

- la valeur $\gamma_{exp}$ (correspondant au rapport des valeurs expérimentales, $\overline{h_{AFM}}/\overline{s_{AFM}}$, voir 3.12) ;
- les valeurs $\gamma_{P_i}^{proj}$ pour chacun des plans (voir équation 3.11) ;
- le plan $P_{pred}$, correspondant au plan $P_i$ dont la valeur $\gamma_{P_i}^{proj}$ est la plus proche de la valeur $\gamma_{exp}$ ;
- l'erreur correspondante, notée $err_{P_{pred}}$ (voir relation 3.14).

Dans la section suivante, le plan $P_{pred}$ sera comparé au plan $P_{exp}$ afin de juger de la pertinence de la prédiction de la méthode proposée. Nous pouvons, avant cela, remarquer que les erreurs observées sont relativement importantes : 45% en moyenne pour les deux agrégats. Dans le cas de l'agrégat *epNH*, les valeurs $\gamma_{P_{pred}}^{proj}$ sont toujours supérieures aux

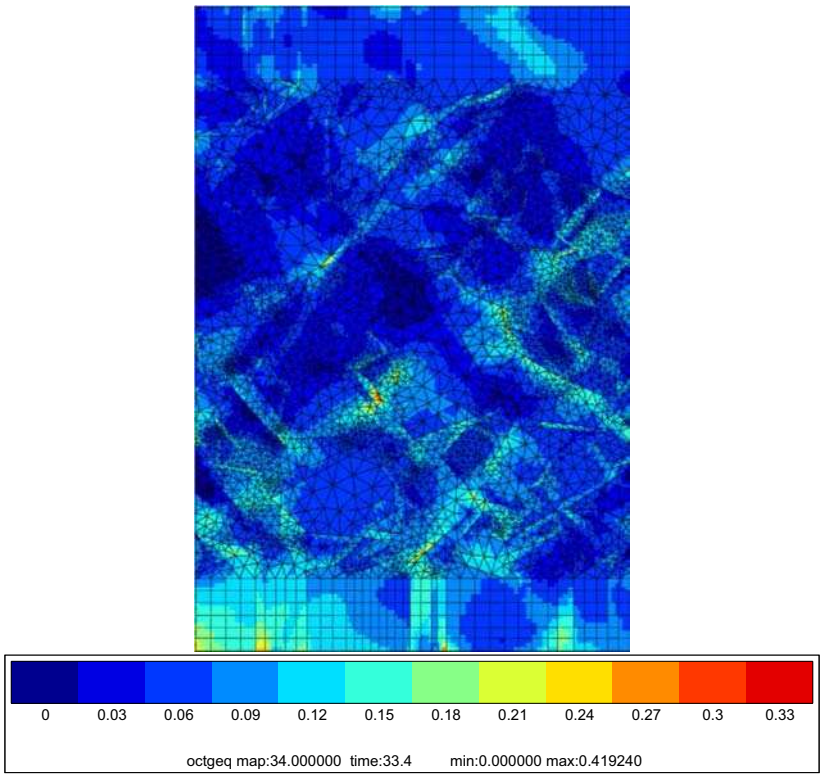



FIGURE 3.13 – Glissement cumulé équivalent développé dans l'agrégat *epH* (à 3.34 %).

| grain | $\overline{h_{AFM}}$ | $\overline{s_{AFM}}$ | $\gamma_{exp}$ | $\gamma_{P_1}^{proj}$ | $\gamma_{P_2}^{proj}$ | $\gamma_{P_3}^{proj}$ | $\gamma_{P_4}^{proj}$ | $P_{pred}$ | $err_{P_{pred}}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g03 | 11.78 | 1.67 | 7.05e-3 | 5.41e-4 | 1.67e-6 | 3.69e-5 | 1.57e-3 | 4 | 77.8% |
| g04 | 8.65 | 1.06 | 8.16e-3 | 7.75e-4 | 9.96e-7 | 4.66e-3 | 1.78e-3 | 3 | 43.0% |
| g06 | 20.75 | 1.69 | 1.22e-2 | 1.43e-6 | 4.66e-6 | 4.21e-3 | 1.08e-2 | 4 | 11.5% |
| g07 | 18.61 | 3.27 | 5.69e-3 | 1.43e-5 | 7.90e-8 | 1.32e-2 | 6.48e-5 | 4 | 98.9% |
| g08 | 5.24 | 1.68 | 3.12e-3 | 9.84e-6 | 8.62e-6 | 8.15e-3 | 3.17e-3 | 4 | -1.5% |
| g10 | 8.66 | 2.97 | 2.92e-3 | 9.59e-5 | 5.79e-5 | 9.33e-4 | 8.53e-6 | 3 | 68.0% |
| g11 | 7.6 | 3.39 | 2.24e-3 | 7.91e-10 | 6.84e-5 | 1.91e-3 | 1.35e-4 | 3 | 14.7% |
| g12 | 5.87 | 0.94 | 6.21e-3 | 5.00e-5 | 2.95e-4 | 1.54e-2 | 5.47e-3 | 4 | 11.8% |
| g13 | 14.23 | 3.24 | 4.39e-3 | 5.78e-7 | 3.11e-4 | 1.19e-4 | 1.10e-3 | 4 | 75.0% |
| g14 | 24.64 | 1.5 | 1.64e-2 | 1.85e-5 | 1.26e-2 | 7.52e-4 | 2.91e-5 | 2 | 23.1% |
| g15 | 41.89 | 3.28 | 3.12e-3 | 6.43e-5 | 9.33e-4 | 1.14e-3 | 5.60e-6 | 3 | 63.4% |
| g16 | 49.43 | 1.6 | 3.09e-2 | 1.68e-8 | 1.66e-2 | 6.42e-4 | 7.94e-6 | 2 | 46.1% |
| g17 | 29.29 | 1.18 | 2.48e-2 | 1.95e-5 | 6.09e-4 | 7.89e-3 | 3.87e-4 | 3 | 68.2% |

TABLE 3.3 – Calcul de $\gamma_{exp}$ et des valeurs $\gamma_{P_i}^{proj}$ pour déduire le plan $P_{pred}$, pour l'agrégat *epNH*.

| grain | $\overline{h_{AFM}}$ | $\overline{s_{AFM}}$ | $\gamma_{exp}$ | $\gamma_{P_1}^{proj}$ | $\gamma_{P_2}^{proj}$ | $\gamma_{P_3}^{proj}$ | $\gamma_{P_4}^{proj}$ | $P_{pred}$ | $err_{P_{pred}}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g01 | 37.25 | 1.82 | 2.05e-2 | 5.15e-3 | 1.15e-6 | 4.51e-5 | 4.79e-3 | 1 | 74.8% |
| g02 | 58.81 | 2.85 | 2.06e-2 | 2.18e-4 | 3.23e-6 | 4.11e-3 | 1.28e-2 | 4 | 37.9% |
| g03 | 16.58 | 2.12 | 7.82e-3 | 1.07e-3 | 5.28e-5 | 1.43e-3 | 1.65e-2 | 3 | 81.7% |
| g04 | 44.2 | 8.54 | 5.18e-3 | 2.18e-4 | 5.23e-3 | 2.06e-4 | 6.44e-3 | 2 | -1.1% |
| g05 | 32.17 | 6.76 | 4.76e-3 | 4.85e-3 | 6.07e-3 | 4.06e-4 | 8.91e-4 | 1 | -2.0% |
| g06 | 37.95 | 4.07 | 9.32e-3 | 4.96e-4 | 6.09e-4 | 1.19e-8 | 4.87e-3 | 4 | 47.8% |
| g08 | 34.36 | 6.4 | 5.37e-3 | 3.45e-3 | 1.39e-6 | 3.74e-5 | 4.90e-3 | 4 | 8.8% |
| g09 | 29.15 | 1.6 | 1.82e-2 | 4.11e-6 | 2.67e-5 | 1.79e-5 | 2.67e-3 | 4 | 85.3% |
| g10 | 14.13 | 1.79 | 7.89e-3 | 1.82e-3 | 1.30e-5 | 3.87e-5 | 8.52e-3 | 4 | -8.0% |
| g11 | 20.62 | 11.3 | 1.82e-3 | 1.06e-7 | 7.09e-4 | 5.24e-3 | 9.95e-4 | 4 | 45.5% |
| g15 | 16.01 | 5.16 | 3.12e-3 | 6.40e-6 | 4.71e-3 | 4.12e-3 | 3.95e-4 | 3 | -32.0% |
| g16 | 32.57 | 5.3 | 6.15e-3 | 5.76e-11 | 2.82e-7 | 1.06e-2 | 1.35e-3 | 3 | -73.0% |
| g17 | 28.77 | 4.56 | 6.31e-3 | 1.44e-5 | 1.46e-2 | 9.85e-4 | 1.70e-4 | 3 | 84.4% |

TABLE 3.4 – Calcul de $\gamma_{exp}$ et des valeurs $\gamma_{P_i}^{proj}$ pour déduire le plan $P_{pred}$, pour l'agrégat *epH*.

valeurs $\gamma_{exp}$ correspondantes, ce qui pourrait s'expliquer par une surestimation de la déformation finale appliquée au modèle numérique. Le niveau d'erreur correspond toutefois à ce qu'a pu observer Éva Héripré [Hé06] en comparant aux résultats expérimentaux les résultats obtenus avec des conditions aux limites homogènes (des conditions aux limites « expérimentales » améliorant nettement la précision des résultats). De plus, nous avons remarqué au chapitre 2 qu'une représentation plus précise de la microstructure (modélisation 3D « vraie » au lieu de 3D extrudée) permettait une amélioration de la précision des résultats.

#### 3.4.3.2 Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ : comparaison au plan $P_{exp}$

Nous appliquons la démarche proposée à la section 3.3.3.2 : les tableaux 3.5 et 3.6 présentent les résultats pour l'agrégat *epNH* et l'agrégat *epH*. Sont indiqués, pour chaque grain étudié :

- les angles des traces calculés pour chacun des plans de glissement : $\alpha_{P_1}$, $\alpha_{P_2}$, $\alpha_{P_3}$, $\alpha_{P_4}$ ;
- l'angle des traces observées sur la microphotographie de l'agrégat [4] : $\alpha_{exp}$ ;
- l'indice du plan correspondant à l'angle mesuré : $P_{exp}$ ;
- l'indice du plan prédit par le calcul numérique : $P_{pred}$.

Les prédictions des angles des bandes de glissement pour l'ensemble des grains observés se sont avérées exactes dans 10 cas sur 13 pour l'agrégat *epNH*, et 7 cas sur 13 pour l'agrégat *epH*. Malgré les erreurs entre $\gamma_{P_{pred}}^{proj}$ et $\gamma_{exp}$ constatées pour l'agrégat *epNH*, la pertinence de la prédiction de plan $P_{pred}$ est très satisfaisante. Pour l'agrégat *epH*, la qualité de la prédiction est moindre (environ un grain sur deux a une prédiction correcte).

4. Ces angles ont été mesurés après déformation de l'agrégat : ceci explique le manque de précision qui peut être observé pour les résultats de certains grains. Le but de la mesure de cet angle étant seulement de déterminer l'indice du plan observé (parmi les quatre plans possibles), ce manque de précision n'est toutefois pas gênant.

| grain | $\alpha_{P_1}$ | $\alpha_{P_2}$ | $\alpha_{P_3}$ | $\alpha_{P_4}$ | $\alpha_{exp}$ | $P_{exp}$ | $P_{exp}$ | $P_{exp} = P_{exp}$ ? |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g03 | 71° | 10° | 53° | −60° | 68° | 1 | 4 | FAUX |
| g04 | −45° | 25° | 38° | −63° | 42° | 3 | 3 | VRAI |
| g06 | −28° | 27° | 48° | −58° | −50° | 4 | 4 | VRAI |
| g07 | −17° | 18° | 51° | −57° | −54° | 4 | 4 | VRAI |
| g08 | −17° | 18° | 51° | −57° | −50° | 4 | 4 | VRAI |
| g10 | 30° | −9° | 55° | −80° | 62° | 3 | 3 | VRAI |
| g11 | 10° | −9° | 60° | −79° | 65° | 3 | 3 | VRAI |
| g12 | −70° | −8° | 59° | −63° | −58° | 4 | 4 | VRAI |
| g13 | 10° | 48° | 90° | −19° | 48° | 2 | 4 | FAUX |
| g14 | −32° | 64° | −82° | −9° | −82° | 3 | 2 | FAUX |
| g15 | −32° | 64° | −82° | −9° | −82° | 3 | 3 | VRAI |
| g16 | −17° | 64° | −87° | −11° | 88° | 2 | 2 | VRAI |
| g17 | 46° | −9° | 48° | −76° | 40° | 3 | 3 | VRAI |

TABLE 3.5 – Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ pour l'agrégat *epNH* : comparaison avec la valeur $P_{exp}$.

| grain | $\alpha_{P_1}$ | $\alpha_{P_2}$ | $\alpha_{P_3}$ | $\alpha_{P_4}$ | $\alpha_{exp}$ | $P_{exp}$ | $P_{exp}$ | $P_{exp} = P_{exp}$ ? |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g01 | 72° | 3° | 20° | −68° | 69° | 1 | 1 | VRAI |
| g02 | 19° | −3° | 60° | −50° | −45° | 4 | 4 | VRAI |
| g03 | −32° | 20° | 39° | −69° | −29° | 1 | 3 | FAUX |
| g04 | −77° | 31° | 75° | −40° | 82° | 3 | 2 | FAUX |
| g05 | 84° | 43° | −52° | −28° | 85° | 1 | 1 | VRAI |
| g06 | −71° | 30° | 10° | −65° | −55° | 4 | 4 | VRAI |
| g08 | 62° | −4° | 74° | −30° | 69° | 3 | 4 | FAUX |
| g09 | −52° | 14° | 79° | −42° | −40° | 4 | 4 | VRAI |
| g10 | 51° | −2° | 77° | −29° | 57° | 1 | 4 | FAUX |
| g11 | −13° | −28° | 40° | 82° | 47° | 3 | 4 | FAUX |
| g15 | −53° | 43° | −88° | −25° | 45° | 2 | 3 | FAUX |
| g16 | 3° | −33° | 54° | −59° | 55° | 3 | 3 | VRAI |
| g17 | −34° | 58° | 68° | −24° | 72° | 3 | 3 | VRAI |

TABLE 3.6 – Vérification de la prédiction du plan $P_{pred}$ pour l'agrégat *epH* : comparaison avec la valeur $P_{exp}$.

Dans la prochaine partie, nous ne garderons que les grains dont la prédiction du plan $P_{exp}$ a été correcte. Nous projetterons les valeurs mesurées par AFM pour obtenir le nombre moyen de dislocations émises par marche et l'espacement inter-plan moyen.

#### 3.4.3.3 Calcul des nombres moyens de dislocations et des espacements inter-plan moyens.

Les tableaux 3.7 et 3.8 présentent les différentes valeurs utilisées pour le couplage final des résultats numériques et expérimentaux :

- $\overline{h_{P_{exp}}}$ et $\overline{s_{P_{exp}}}$, les moyennes de la hauteur de marche et de l'espacement inter-bande mesurés par AFM ;
- $K^N_{P_{exp}}$ et $K^e_{P_{exp}}$, facteurs permettant d'obtenir, à partir de $\overline{h_{P_{exp}}}$ et $\overline{s_{P_{exp}}}$, le nombre moyen de dislocations par marche $\overline{N_{P_{exp}}}$ et l'espace inter-plan moyen $\overline{e_{P_{exp}}}$ (voir équations 3.17 et 3.19) ;
- $\gamma_{P_{exp}}$, le glissement cumulé sur le plan $P_{exp}$ (voir équation 3.22).

| grain | $\overline{h_{AFM}}$ $(nm)$ | $\overline{s_{AFM}}$ $(\mu m)$ | $K^N_{P_{exp}}$ | $\overline{N_{P_{exp}}}$ | $K^e_{P_{exp}}$ | $\overline{e_{P_{exp}}}$ $(\mu m)$ | $\gamma_{P_{exp}}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g04 | 8.65 | 1.06 | 1.18e-1 | 125 | 9.25e-1 | 0.98 | 7.82e-2 |
| g06 | 20.75 | 1.69 | 1.21e-1 | 206 | 9.35e-1 | 1.59 | 7.69e-2 |
| g07 | 18.61 | 3.27 | 5.51e-4 | 2 | 9.70e-1 | 3.17 | 3.07e-4 |
| g08 | 5.24 | 1.68 | 2.65e-2 | 45 | 9.71e-1 | 1.63 | 1.48e-2 |
| g10 | 8.66 | 2.97 | 7.22e-3 | 21 | 6.86e-1 | 2.04 | 4.32e-2 |
| g11 | 7.6 | 3.39 | 1.75e-2 | 59 | 7.96e-1 | 2.70 | 2.66e-2 |
| g12 | 5.87 | 0.94 | 3.22e-2 | 30 | 8.30e-1 | 0.78 | 3.60e-2 |
| g15 | 41.89 | 3.28 | 6.29e-3 | 21 | 7.20e-1 | 2.36 | 6.15e-2 |
| g16 | 49.43 | 1.6 | 1.30e-1 | 208 | 8.73e-1 | 1.40 | 1.10e-1 |
| g17 | 29.29 | 1.18 | 5.10e-2 | 60 | 8.27e-1 | 0.98 | 5.82e-2 |

TABLE 3.7 – Traitement final des résultats pour l'agrégat *epNH*

| grain | $\overline{h_{AFM}}$ $(nm)$ | $\overline{s_{AFM}}$ $(\mu m)$ | $K^N_{P_{exp}}$ | $\overline{N_{P_{exp}}}$ | $K^e_{P_{exp}}$ | $\overline{e_{P_{exp}}}$ $(\mu m)$ | $\gamma_{P_{exp}}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| g01 | 37.25 | 1.82 | 3.17e-2 | 58 | 7.91e-1 | 1.44 | 5.06e-2 |
| g02 | 58.81 | 2.85 | 9.64e-2 | 275 | 9.79e-1 | 2.79 | 5.24e-2 |
| g05 | 32.17 | 6.76 | 2.74e-2 | 185 | 7.70e-1 | 5.21 | 5.76e-2 |
| g06 | 37.95 | 4.07 | 3.65e-2 | 149 | 6.45e-1 | 2.62 | 7.08e-2 |
| g09 | 29.15 | 1.6 | 6.81e-2 | 109 | 8.81e-1 | 1.41 | 5.53e-2 |
| g16 | 32.57 | 5.3 | 8.23e-2 | 436 | 9.43e-1 | 5.00 | 5.05e-2 |
| g17 | 28.77 | 4.56 | 5.68e-3 | 26 | 7.49e-1 | 3.42 | 1.76e-2 |

TABLE 3.8 – Traitement final des résultats pour l'agrégat *epH*

La figure 3.14 présente, pour chaque grain de chaque agrégat, les valeurs de $\overline{N_{P_{exp}}}$ en correspondance avec le glissement cumulé développé sur le plan correspondant $\gamma_{P_{exp}}$. Nous pouvons remarquer une tendance à l'augmentation du nombre moyen de dislocations émises par marche pour l'agrégat *epH* (agrégat chargé en hydrogène).

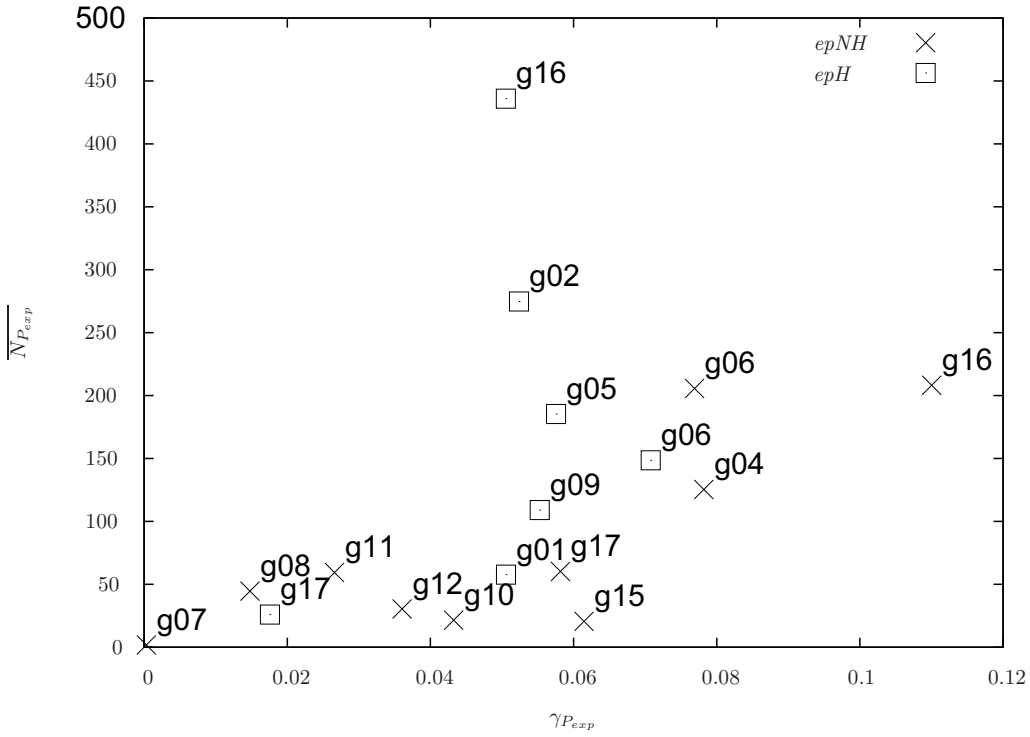



FIGURE 3.14 – Nombre moyen de dislocations émises par plan de glissement en fonction de la moyenne du glissement plastique développé sur le plan correspondant, pour chaque grain de l'étude, pour l'éprouvette hydrogénée (*epH*) et l'éprouvette non-hydrogénée (*epNH*).

La figure 3.15 présente, pour chaque grain, les valeurs de $\overline{e_{P_{exp}}}$ en correspondance avec le glissement cumulé développé sur le plan correspondant, $\gamma_{P_{exp}}$. Une augmentation de l'espacement inter-plan moyen pour l'agrégat chargé en hydrogène est elle aussi visible.

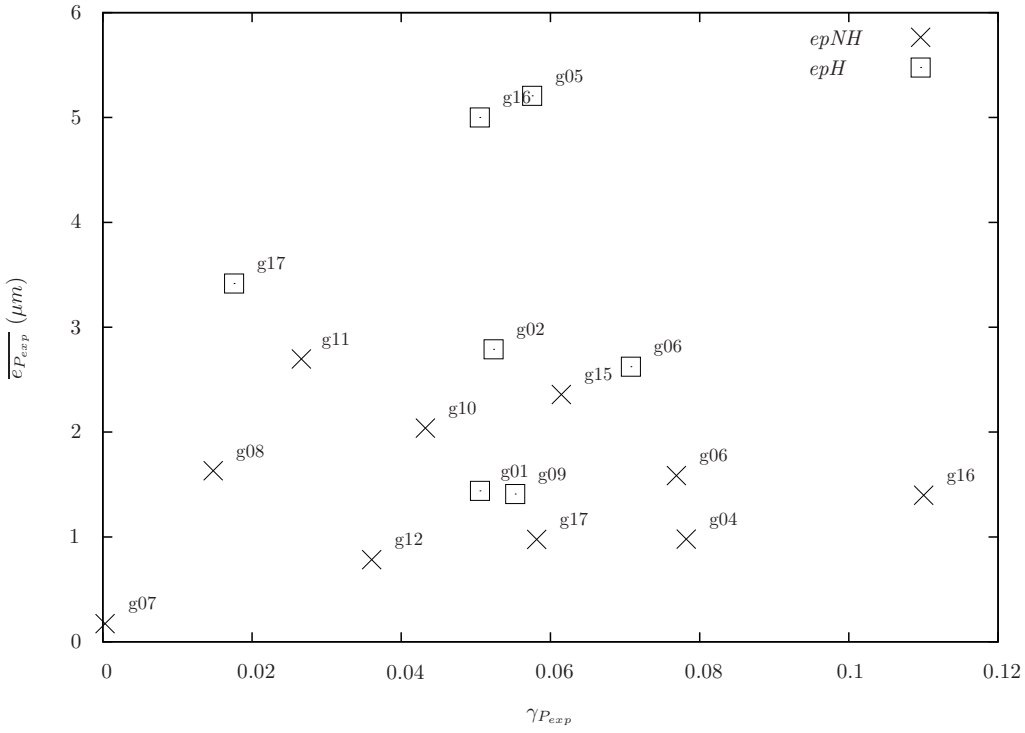



FIGURE 3.15 – Espace inter-plan moyen en fonction de la moyenne du glissement plastique cumulé sur le plan correspondant, pour chaque grain de l'étude, pour l'éprouvette hydrogénée (*epH*) et l'éprouvette non-hydrogénée (*epNH*).

Pour un même glissement plastique ($\gamma_{P_{exp}} \simeq 0.06$) on constate que quatre grains hydrogénés (grain 2, 5, 6 et 16) présentent à la fois un nombre moyen de dislocations plus important et des espaces inter-plan plus larges que les grains non-hydrogénés ayant subi le même glissement (grains 10, 15 et 17).

En comparaison avec le grain 17, le nombre moyen de dislocations est multiplié par 2 au minimum et par 8 au maximum et l'espace inter-plan moyen est multiplié par 2.6 au minimum et 5.3 au maximum pour les grains hydrogénés (grain 2, 5, 6 et 16). Cet ordre de grandeur est comparable aux observation de Katz lors de l'essai de nanorayure [KTG01].

Par rapport à l'étude statistique moyenne par polycristal, l'étude locale a donc permis de dégager quelques grains pour lesquels l'effet de l'hydrogène est particulièrement marqué.

## 3.5 Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre, une méthode de couplage entre résultats expérimentaux (mesures AFM) et résultats numériques (simulations par éléments finis grâce au modèle de plasticité cristalline) a été proposée. L'objectif principal est de permettre une interprétation plus fine des résultats expérimentaux :

- La mesure de la hauteur d'une marche de glissement représente une projection du glissement d'un plan, composé des glissements selon les différents systèmes de glissement concernés (3 systèmes par plan dans le cas des CFC). La méthode proposée permet, pour chaque grain, de remonter au nombre moyen de dislocations émises par marche à partir de la hauteur moyenne de marche.
- La mesure de l'espacement des bandes de glissement représente une projection de l'espacement des plans de glissement. La connaissance du plan activé permet de projeter l'espacement moyen des bandes de glissement sur la normale au plan de glissement, et donc d'obtenir l'espacement moyen des plans de glissement.
- L'interprétation finale des résultats est ensuite réalisée en mettant en correspondance les résultats obtenus avec les valeurs numériques : les nombres moyens de dislocations et espacements moyens des plans de glissement sont comparés d'un grain à l'autre et d'un agrégat à l'autre pour un même niveau de glissement plastique sur le plan observé par AFM.

Une utilisation plus poussée du modèle est proposée. En effet, la formulation présentée permet de prédire le type de plan qui sera observé expérimentalement et donc l'angle des traces observées à la surface des différents grains. Il est observé une bonne correspondance entre le plan prédit et le plan observé expérimentalement, ce qui suggère que la méthode de couplage proposée est pertinente.

Toutefois les quelques erreurs de prédiction observées permettent d'aborder quelques points à développer. Les calculs numériques ont été réalisés sur des maillages 3D extrudés obtenus à partir du scan EBSD d'une des faces de l'échantillon, or la taille moyenne de grain est inférieure à l'épaisseur des échantillons ($300\,\mu$m contre $500\,\mu$m). Ceci laisse supposer qu'une part de la microstructure, et donc de l'effet de voisinage sur le développement de la plasticité (incompatibilité de déformation aux joints de grain), est négligée. On peut ainsi supposer que les grains pour lesquels la prédiction s'est avérée incorrecte correspondent à des grains où la simplification de la géométrie 3D induite par l'opération d'extrusion a été trop importante.

Outre l'augmentation du nombre d'agrégats étudiés, il serait donc intéressant de réaliser une étude similaire en améliorant les conditions de modélisation, c'est à dire en utilisant des éprouvettes dont taille de grain est de l'ordre de l'épaisseur, afin de pouvoir utiliser une modélisation 3D.

# Bibliographie


[AOS10] I. Aubert, J.-M. Olive et N. Saintier : The effect of internal hydrogen on surface slip localisation on polycrystalline aisi 316l stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, In Press, Accepted Manuscript:–, 2010.

[Hé06] Éva Héripré : *Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl.* Thèse de doctorat, École Polytechnique, 2006.

[KTG01] Y. Katz, N. Tymiak et W.W. Gerberich : Nanomechanical probes as new approaches to hydrogen/deformation interaction studies. *Engineering Fracture Mechanics*, 60:619–646, 2001.

[Mé04] Magalie Ménard : *Effet de l'hydrogène absorbé sur la localisation de la déformation plastique d'un acier inoxydable 316L.* Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2004.

# Chapitre 4

# Simulation de la localisation intra-granulaire

## Sommaire


**4.1 Motivations . . . 113**
**4.2 Méthodologie . . . 113**
4.2.1 Simplification du problème . . . 113
4.2.2 Maillage utilisé . . . 114
4.2.3 Définition des différentes distributions . . . 116
4.2.3.1 Définition des bornes des distributions . . . 116
4.2.3.2 Tirages aléatoires des valeurs et définition des distributions . . . 117
4.2.4 Conditions limites . . . 117
**4.3 Résultats numériques . . . 119**
4.3.1 Influence du choix du paramètre distribué . . . 119
4.3.1.1 Allure de la localisation du glissement en fonction du paramètre modifié . . . 119
4.3.1.2 Distribution des valeurs du glissement en fonction du paramètre modifié . . . 119
4.3.2 Influence de l'orientation du grain . . . 123
4.3.2.1 Limites pour l'analyse . . . 123
4.3.2.2 Allure de la localisation en fonction de l'orientation cristallographique du grain . . . 124
**4.4 Conclusion . . . 130**

## 4.1 Motivations

Lors d'un calcul « classique » de plasticité cristalline sur polycristal, les paramètres définissant le comportement mécanique du matériau (dans le cas de cette étude, un matériau monophasé à comportement élasto-visco-plastique) sont uniformes sur tout l'agrégat. Les phénomènes hétérogènes observés au sein de l'agrégat (telles que la répartition du glissement plastique) ne sont alors engendrés que par les différences d'orientation cristallographique d'un grain à l'autre, qui engendrent des incompatibilités de déformation élastique et plastique [Bar00], et l'échelle de ces phénomènes est alors limitée à l'échelle du grain.

Comme nous venons de le voir, l'un des effets de l'absorption d'hydrogène est la modification de la morphologie du glissement. Dans le but de modéliser ces phénomènes très locaux (par rapport à l'échelle du grain), on peut voir l'intérêt d'introduire, dans le modèle utilisé, des hétérogénéités à une échelle plus fine. L'utilisation de distributions hétérogènes d'un ou de plusieurs paramètres des lois mécaniques est une des solutions envisageables. Les valeurs des paramètres choisis fluctueront au sein d'un même grain, traduisant ainsi une hétérogénéité locale de comportement mécanique.

Un tel choix permet de modéliser une hétérogénéité du glissement à une échelle plus fine que le phénomène d'incompatibilité de déformation entre les grains. Il faut cependant garder à l'esprit que la formulation continue du modèle mécanique utilisé (on n'abordera pas ici les approches discrètes, comme la dynamique des dislocations) va intrinsèquement limiter les interprétations possibles de la modélisation et des résultats observés. L'échelle de formulation du modèle de plasticité cristalline est l'échelle continue des systèmes de glissement, c'est à dire que les quantités telles que la déformation plastique ou l'écrouissage sont calculées pour l'ensemble des systèmes de glissement du même type, autour d'un point d'intégration donné.

Ce chapitre va donc présenter une première approche de cette utilisation particulière du modèle de plasticité cristalline. Nous présenterons tout d'abord la méthodologie utilisée pour cette approche, nous examinerons ensuite les résultats observés avant de conclure sur les perspectives amenées par ces travaux.

## 4.2 Méthodologie

### 4.2.1 Simplification du problème

Pour cette approche, plusieurs choix de simplification du problème ont été faits. Cette section présente ces simplifications, les sections suivantes entreront plus en détail sur les méthodologies employées.

Tout d'abord, un unique grain est employé. L'orientation cristallographique de ce grain est contrôlée, et prendra des valeurs « simples » de sorte qu'il sera aisé d'observer l'influence de la cristallographie sur les résultats. Ce point est détaillé dans la partie 4.2.2.

Des simplifications ont aussi été apportées pour la discrétisation des propriétés mécaniques. Tout d'abord, cette

discrétisation est effectuée en isolant un des paramètres des lois de la plasticité cristalline, qui recevra une distribution hétérogène de ses valeurs au sein du grain, les autres paramètres restant constants. Quant à la distribution :

- La taille des zones de valeurs identiques (cellules) est constante, et contrôlée.
- La distribution des valeurs est aléatoire. Une borne minimale et une borne maximale sont définies, le reste des valeurs est obtenu à partir d'un tirage uniforme.
- La distribution d'hétérogénéités dans le grain est aléatoire, c'est à dire que nous ne contrôlons pas quelle valeur de la distribution recevra chaque région du grain (cette opération est toutefois possible).

La figure 4.1 donne l'exemple d'une distribution utilisée. Les détails de l'implémentation de la distribution dans le calcul sont présentés en annexe B et la méthode utilisée pour définir les valeurs aux bornes de chaque distribution est détaillée à la section 4.2.3.

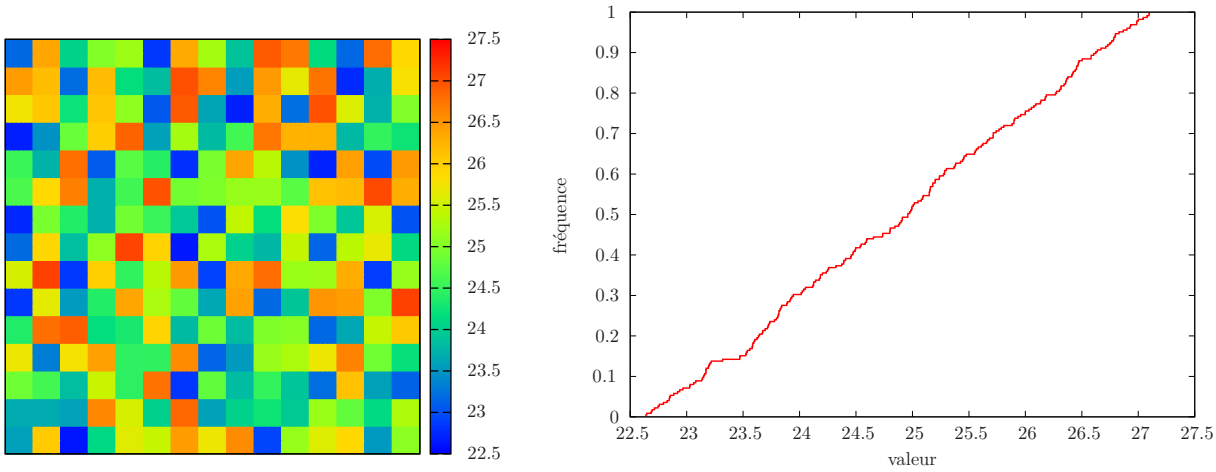



FIGURE 4.1 – Exemple de distribution utilisée pour les valeurs d'un paramètre des lois de plasticité cristalline : distribution des valeurs au sein du grain (les cellules sont carrées, chaque cellule représente une région du grain où le paramètre est constant) et distribution des valeurs (courbes de fréquences cumulées)

Après une présentation du maillage et des lois de comportement utilisées, nous verrons comment une distribution hétérogène des paramètres du modèle est introduite dans le modèle, et quels effets sont observés sur les quantités calculées.

### 4.2.2 Maillage utilisé

La figure 4.2 montre le maillage 3D utilisé pour les calculs. Ses dimensions sont de 20 ua × 20 ua × 5 ua [1], afin que l'épaisseur soit du même ordre de grandeur que les dimensions principales. Il est composé d'un millier d'éléments 3D quadratiques à 20 nœuds (obtenus par extrusion d'éléments quadrangle à 8 nœuds), ce qui correspond à environ 20000 degrés de liberté et 25000 points d'intégration. Nous avons choisi de ne mettre qu'une couche d'éléments dans

1. On utilise « ua » pour « unité arbitraire ». Il n'y a en effet pas d'échelle interne au modèle de plasticité cristalline.

l'épaisseur (ceci représente 3 couches de points d'intégration dans l'épaisseur).

Dans la littérature, les différentes recommandations quant au nombre de points d'intégration nécessaires pour modéliser convenablement les hétérogénéités intragranulaires vont de 500 à 3000 points d'intégration par grain [DLRC05, FC$^{+}$02, Bar00] ; mais correspondent au cas où les hétérogénéités ne sont engendrées que par le champ de contrainte complexe provenant du voisinage du grain. Puisque nous souhaitons introduire des hétérogénéités intrinsèques au grain (hétérogénéités des paramètres matériau), nous avons préféré augmenter ce nombre : pour les calculs menés dans cette étude, il y a environ 100 points d'intégration par cellule (pour 250 cellules dans le grain).

Ce maillage simple a été choisi après avoir observé que l'influence des hétérogénéités sur les résultats était qualitativement identique à celle observée sur un grain noyé dans un milieu homogène, les incompatibilités de déformation ne perturbant pas les résultats observés dans le cas de notre maillage. Ce maillage permet de plus de contrôler précisément le niveau de déformation du grain, quelle que soit l'orientation cristallographique choisie. En revanche, dans le cas du grain noyé dans le milieu homogène, une modification de l'orientation du grain engendre une modification de la dureté du grain par rapport à celle du milieu homogène : pour une déformation totale donnée, la part de déformation du grain est donc différente selon l'orientation.

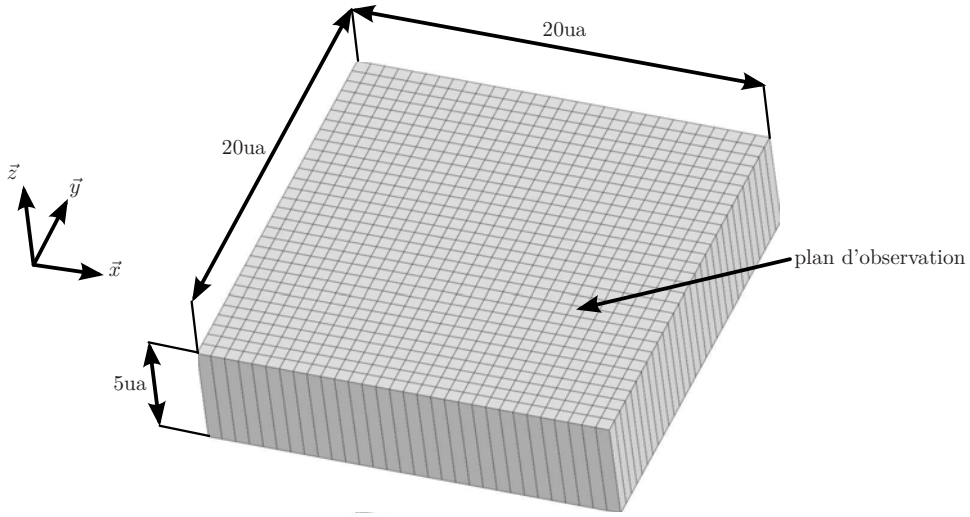



FIGURE 4.2 – Maillage utilisé pour les calculs avec distributions hétérogènes des paramètres matériau.

Le matériau utilisé est élasto-visco-plastique, composé d'une partie élastique isotrope, et d'une partie visco-plastique avec la formulation de la plasticité cristalline (voir chapitre 2). La loi d'écoulement visco-plastique est rappelée dans l'équation 4.1 et la loi d'écrouissage isotrope est rappelée à l'équation 4.2.

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s| - R_0 - r^s}{K} \right\rangle^n \tag{4.1}$$

$$r^s = Q \sum_r h_{rs} \left\{ 1 - e^{-b\nu^r} \right\} \tag{4.2}$$

Ce sont les trois paramètres de la loi d'écoulement, $R_0$, $K$ et $n$, et les deux paramètres de la loi d'écrouissage isotrope, $Q$ et $b$, qui sont définis par des distributions hétérogènes dans les calculs de ce chapitre. Les calculs sont réalisés en isolant un de ces paramètres, qui suivra une distribution hétérogène (les autres paramètres n'étant pas modifiés).

Les paramètres matériau originaux utilisés (avant distribution aléatoire) sont identiques à ceux des chapitres 2 et 3. Pour rappel, les paramètres obtenus sont :

- paramètres d'élasticité : $E = 189000MPa$, $\mu = 0.26$
- paramètres d'écoulement visco-plastique : $K = 50MPa.s^{-1/n}$, $n = 25$
- paramètres d'écrouissage : $R0 = 22.64MPa$, $Q = 62.07MPa$, $b = 1.16$
- matrice d'interaction décrivant l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent : $h_{ij} = 1$

Les orientations cristallographiques utilisées pour le grain seront (en angles d'Euler) soit (0°,0°,0°), soit (0°,0°,10°), soit (0°,0°,45°), c'est à dire que la structure cristalline tournera autour de l'axe $\vec{z}$ et donc dans le plan d'observation des résultats.

### 4.2.3 Définition des différentes distributions

#### 4.2.3.1 Définition des bornes des distributions

En observant les définitions des lois de comportement (équations 4.1 et 4.2 au paragraphe précédent), il est aisé de voir qu'une fluctuation d'un paramètre n'aura pas le même impact sur le glissement qu'une fluctuation en proportion identique d'un autre paramètre. Une étude préalable a donc été utilisée pour prendre en compte la sensibilité des résultats à chaque paramètre.

La méthode proposée utilise des simulations de traction simple sur un grain à matériau homogène. Le mode « simulation » de ZéBuLoN peut-être utilisé dans ce cas : le calcul est alors réalisé sur un point d'intégration (et non un maillage). Les conditions limites imposées sont :

- $\dot{\varepsilon}_{22} = 10^{-4}s^{-1}$
- $\varepsilon_{22}^{final} = 0.5\%$

La méthode est la suivante :

- Le calcul avec le matériau non-modifié est effectué.
- La valeur du glissement cumulé équivalent $\gamma^{eq}$ (somme des glissements cumulés obtenus sur les différents systèmes de glissement) est calculé pour $\varepsilon_{22}^{final} = 0.5\%$.
- Une optimisation est menée indépendamment sur chaque paramètre, de sorte que la valeur du paramètre obtenue engendre une diminution de 2% de la valeur du glissement cumulé équivalent pour $\varepsilon_{22}^{final} = 0.5\%$.
- La valeur obtenue et la valeur initiale (non-modifiée) sont utilisées comme bornes de la distribution du paramètre.

L'orientation cristallographique (0°,0°,0°) a été choisie pour cette méthode, les résultats sont ensuite utilisés pour

les autres orientations. Le tableau 4.1 donne les valeurs obtenues.

| | $R0$ (MPa) | $K$ ($\mathrm{MPa{\cdot}s^{-1/n}}$) | $n$ | $Q$ (MPa) | $b$ |
|---|---|---|---|---|---|
| non-modifiés | 22.637 | 50 | 25 | 62.072 | 1.161 |
| modifiés | 27.141 | 57.544 | 34.678 | 460.460 | 8.567 |

TABLE 4.1 – Paramètres des lois d'écoulement et d'écrouissage optimisés (avec le mode « simulation ») pour obtenir une diminution de 2% du glissement cumulé équivalent (par rapport à la valeur obtenue avec les paramètres non-modifiés).

On remarque que, pour le niveau de déformation choisi, les modifications les plus importantes concernent les paramètres liés à la loi d'écrouissage : $Q$ et $b$ sont ainsi modifiés d'environ +650% alors que $R0$, $K$ et $n$ sont respectivement modifiés de +20%, +15% et +40%.

La figure 4.3 représente le comportement macroscopique correspondant à chaque valeur modifiée. Les résultats obtenus pour les autres orientations cristallographiques sont similaires. On remarque que les modifications de chacun des paramètres de la loi d'écoulement plastique, $R0$, $K$ et $n$, engendrent un comportement identique. Cette modification correspond à une augmentation de la limite d'élasticité macroscopique. La même remarque peut être faite quant aux paramètres de la loi d'écrouissage, $Q$ et $b$ : le comportement présenté par les deux courbes correspondantes sont identiques, et correspond à une augmentation de l'écrouissage (visible à la pente des courbes).

#### 4.2.3.2 Tirages aléatoires des valeurs et définition des distributions

Trois tirages aléatoires ont été effectués, les valeurs étant réparties uniformément entre 0 et 1. Ces tirages sont ensuite adaptés (transformation linéaire) à chaque paramètre, de sorte que les nouvelles bornes correspondent aux bornes calculées à la section précédente. Pour un tirage donné, les distributions correspondantes pour chaque paramètre sont donc qualitativement identiques (seules les bornent diffèrent) : la distribution d'un paramètre (nous avons choisi $R_0$) peut ainsi être utilisée pour schématiser l'allure des distributions pour l'ensemble des paramètres.

Le module de ZéBuLoN permettant d'introduire des hétérogénéités dans le modèle ne permet pour l'instant que de travailler avec un quadrillage d'hétérogénéités. L'utilisateur doit définir une taille de cellule (dimensions selon $\vec{x}$, $\vec{y}$, et $\vec{z}$) : une valeur du paramètre distribué sera donnée pour chaque cellule, c'est à dire que cette valeur sera utilisée au niveau de chaque point d'intégration compris dans la cellule (ce procédé est détaillé dans l'annexe B). La taille de cellule choisie est de $1.333\,\mathrm{ua} \times 1.333\,\mathrm{ua} \times 5\,\mathrm{ua}$ (250 cellules dans le grain).

### 4.2.4 Conditions limites

La figure 4.4 schématise les conditions limites imposées lors des calculs. $U_1$, $U_2$ et $U_3$ correspondent respectivement au déplacement selon $\vec{x}$, $\vec{y}$ et $\vec{z}$. Ces conditions simulent un essai de traction simple selon l'axe $\vec{y}$.

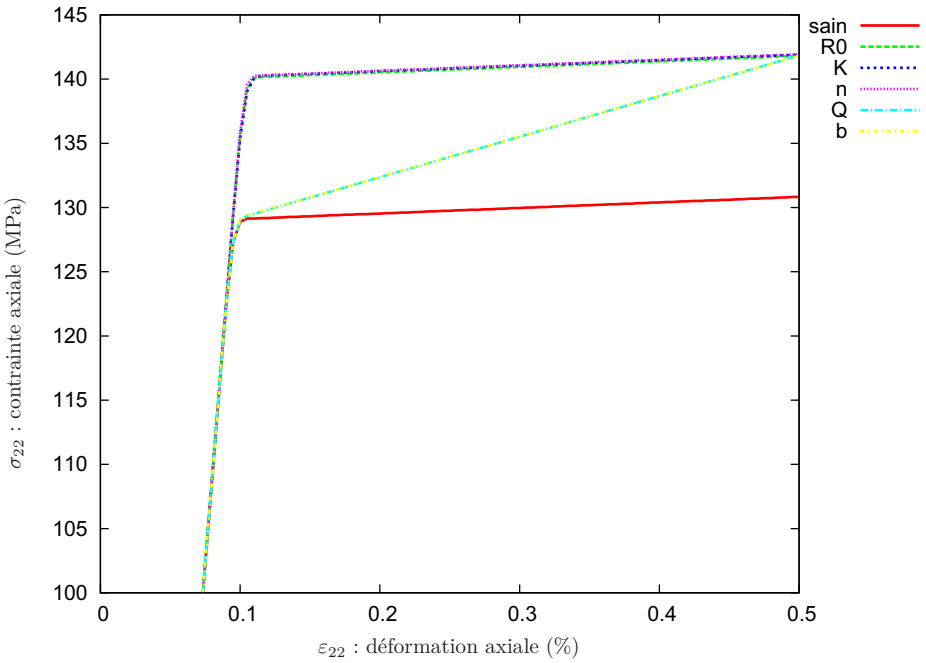



FIGURE 4.3 – Courbes de traction macroscopique du grain orienté à (0°,0°,0°), pour les paramètres du matériau initial « sain »), et les paramètres modifiés.

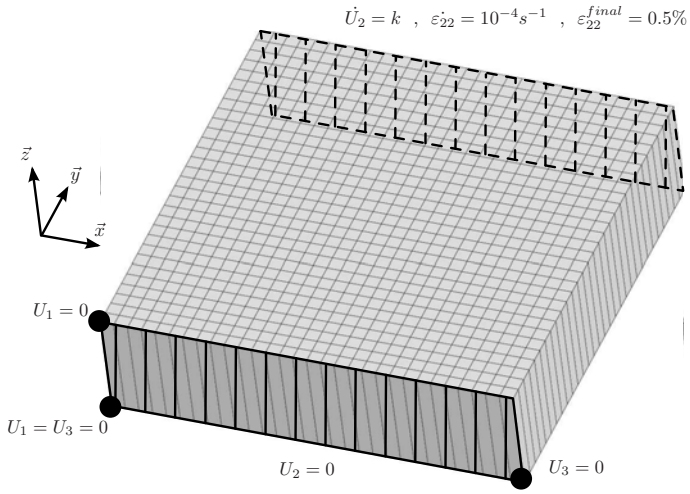



FIGURE 4.4 – Conditions limites imposées lors des calculs 3D

## 4.3 Résultats numériques

Nous présentons tout d'abord l'influence du choix du paramètre distribué sur la distribution du glissement. Nous remarquerons la similarité de certains résultats, ce qui permettra de sélectionner par la suite des résultats représentatifs pour alléger la présentation. L'ensemble des résultats est toutefois présenté en annexe C.

### 4.3.1 Influence du choix du paramètre distribué

#### 4.3.1.1 Allure de la localisation du glissement en fonction du paramètre modifié

La figure 4.5 présente les résultats en glissement cumulé équivalent, pour une orientation du grain de (0°,0°,0°) et le premier tirage utilisé. On constate que l'allure de la distribution du glissement engendrée par une distribution hétérogène d'un paramètre ne dépend pas du paramètre, bien que les bornes soient différentes.

Ce résultat est observable quelle que soit l'orientation du grain et quel que soit le tirage initial utilisé, et pour d'autres résultats tels que la contrainte axiale et la contrainte transverse. Par la suite nous n'utiliserons donc que les résultats obtenus pour la distribution hétérogène du paramètre $R_0$ pour analyser qualitativement (allure des distributions) les résultats observés pour l'ensemble des paramètres modifiés. La prochaine section présente les résultats de manière quantitative.

#### 4.3.1.2 Distribution des valeurs du glissement en fonction du paramètre modifié

Les résultats observés pour les différents paramètres sont illustrés à la figure 4.6, pour le grain orienté à (0°,0°,0°) et le premier tirage (l'allure est identique quels que soient l'orientation cristallographique choisie et le tirage utilisé) : les valeurs de glissement cumulé équivalent, observées pour 0.5% de déformation axiale à chaque point d'intégration du maillage, sont représentées sous forme de fréquences cumulées.

Nous pouvons tout d'abord constater que, bien que les distributions utilisées pour les paramètres soient uniformes, la distribution résultante pour le glissement cumulé équivalent s'approche d'une distribution normale quel que soit le paramètre utilisé. Nous pouvons de plus remarquer une différence nette entre les distributions de glissement obtenues en modifiant les paramètres de la loi d'écoulement et celles obtenues en modifiant les paramètres de la loi d'écrouissage : bien que les valeurs moyennes soient égales, les bornes des distributions obtenues pour les paramètres $Q$ et $b$ sont en effet plus restreintes que celles observées pour les paramètres $R_0$, $K$ et $n$. L'ensemble des valeurs observées à 0.5% de déformation axiale est présenté dans le tableau 4.2, pour les différents paramètres, tirages aléatoires, et orientations cristallographiques ; les résultats observés pour le matériau « sain » (paramètres initiaux, résultats obtenus avec le mode *simulation*) sont aussi indiqués.

La figure 4.7 représente l'évolution du rapport entre la valeur maximale du glissement cumulé équivalent observée sur l'ensemble du grain et la valeur minimale correspondante, $\gamma^{eq}_{min}/\gamma^{eq}_{max}$, en fonction du glissement cumulé équivalent moyenné sur le grain, $\langle\gamma^{eq}\rangle$. Ce rapport a été choisi pour représenter l'intensité de la localisation du glissement au

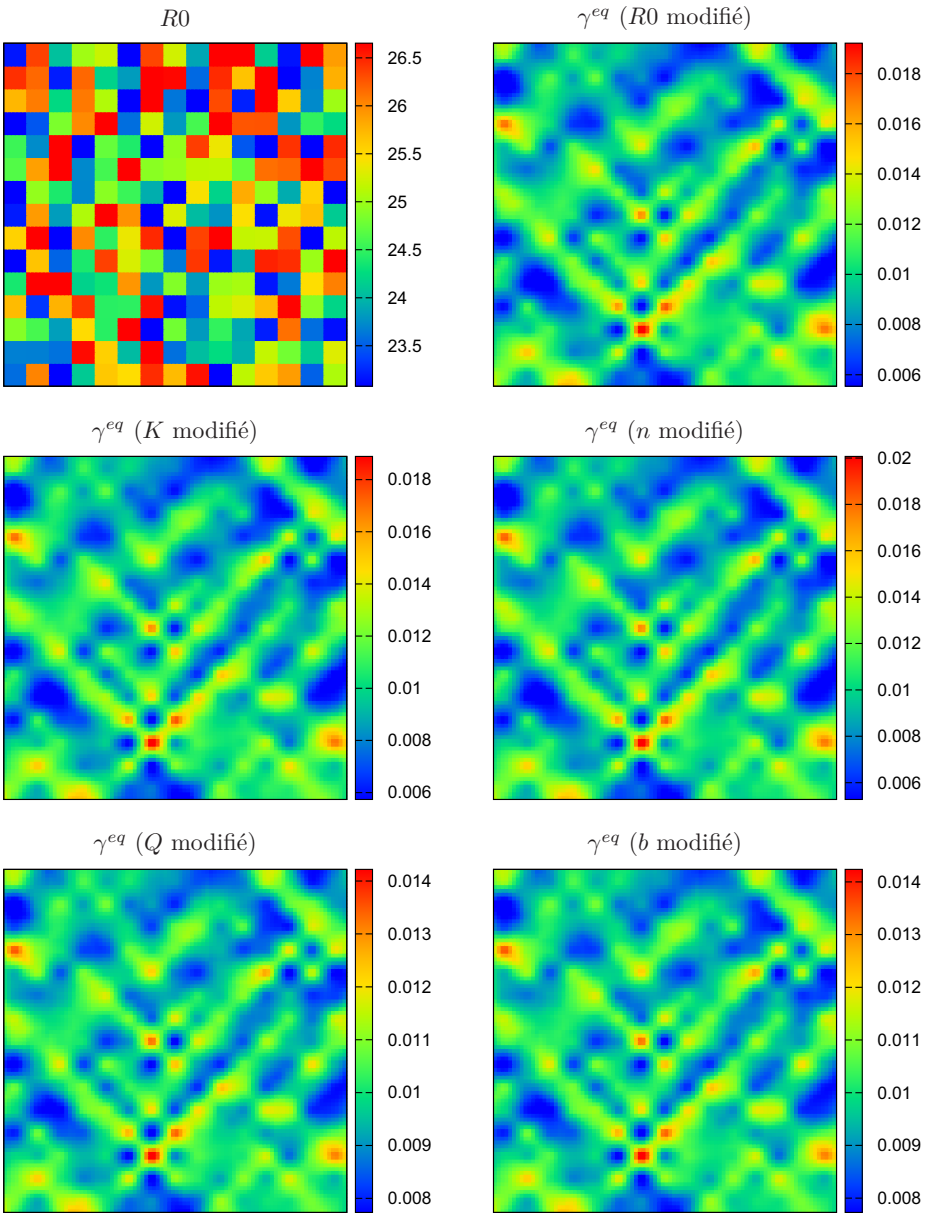



FIGURE 4.5 – Allure des distributions des paramètres matériau (exemple pour le paramètre $R_0$) et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°), pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier tirage.

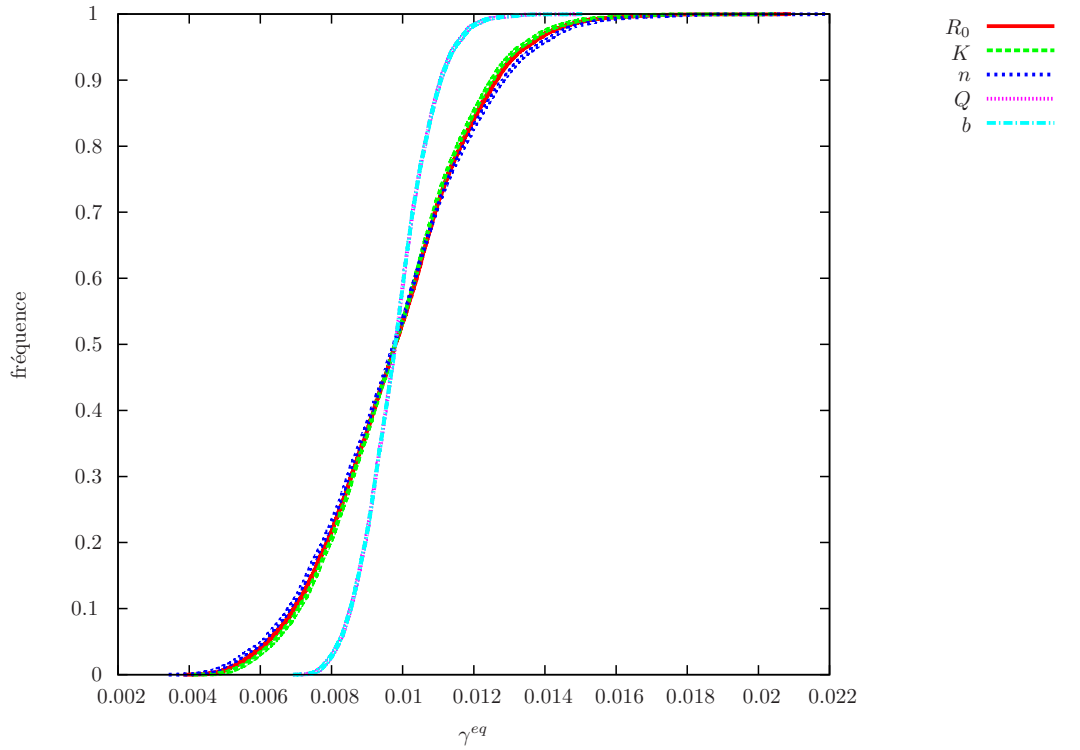



FIGURE 4.6 – Fréquences cumulées du glissement cumulé équivalent observé au sein du grain orienté à (0°,0°,0°) pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier tirage, en fonction du paramètre étudié.

| | | (0°,0°,0°) | | | | (0°,0°,10°) | | | | (0°,0°,45°) | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | tir.1 | tir.2 | tir.3 | moy | tir.1 | tir.2 | tir.3 | moy | tir.1 | tir.2 | tir.3 | moy |
| sain | simu | | | | 0.99 | | | | 0.90 | | | | 1.09 |
| R0 | moy | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.08 |
| | min | 0.38 | 0.22 | 0.27 | 0.27 | 0.79 | 0.78 | 0.81 | 0.79 | 0.80 | 0.69 | 0.68 | 0.69 |
| | max | 2.09 | 1.95 | 1.82 | 1.95 | 1.07 | 1.02 | 0.96 | 1.02 | 1.46 | 1.54 | 1.45 | 1.46 |
| K | moy | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.08 |
| | min | 0.41 | 0.25 | 0.30 | 0.30 | 0.79 | 0.78 | 0.80 | 0.79 | 0.81 | 0.70 | 0.69 | 0.70 |
| | max | 2.05 | 1.92 | 1.79 | 1.92 | 1.07 | 1.02 | 0.96 | 1.02 | 1.45 | 1.54 | 1.44 | 1.45 |
| n | moy | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.08 |
| | min | 0.34 | 0.19 | 0.23 | 0.23 | 0.81 | 0.79 | 0.81 | 0.81 | 0.79 | 0.67 | 0.67 | 0.67 |
| | max | 2.19 | 2.04 | 1.87 | 2.04 | 1.05 | 1.01 | 0.95 | 1.01 | 1.46 | 1.58 | 1.46 | 1.46 |
| Q | moy | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.08 |
| | min | 0.69 | 0.63 | 0.67 | 0.67 | 0.85 | 0.83 | 0.84 | 0.84 | 0.93 | 0.89 | 0.87 | 0.89 |
| | max | 1.50 | 1.45 | 1.39 | 1.45 | 0.96 | 0.96 | 0.93 | 0.96 | 1.27 | 1.32 | 1.28 | 1.28 |
| b | moy | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.98 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 0.89 | 1.08 | 1.08 | 1.08 | 1.08 |
| | min | 0.69 | 0.62 | 0.67 | 0.67 | 0.85 | 0.83 | 0.84 | 0.84 | 0.93 | 0.89 | 0.87 | 0.89 |
| | max | 1.51 | 1.45 | 1.39 | 1.45 | 0.96 | 0.96 | 0.93 | 0.96 | 1.27 | 1.32 | 1.28 | 1.28 |

TABLE 4.2 – Ensemble des valeurs (moyennes, minimales et maximales) de glissement cumulé équivalent (en %) observées pour les différents paramètres, tirages aléatoires, et orientations cristallographiques.

sein du grain. On remarque à nouveau une différence d'allure entre les résultats obtenus pour les paramètres $Q$ et $b$, et ceux obtenus pour les paramètres $R_0$, $K$, $n$ :

- Une modification des paramètres de la loi d'écoulement entraîne une localisation du glissement dès les premiers pas de déformation plastique (rapport $\gamma^{eq}_{min}/\gamma^{eq}_{max}$ proche de 0) et cette localisation diminue légèrement en fin d'essai.
- Une modification des paramètres de la loi d'écrouissage n'entraîne pas de localisation en tout début de déformation plastique (rapport proche de 1). La localisation apparaît ensuite rapidement et se développe de manière importante. Toutefois, la localisation n'atteint pas l'intensité observée avec une modification des paramètres de la loi d'écoulement.
- Les localisations les plus importantes (c'est à dire, les rapports $\gamma^{eq}_{min}/\gamma^{eq}_{max}$ les plus proches de 0) sont observées pour le grain orienté à (0°,0°,0°) et le deuxième tirage. Le rapport de localisation est égal à 0.12, 0.13 et 0.09 pour les distributions de $R_0$, $K$ et $n$ (respectivement) et 0.43 pour les distributions de $Q$ et $b$.
- En moyenne (sur les différents tirages et orientations utilisés), ce facteur est égal à 0.57, 0.57 et 0.59 pour les distributions de $R_0$, $K$ et $n$ (respectivement), et 0.76 pour les distributions de $Q$ et $b$.

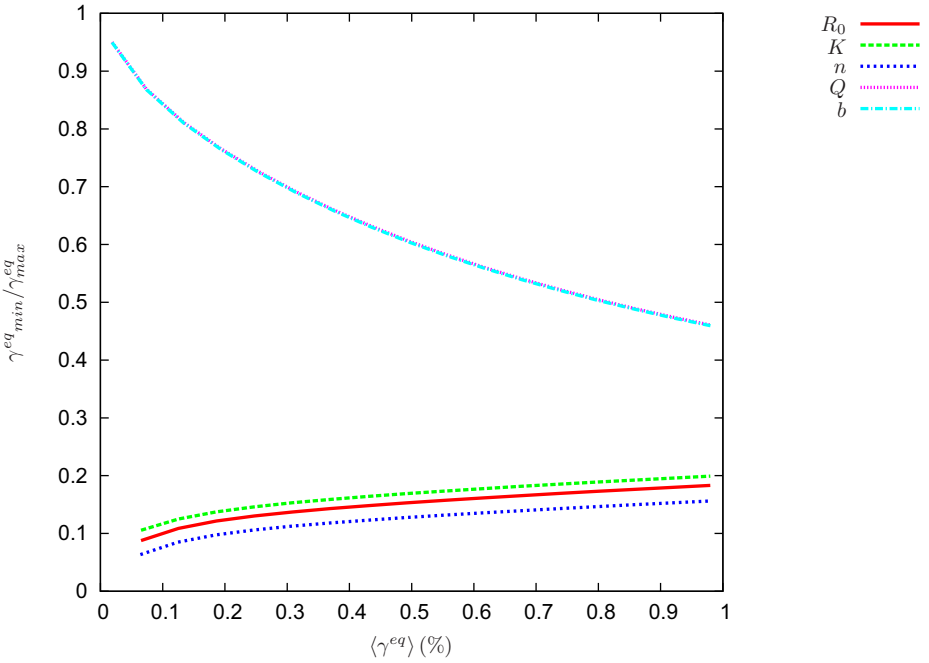



FIGURE 4.7 – Évolution du rapport $\gamma^{eq}_{max}/\gamma^{eq}_{min}$ (valeurs maximale et minimale) dans le grain orienté à (0°,0°,0°) en fonction de la valeur $\langle\gamma^{eq}\rangle$ (moyenne dans le grain), pour les différents paramètres distribués et le premier tirage.

### 4.3.2 Influence de l'orientation du grain

#### 4.3.2.1 Limites pour l'analyse

L'orientation du grain va influencer l'activation des systèmes de glissement. Dans ce cas simple de modélisation (monocristal en traction simple), le facteur de Schmid permet de déduire les systèmes activés selon l'orientation du grain : la figure 4.8 illustre l'évolution des facteurs de Schmid des différents systèmes en fonction du dernier angle d'Euler (correspondant à la rotation du grain selon $\vec{z}$).

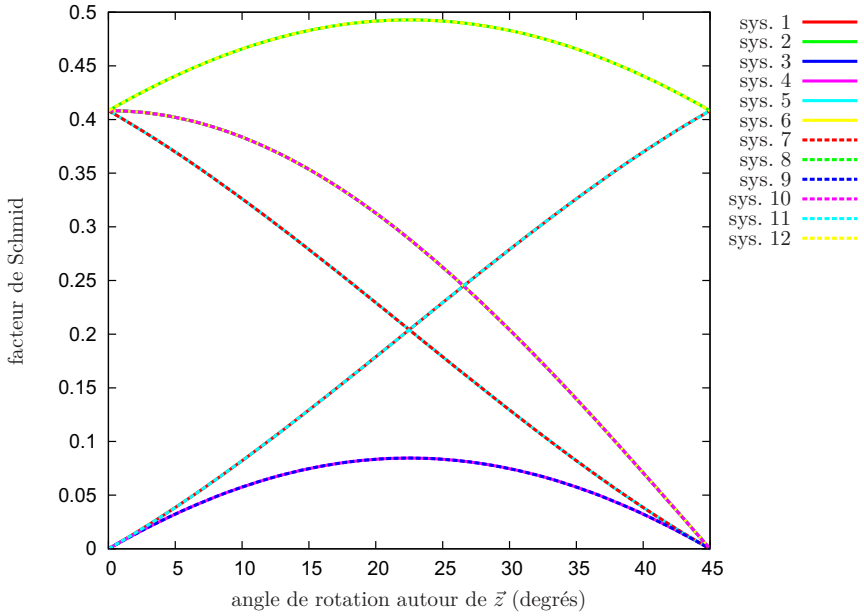



FIGURE 4.8 – Facteurs de Schmid des différents systèmes du grain en fonction de la rotation du grain selon $\vec{z}$

Si on considère le grain orienté à (0°,0°,0°) et celui orienté à (0°,0°,45°) :

- Le grain orienté à (0°,0°,0°) a 8 systèmes activés, et leur degré d'activation est identique (facteurs de Schmid : 0.408).
- Le grain orienté à (0°,0°,45°) a 4 systèmes activés et leur degré d'activation est identique (facteurs de Schmid : 0.408).

Ainsi le développement de la plasticité se fait sur un plus petit nombre de systèmes pour le grain orienté à (0°,0°,45°) : les systèmes activés vont donc développer plus de plasticité (à déformation axiale du grain équivalente) et leur écrouissage sera plus prononcé que pour le grain orienté à (0°,0°,0°).

De même :

- Les projections sur l'axe de sollicitation des directions des systèmes activés du grain orienté à (0°,0°,0°) sont égales à 0.707.
- Les projections sur l'axe de sollicitation des directions des systèmes activés du grain orienté à (0°,0°,45°) sont

égales à 0.500.

Les systèmes du grain orienté à (0°,0°,45°) doivent donc développer plus de glissement pour accommoder la déformation axiale imposée, ce qui se traduira par une valeur de glissement cumulé équivalent supérieure à celle observée pour les systèmes du grain orienté à (0°,0°,0°).

Nous ne pouvons donc pas comparer les valeurs obtenues pour les différentes orientations car le nombre de systèmes activés et leur degré d'activation diffèrent. L'utilisation d'orientations différentes n'est utilisée que pour comparer les aspects des distributions du glissement, ce qui fera l'objet de la prochaine partie.

#### 4.3.2.2 Allure de la localisation en fonction de l'orientation cristallographique du grain

Les figures 4.9, 4.10 et 4.11 présentent l'allure des localisations obtenues à 0.5% de déformation axiale, pour les grains orientés à (0°,0°,0°), (0°,0°,10°) et (0°,0°,45°) respectivement. Chaque figure regroupe les résultats observés pour les trois tirages de valeurs réalisés, et seuls les calculs menés avec une distribution hétérogène du paramètre $R_0$ sont présentés [2].

L'orientation cristallographique a une influence importante sur l'allure de la localisation du glissement :
- Le grain orienté à (0°,0°,0°) présente une hétérogénéité du glissement dont l'échelle est équivalente à celle de l'hétérogénéité de la distribution du paramètre. La localisation du glissement s'effectue selon des lignes orientées à +45° et -45° par rapport à l'axe de sollicitation.
- Le grain orienté à (0°,0°,10°) présente une hétérogénéité de glissement dont l'échelle est supérieure à celle de l'hétérogénéité de la distribution du paramètre. La localisation du glissement s'effectue selon un angle de 60° (sens trigonométrique) par rapport à la direction de sollicitation.
- Le grain orienté à (0°,0°,45°) présente une hétérogénéité de glissement dont l'échelle est supérieure à celle de la distribution du paramètre, mais inférieure à celle observée pour le grain orienté à (0°,0°,10°). La localisation du glissement ne s'effectue pas selon une direction particulière.

Dans le cas des grains orientés à (0°,0°,0°) et (0°,0°,10°), les directions de localisation correspondent aux directions des bandes de glissement que l'on pourrait observer à la surface de ces grains. Pour le grain orienté à (0°,0°,0°), la direction correspond à la direction des traces engendrées par les systèmes les plus activés (voir figure 4.8). En revanche, ce n'est pas le cas observé pour le grain orienté à (0°,0°,10°) car la direction des traces engendrées par les systèmes les plus actifs est de -35°.

Des essais simples ont été menés pour observer le comportement d'une inclusion carrée dans un milieu homogène :
- L'inclusion et le milieu homogène sont tous deux modélisés par un comportement de plasticité cristalline. L'orientation cristallographique est identique dans les deux cas : seul diffère le paramètre $R_0$. La valeur de ce paramètre est de 22.6 MPa pour le milieu homogène (valeur du matériau initiale) et de 27.1 MPa pour l'inclusion

2. Comme cela a été noté à la section 4.3.1.1, les résultats obtenus en modifiant le paramètre $R_0$ sont suffisants pour étudier l'allure des résultats (analyse qualitative).

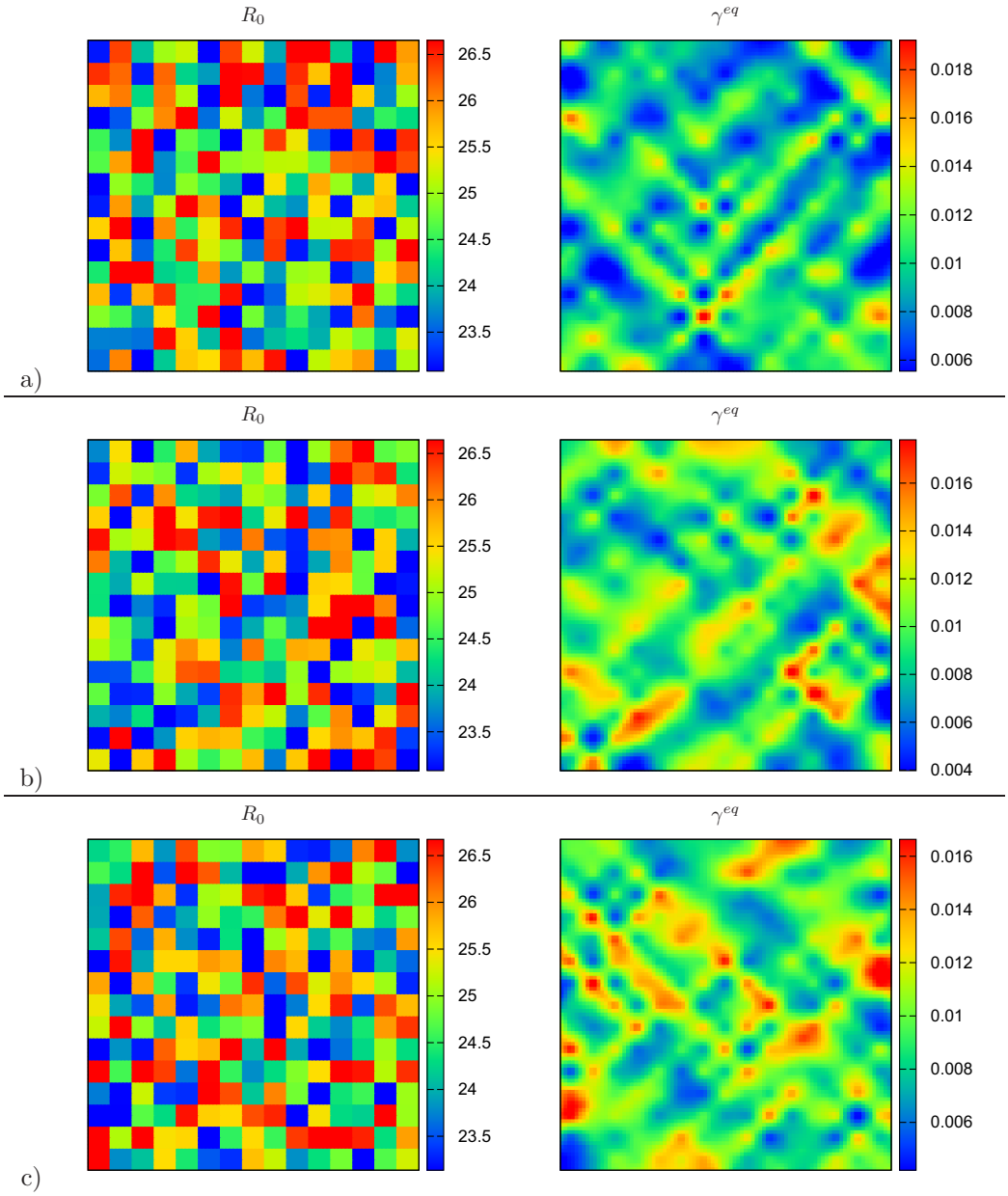



FIGURE 4.9 – Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,0°). Les trois tirages de valeurs utilisés sont présentés (a,b,c) et le niveau de déformation axiale est de 0.5%.

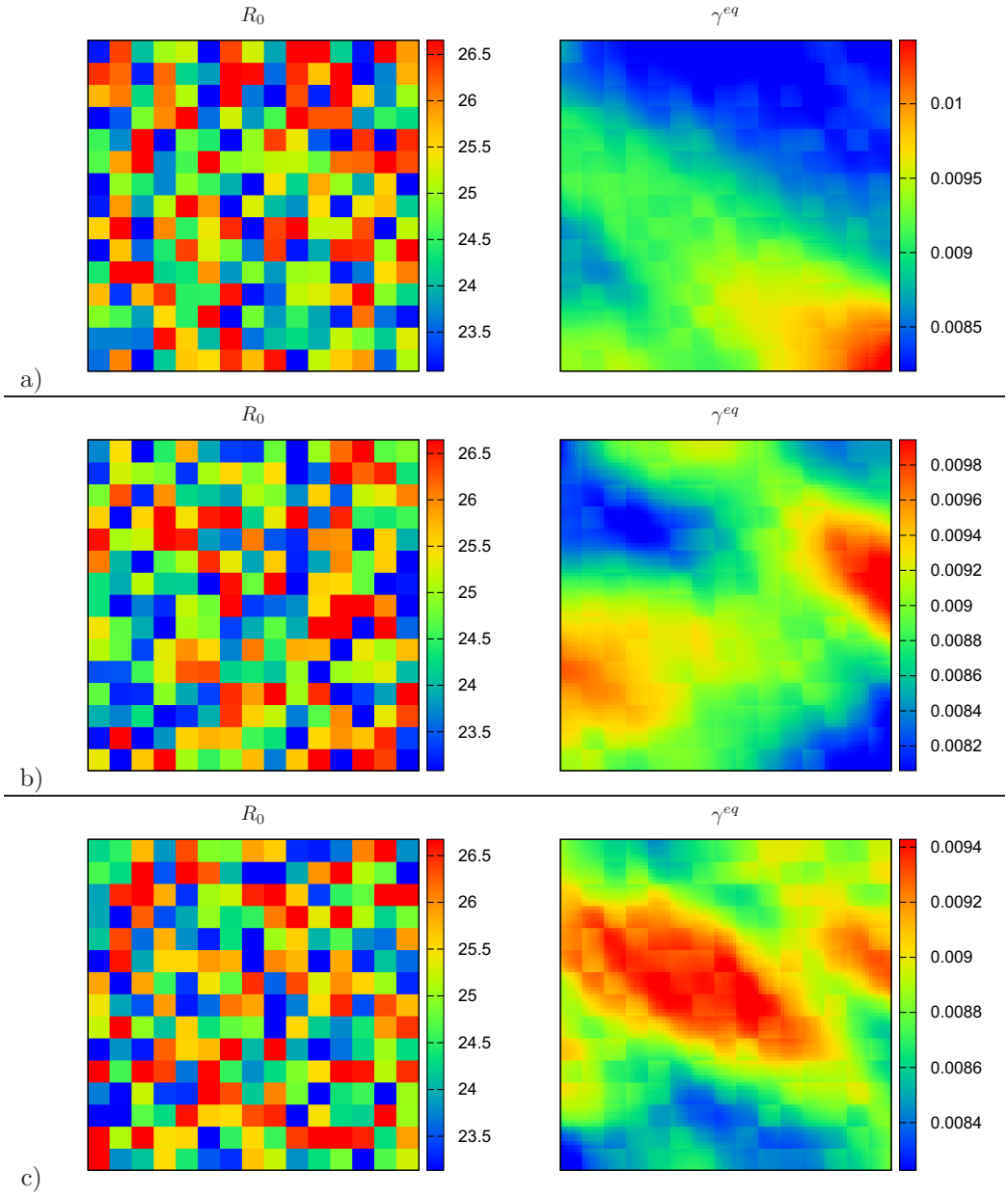



FIGURE 4.10 – Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,10°). Les trois tirages de valeurs utilisés sont présentés (a,b,c) et le niveau de déformation axiale est de 0.5%.

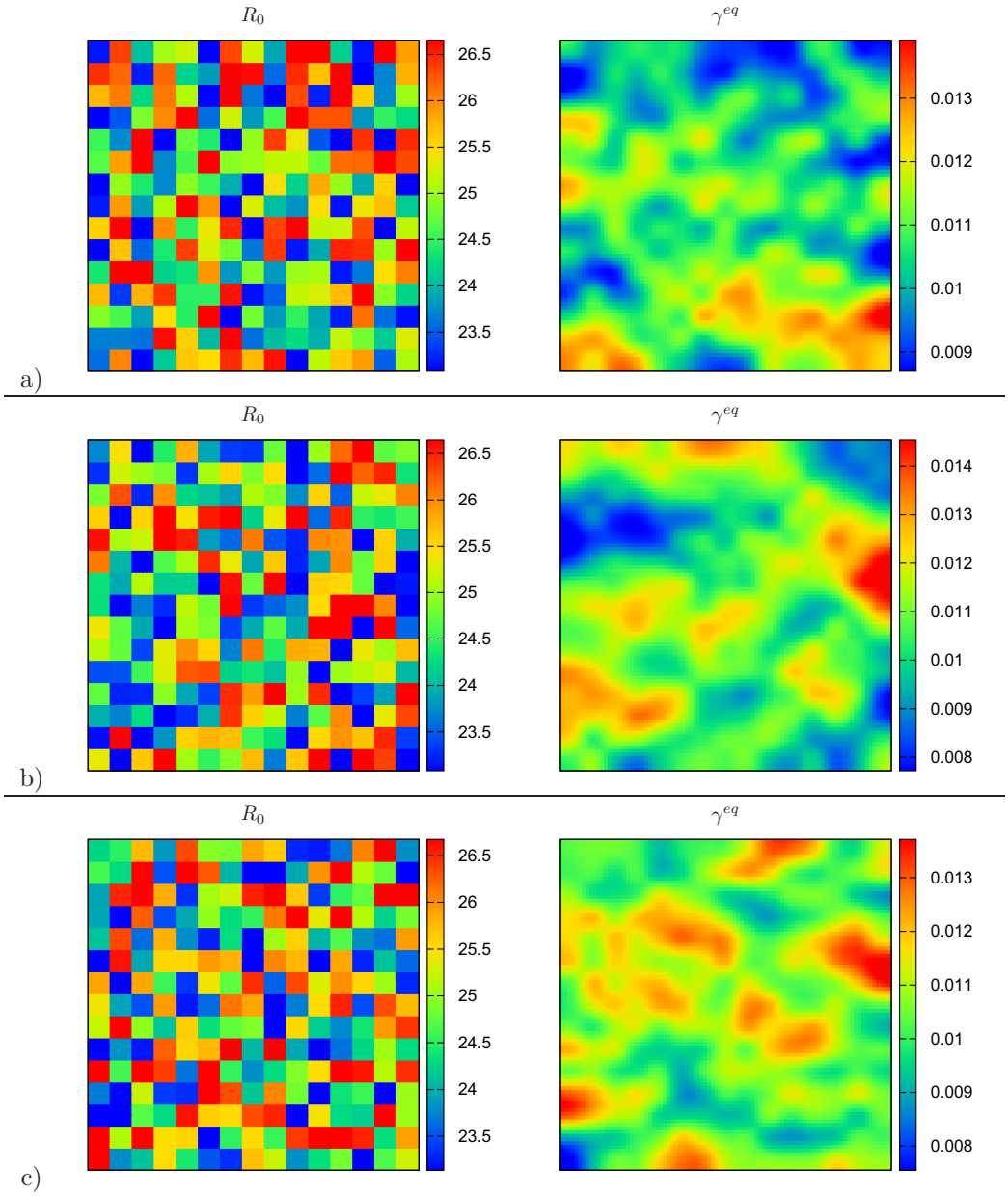



FIGURE 4.11 – Distributions du paramètre $R0$ et distributions correspondantes du glissement cumulé équivalent, pour le grain orienté à (0°,0°,45°). Les trois tirages de valeurs utilisés sont présentés (a,b,c) et le niveau de déformation axiale est de 0.5%.

(valeur identifiée pour diminuer le glissement cumulé équivalent observé en fin de calcul de 2 %, voir section 4.2.3).
- Les dimensions du milieu homogène correspondent aux dimensions du grain, et les dimensions de l'inclusion correspondent aux dimensions d'une cellule de distribution.
- Les conditions limites imposées sont identiques à celles présentées en 4.2.4.

La figure 4.12 présente les résultats correspondants. La localisation du glissement, tant au niveau de l'échelle que de la direction de la localisation, est similaire à celle observée pour les grains avec une distribution hétérogène d'un paramètre des lois mécaniques, ce qui semble indiquer que les résultats observés dans ce dernier cas sont principalement dûs a l'effet d'inclusion sur le développement de la plasticité. Chaque cellule agirait comme une inclusion dans un milieu complexe, et la propagation du glissement ne serait favorisée que par une interaction favorable des effets d'inclusion des différentes cellules.

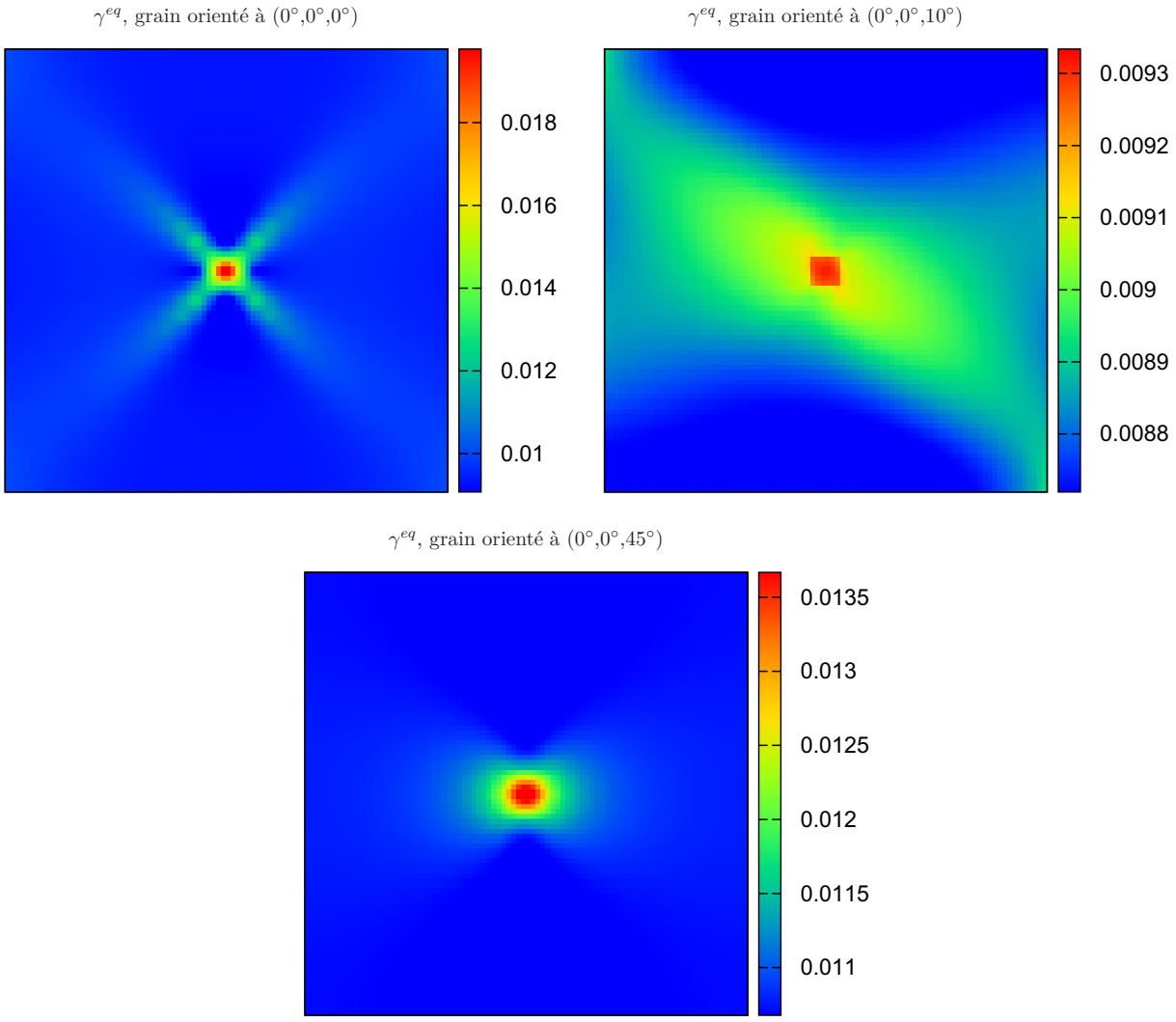



FIGURE 4.12 – glissement cumulé équivalent observé pour les simulations d'inclusion dans un milieu homogène, déformé à 0.5%.

## 4.4 Conclusion

Ce chapitre a présenté les effets de l'introduction d'hétérogénéités à l'échelle intragranulaire dans un modèle de plasticité cristalline. Ce modèle est couramment utilisé pour simuler le comportement mécanique d'agrégats polycristallins, toutefois les propriétés mécaniques utilisées pour un calcul « classique » sont homogènes à l'échelle intragranulaire : seules les incompatibilités de déformation d'un grain à l'autre (effet de voisinage) sont responsables de l'hétérogénéité de champs de contrainte et déformation.

Pour cette étude, nous avons décidé d'observer l'effet de propriétés mécaniques hétérogènes à l'échelle du grain sur la distribution de la plasticité à l'échelle intragranulaire. Pour cela, un monocristal a été utilisé afin d'isoler les effets de voisinage observés dans un polycristal. Des hétérogénéités du comportement mécanique, consistant en une modification locale des valeurs des paramètres des lois d'écoulement ou d'écrouissage, ont ensuite été introduites à l'échelle du grain.

Afin d'observer les effets de chacun des paramètres, la modification des valeurs a été réalisée indépendamment pour chacun des paramètres, et une étape préparatoire a été utilisée pour s'assurer que les modifications apportées à chaque paramètre avaient un même impact sur la plasticité moyenne du monocristal, la distribution des valeurs étant ensuite réalisée suivant un tirage aléatoire.

Une étude de l'influence de l'orientation du grain a été effectuée. Des orientations simples ont été choisies afin d'observer clairement l'influence de celles-ci sur la localisation de la plasticité. Bien que l'orientation ait une influence marquée sur la distribution de la localisation, nous avons observé que cette influence n'était pas directement liée aux directions de glissement, mais à un effet d'inclusion dans une matrice complexe. L'intensité et l'échelle de la localisation sont directement liées à la taille de l'inclusion et à l'orientation de celle ci, et la propagation de la localisation n'est effectuée que par le recouvrement des divers effets d'inclusion au sein du grain. Ce type de modélisation ne semble donc pas convenir pour simuler convenablement la localisation du glissement à l'échelle des bandes de glissement.

# Bibliographie

[Bar00] Fabrice Barbe : *Étude numérique de la plasticité d'agrégats polycristallins.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2000.

[DLRC05] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier et G. Cailletaud : Evaluation of finite element based analysis of 3d multicrystalline aggregates plasticity. application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries. *International Journal of Plasticity*, 21:691–722, 2005.

[FC+02] S. Forest, G. Cailletaud, D. , Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury et S. Quilici : Introduction au calcul de microstructures. *Mécanique & Industries*, 3:439–456, 2002.

# Conclusion générale

Le cadre général de ces travaux est l'étude des interactions hydrogène-plasticité dans les matériaux CFC. Dans le premier chapitre, nous avons rappelé l'implication des mécanismes associés à ces interactions dans la corrosion sous contrainte et la fragilisation par l'hydrogène ; des modèles tels que ceux d'*Hydrogen Enhanced Localized Plasticity* ou de *Corrosion Enhanced Plasticity Model* mettent ainsi en avant le rôle des interactions hydrogène-plasticité pour expliquer l'endommagement prématuré des matériaux CFC en présence d'hydrogène.

Plus précisément, les travaux menés au Laboratoire de Mécanique Physique (LMP) se concentrent sur les effets de l'hydrogène absorbé sur le comportement des dislocations, et leur quantification à l'échelle locale. Les marches de glissement formées, en cours de déformation plastique, par les dislocations émergeant à la surface du matériau sont ainsi utilisées comme marqueurs de la plasticité : les mesures par microscopie à force atomique (AFM) des dimensions caractéristiques (hauteurs et espacements) de ces marches de glissement permettent ainsi de traduire l'intensité de la localisation du glissement à l'échelle locale. La fin du premier chapitre présente ainsi une analyse statistique de l'évolution, en présence d'hydrogène, des dimensions caractéristiques des marches de glissement observées à la surface de polycristaux de d'acier inoxydable 316L.

Ces travaux proposent d'analyser les apports de la modélisation numérique dans un tel contexte. L'utilisation de polycristaux permet en effet d'obtenir, en un nombre réduit d'essais, une quantité de résultats suffisante pour une analyse statistique, en effectuant des mesures sur plusieurs grains d'un même polycristal. Toutefois, la déformation au sein d'un polycristal n'est pas homogène : la déformation est tout d'abord différente d'un grain à l'autre de part les différences d'orientation cristallographique ; elle est de plus hétérogène à l'intérieur même des grains, de part les contraintes engendrées par les incompatibilités de déformation aux joints de grain (effet de voisinage).

Ainsi, les mesures seules des dimensions des marches de glissement sur différents grains d'un polycristal ne permettent pas une analyse rigoureuse de la localisation de la plasticité : la connaissance du niveau de plasticité développé dans la zone de mesure est primordiale. Dans ce contexte, l'utilisation de la modélisation numérique s'avère pertinente.

Le deuxième chapitre propose tout d'abord une analyse bibliographique des différents types de modélisation envisageables pour approcher la plasticité à l'échelle du grain, dans le cas de calcul sur polycristaux. En l'état actuel des moyens de calcul, le choix s'est porté sur modèle de plasticité cristalline de Méric et Cailletaud.

La qualité de la modélisation du comportement mécanique des agrégats joue un rôle important dans l'application d'un tel modèle, et passe notamment par la justesse de la représentation géométrique de l'agrégat considéré (géométrie des grains). La méthode non-destructive permettant de modéliser un agrégat réel utilise des résultats d'*Electron Back Scattering Diffraction* (EBSD) qui permet d'obtenir la géométrie 2D et l'orientation cristallographique des grains émergeant à la surface. Cependant, la géométrie 3D de ces grains, ainsi que les grains non-émergeants et donc « cachés », ne sont pas pris en compte par cette méthode. Si nous nous plaçons dans le cas où la taille de grain est de l'ordre de l'épaisseur de l'agrégat (cas des travaux effectués ou en projet au LMP) différentes méthodes sont envisageables. En considérant que les joints de grain sont perpendiculaires à la surface, l'agrégat est obtenu par extrusion de la géométrie 2D obtenu par EBSD (modélisation 3D extrudée). Une modélisation sans épaisseur (2D) est

aussi envisageable. Une autre méthode est d'effectuer les mesures EBSD sur les deux faces principales de l'agrégat et de raccorder les deux géométries obtenues, en considérant que les joints de grain sont plans.

Le deuxième chapitre a permis de quantifier l'erreur de modélisation de la plasticité en utilisant la modélisation simplifiée (2D, 3D extrudée), par rapport à la modélisation 3D reconstituée à partir des deux faces de l'échantillon. Pour cela des agrégats synthétiques, de taille moyenne de grain de l'ordre de l'épaisseur, ont été générés à partir de cellules de Voronoï (chaque grain correspondant à une cellule). Les modèles 2D ou 3D extrudés correspondants sont ensuite réalisés. Les calculs menés (simulation d'un essai de traction simple) montrent que la modélisation 2D est trop simplificatrice et ne permet pas une bonne approximation du comportement mécanique, aussi bien à l'échelle macroscopique que mésoscopique. La modélisation 3D extrudée permet quant à elle une approximation correcte du comportement à l'échelle macroscopique, pour les agrégats synthétiques étudiés. À l'échelle mésoscopique, la localisation de la plasticité ainsi que l'activation des systèmes de glissement est correctement prise en compte, toutefois un écart important (plus de 10% par rapport au modèle 3D reconstitué) est observé pour les valeurs de glissement plastique obtenues.

Le troisième chapitre propose alors une méthode d'analyse des mesures AFM, faisant appel à ce modèle numérique : cette méthode permet d'obtenir, à partir des hauteurs moyennes de marches mesurées par AFM, les nombres de dislocations moyens émises par marche correspondants et, à partir des espacements inter-bandes moyens mesurés, les espaces inter-plans moyens. Ces données traduisent en effet plus directement l'intensité et la localisation de la plasticité que les mesures AFM brutes, qui sont des projections selon la normale à la surface de l'échantillon. De plus, la méthode proposée permet de prédire la famille de plans dont les marches seront les plus visibles en surface, c'est à dire les marches dont les dimensions seront mesurées par AFM. Il est alors possible de vérifier la pertinence de cette méthode, en comparant le plan prédit au plan observé expérimentalement, grâce à l'angle des traces formées à la surface de l'échantillon. Cette vérification a permis de montrer que le modèle estimait précisément le plan à considérer pour le traitement des données AFM. Le calcul du nombre moyen de dislocations et de l'espace inter-plan moyen a ensuite été mené pour les résultats correspondants et a permis d'observer une augmentation de 50% à 200% (selon les grains choisis pour les mesures) du nombre moyen de dislocations émises par marche et de l'espace inter-plan moyen en présence d'hydrogène (135 ppm massique) pour l'acier inoxydable 316L.

Pour le dernier chapitre, nous avons étudié l'effet de l'introduction d'hétérogénéités dans un calcul de plasticité cristalline sur la localisation du glissement, l'objectif étant d'observer si une telle méthode permet de diminuer l'échelle à laquelle la localisation de la plasticité peut-être modélisée. Un modèle 3D simple, constitué d'un unique grain à géométrie parallélépipédique, et contenant une centaine d'hétérogénéités, est utilisé. Les hétérogénéités consistent en des modifications locales des paramètres des lois du modèle mécanique, une hétérogénéité correspondant à une zone où ces paramètres sont constants. Les simulations de traction simple menées montrent que l'utilisation d'une telle méthode permet de simuler une localisation du glissement à l'échelle plus fine que lors d'un calcul « classique » de plasticité cristalline ; toutefois la propagation du glissement développé au niveau d'une zone d'hétérogénéité est engendrée par un effet d'inclusion correspondant à la zone d'hétérogénéité molle (respectivement dure) dans un milieu dur (respectivement mou), or cet effet n'est pas spécifique à l'échelle de modélisation considérée (échelle intragranulaire). Cette méthode ne semble donc pas pertinente pour modéliser une localisation fine du glissement au sein d'un grain.

Plus généralement, les éléments de réponse apportés par ces travaux, tout comme les outils et méthodes mis en place, permettent d'envisager une utilisation plus poussée du calcul numérique en parallèle d'essais expérimentaux, dans le but d'analyser la localisation du glissement. Les moyens de calcul s'améliorant, l'utilisation d'outils de dynamique des dislocations (DDD) couplés aux outils de plasticité cristalline (calculs « discrets-continus », voir le chapitre 2 pour une description et un exemple de tels calculs) semble indispensable pour cerner convenablement les effets de localisation à l'échelle des marches de glissement, tout en permettant d'effectuer des simulations sur des agrégats d'une vingtaine à une cinquantaine de grains. La méthode de modélisation d'agrégats utilisant une reconstitution 3D à partir de deux scans EBSD est pour l'instant nécessaire pour modéliser convenablement le comportement mécanique d'un agrégat précis (correspondant à un échantillon expérimental). Les méthodes de modélisation d'agrégats « réalistes » (voir la section 2.4.2.3) sont toutefois à considérer pour les calculs à partir d'agrégats synthétiques tels que ceux présentés au chapitre 2. La méthode d'analyse de mesure AFM grâce à la modélisation numérique qui est proposée au chapitre 3 encourage à réaliser de nouveaux essais ; avec notamment des chargements en hydrogène engendrant une concentration supérieure et plus en volume, ce qui permettra d'observer des effets plus marqués, et des échantillons se prêtant davantage à la modélisation numérique (notamment, une taille moyenne de grain supérieure à l'épaisseur des échantillons et un nombre de grains inférieur).

# Annexes

# Annexe A

# Résultats complémentaires de l'influence de la microstructure subsurface (chapitre 2)

## A.1 Distribution du glissement cumulé (isovaleurs)

### A.1.1 Glissement cumulé pour le premier agrégat

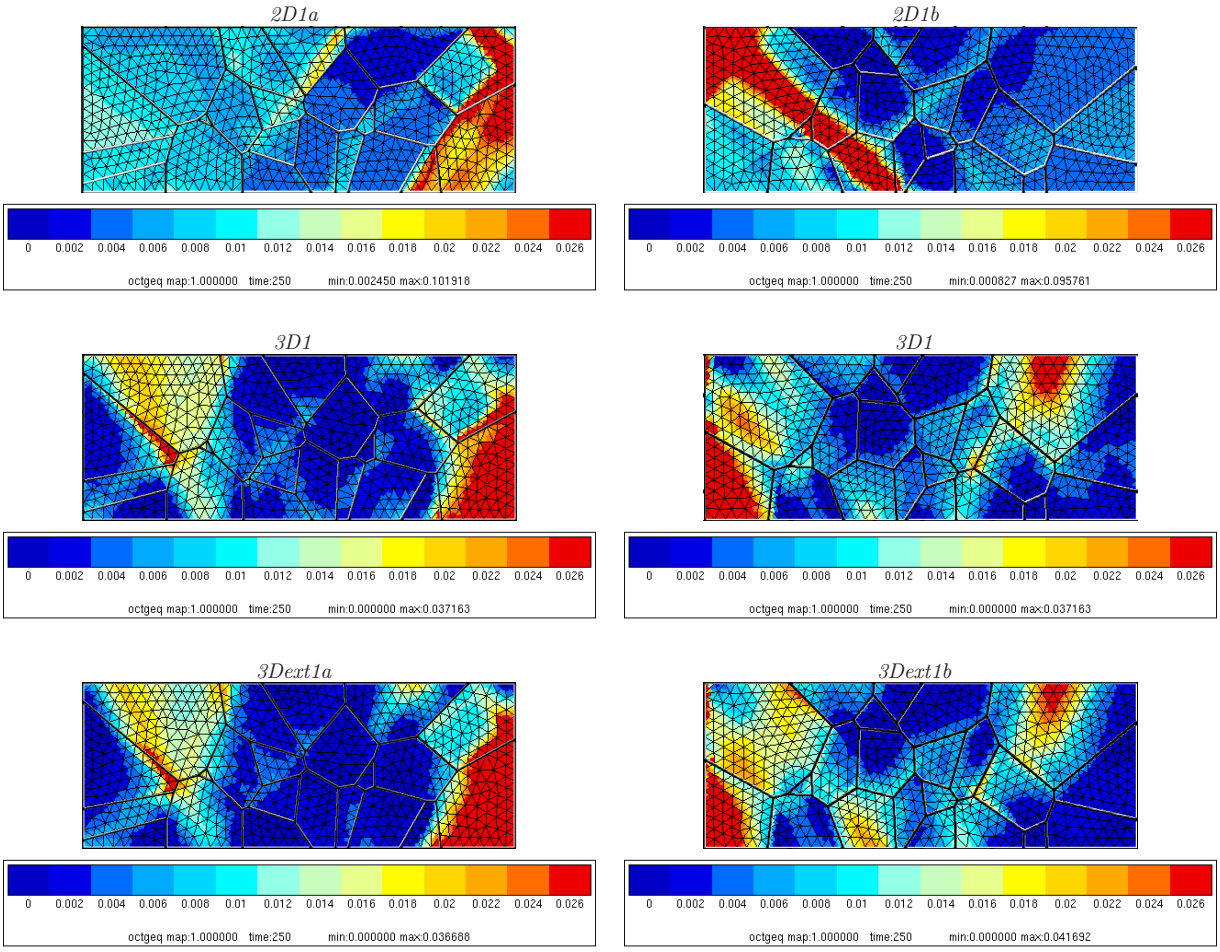



FIGURE A.1 – Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le premier agrégat

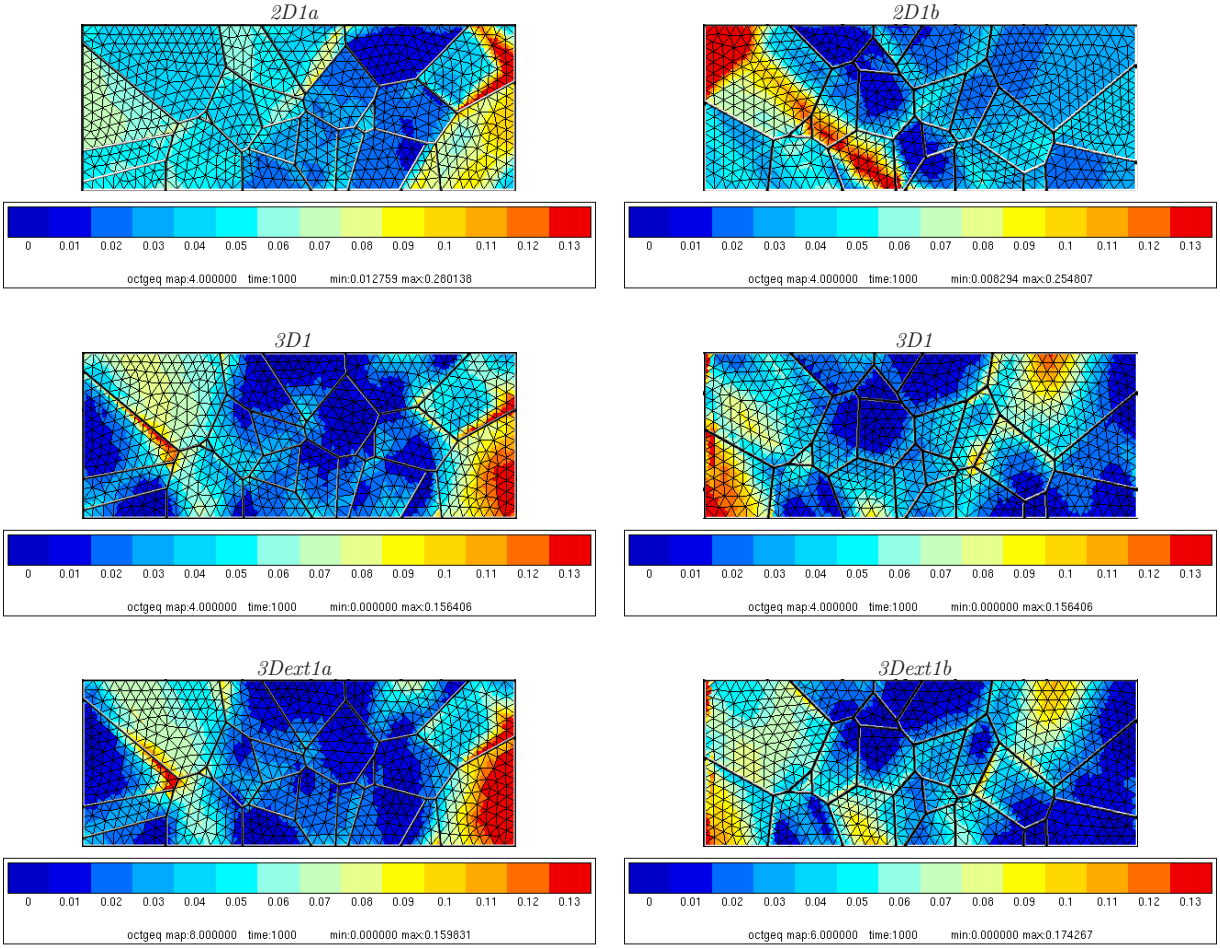



FIGURE A.2 – Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le premier agrégat

### A.1.2 Glissement cumulé pour le second agrégat

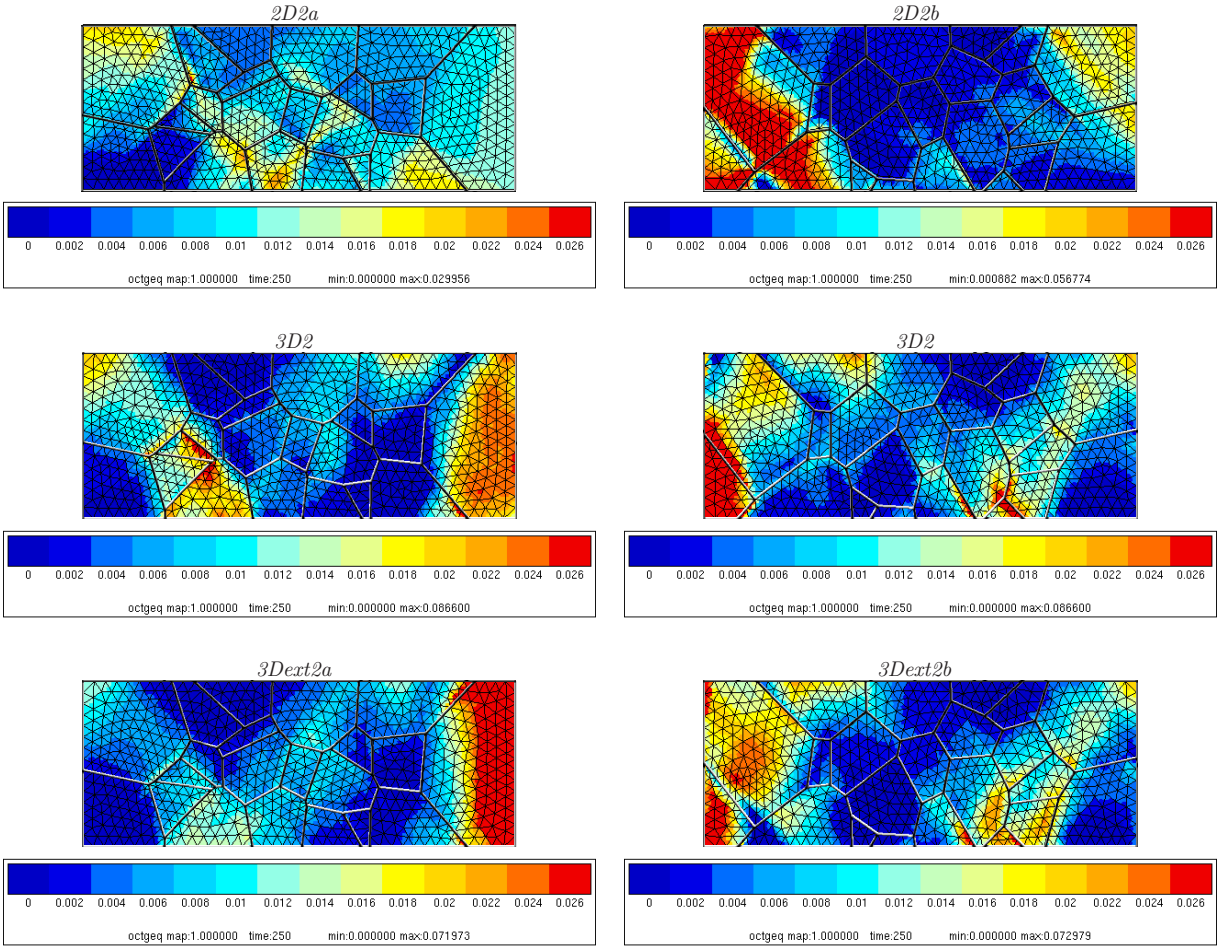



FIGURE A.3 – Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le second agrégat

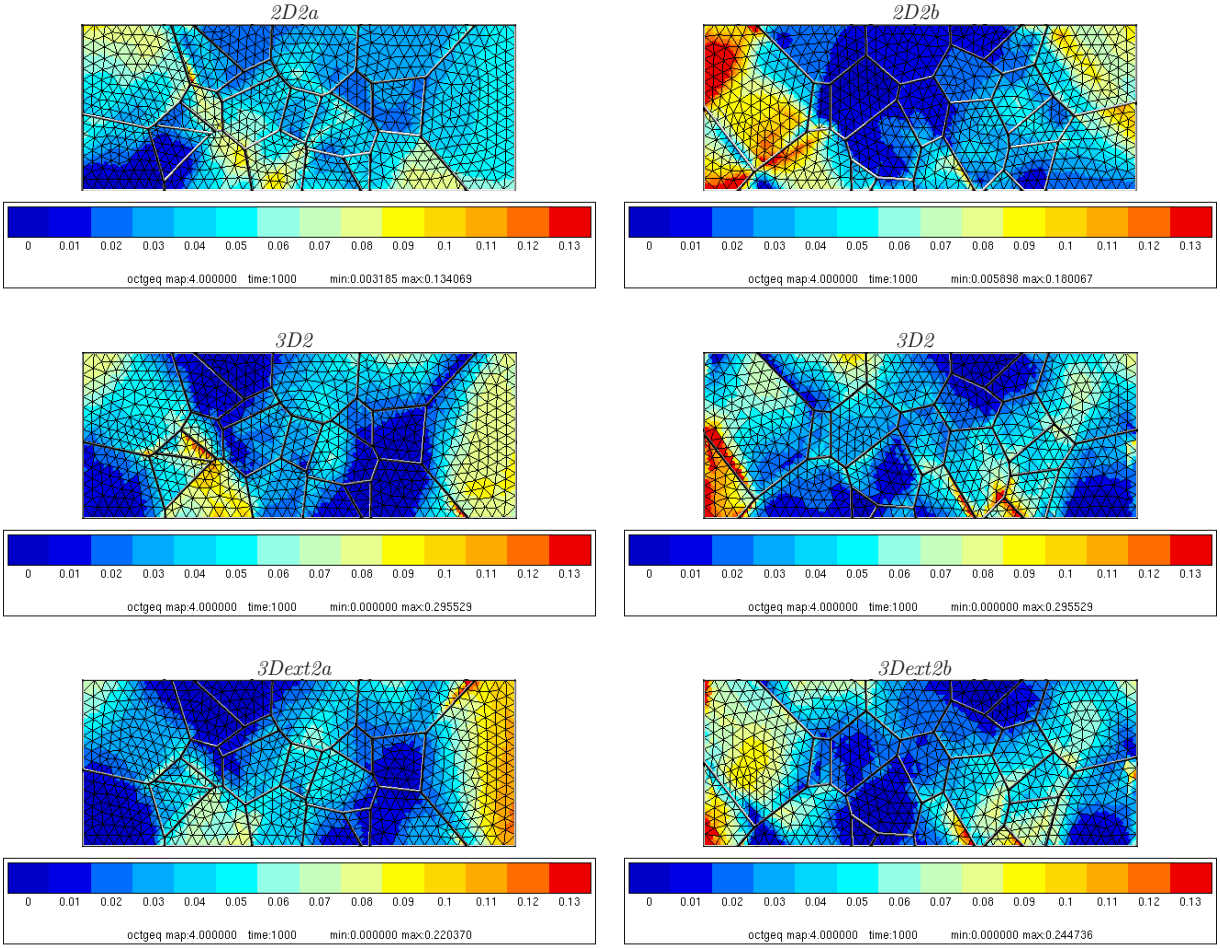



FIGURE A.4 – Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le second agrégat

### A.1.3 Glissement cumulé pour le troisième agrégat

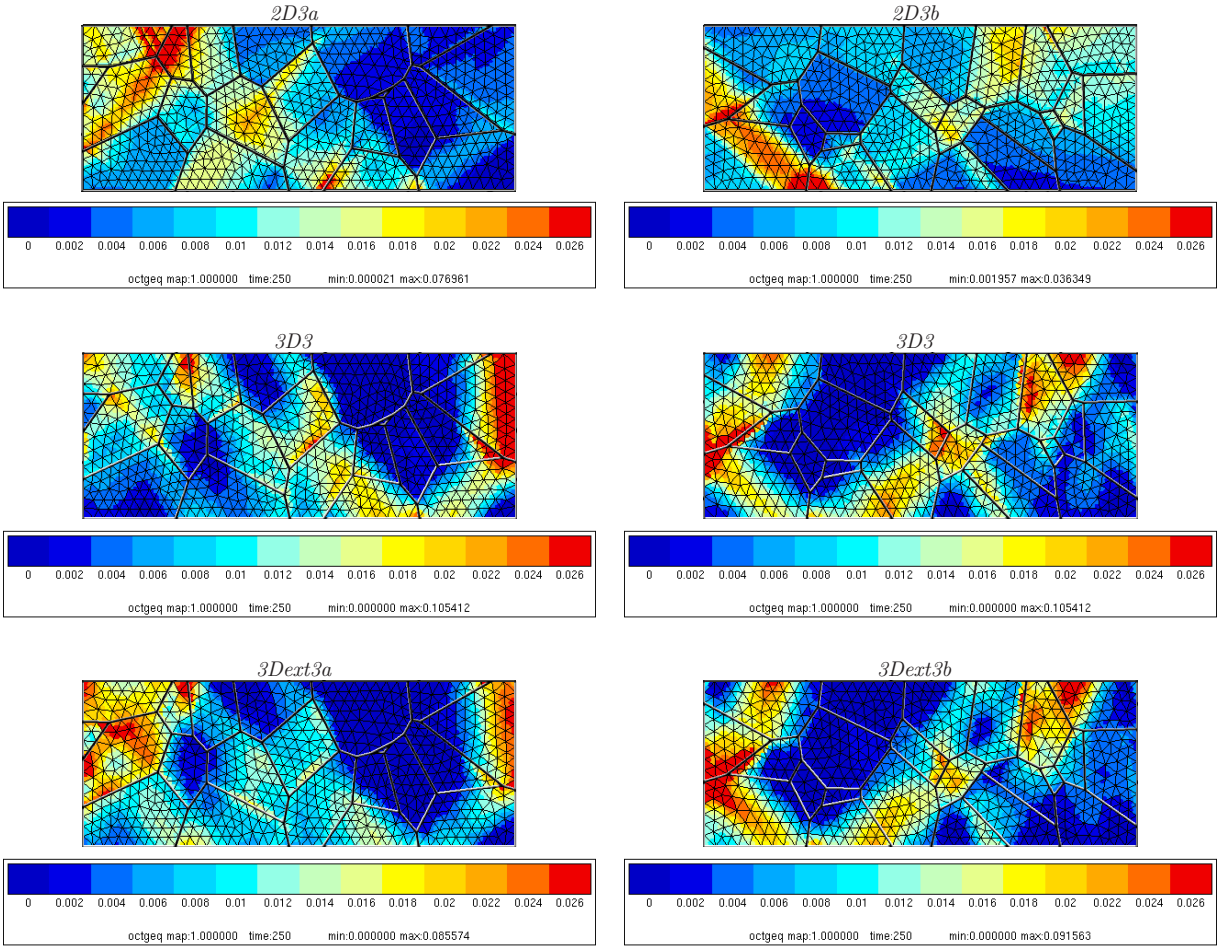



FIGURE A.5 – Résultats en glissement cumulé pour 0.5% de déformation axiale, pour le troisième agrégat

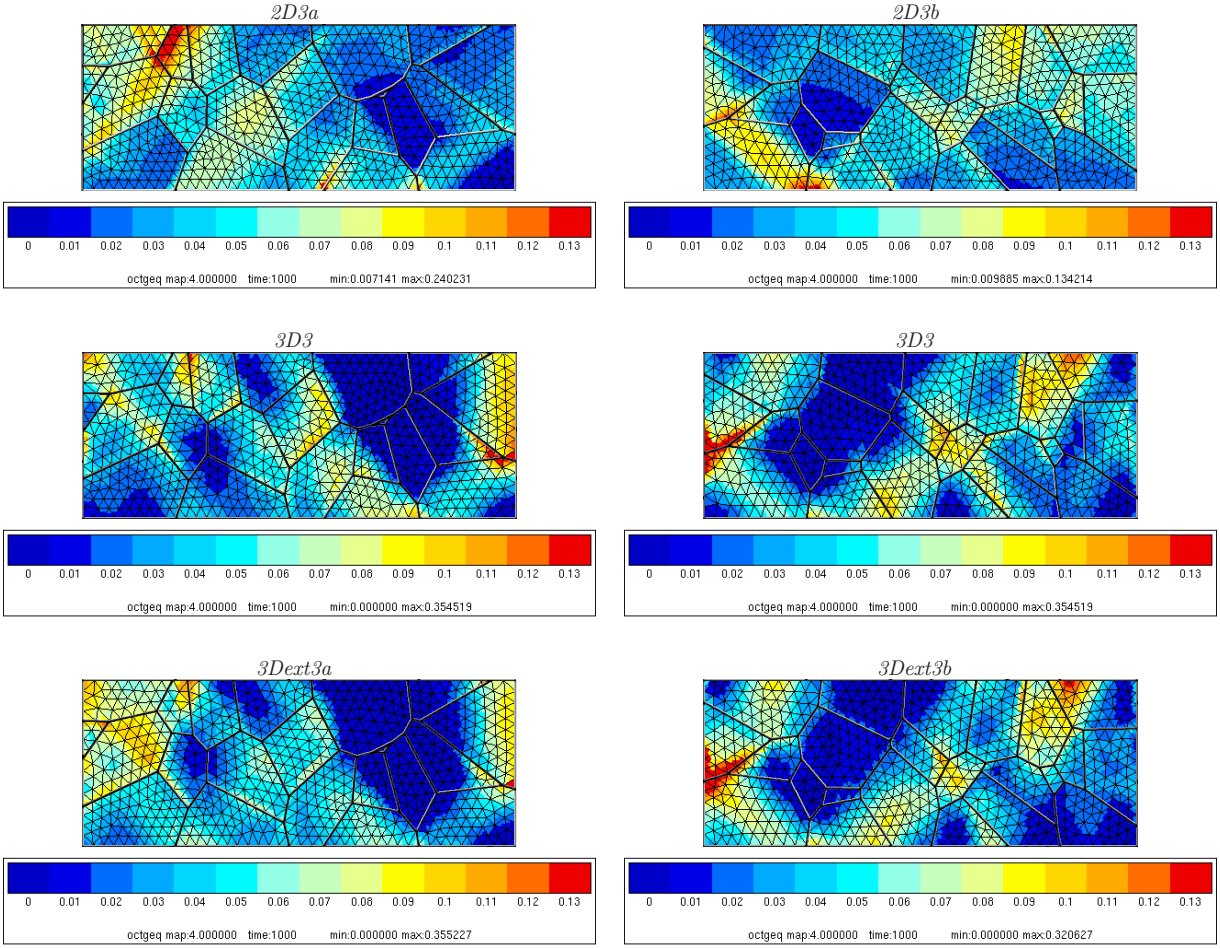



FIGURE A.6 – Résultats en glissement cumulé pour 2% de déformation axiale, pour le troisième agrégat

# Annexe B

# Implémentation des distributions aléatoires pour la modélisation de la localisation intragranulaire (chapitre 4)

## B.1 Introduction

Le logiciel ZéBuLoN, utilisé pour les calculs numériques, permet d'utiliser une distribution hétérogène pour chacun des paramètres matériau du calcul. La figure B.1 schématise en quoi consiste cette opération.

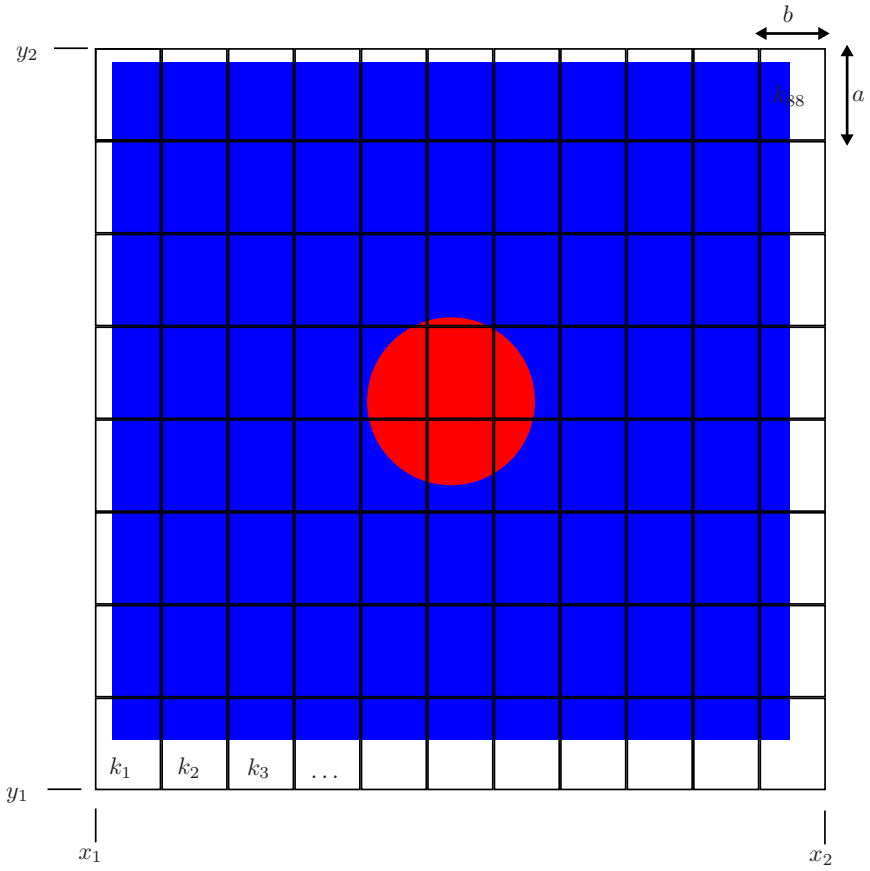



FIGURE B.1 – Schéma de l'implémentation d'une distribution hétérogène, $[k_1, k_2, \ldots, k_{88}]$, d'une variable $k$ dans ZéBuLoN

Tout d'abord, l'utilisateur définit la distribution à utiliser, c'est à dire une liste de valeurs que prendra le paramètre matériau en question. ZéBuLoN utilise ces valeurs en « recouvrant » le maillage d'un quadrillage carré (cubique en 3D) dont la position et la taille de cellule sont contrôlées par l'utilisateur. Chaque cellule reçoit une valeur issue de la distribution. La première valeur de la distribution est donnée à la cellule en bas à gauche et le remplissage continue, de ligne en ligne, jusqu'à ce que la cellule en haut à droite reçoive une valeur (les valeurs supplémentaires sont ignorées).

À chaque étape de calcul, à un point d'intégration donné, les paramètres matériau de la cellule dans laquelle le point d'intégration est situé seront utilisés pour les différentes lois de comportement. Selon la taille de cellule définie, plusieurs point d'intégration peuvent se situer dans une cellule, et donc « recevoir » la même valeur. La taille de cellule permet donc de contrôler le nombre d'hétérogénéités dans le grain que l'on souhaite modéliser. Pour cette étude, le

nombre d'hétérogénéités au sein du grain a été fixé à 100. Ce paramètre peut s'avérer intéressant pour ajouter une échelle plus précise de modélisation : pour un matériau donné, un grain avec moins d'hétérogénéité correspondrait ainsi à un grain de plus petite taille, ce phénomène est d'ailleurs directement observé sur un polycristal, car la grille reste constante d'un grain à l'autre (les petits grains comportent donc moins d'hétérogénéités que les gros grains).

## B.2 Contrôle de la distribution des valeurs aux points d'intégration

Pour les calculs menés, la distribution sera uniquement utilisée pour le grain central. Il faut cependant définir la distribution sur tout le maillage (en d'autres termes, le quadrillage doit être plus grand que le maillage). Dans la distribution que l'on choisit, il y a donc une partie des valeurs qui n'est pas utilisée.

Si on veut contrôler les valeurs distribuées aux différents point d'intégration du grain central, il est nécessaire de connaître les indices de ces valeurs dans la distribution (donnée en liste de valeurs). Pour cela, il est pratique de faire un premier calcul où une distribution $[1, 2, 3, \ldots, n]$ est utilisée pour un paramètre quelconque ; c'est à dire une distribution où chaque valeur est égale à son indice dans la liste.

Un post-traitement calculant, pour chaque point d'intégration du grain, les valeurs du paramètre utilisé, permettra ensuite de récupérer les valeurs distribuées sur le grain, et donc les indices de la distribution à considérer : si, pour un point d'intégration donné, la valeur calculée est $k$, on saura alors que c'est la $k^e$ valeur de la liste définissant la distribution qui sera utilisée pour définir la valeur prise par un paramètre à ce point.

Cette opération ne nécessite qu'un pas de calcul, qui sera fait dans le domaine élastique pour minimiser le temps de calcul. Un nouveau calcul est nécessaire chaque fois qu'un paramètre du quadrillage (positions ou taille de cellule) est modifié.

On connaît donc les indices de la distribution correspondant au grain central : c'est à ces indices que seront écrites les différentes valeurs de la distribution du paramètre choisi (les autres valeurs étant fixés à 0). La prochaine partie présente la méthode utilisée pour définir les bornes choisies pour le différentes distributions.

# Annexe C

# Résultats complémentaires de la localisation intragranulaire (chapitre 4)

Cette partie présente l'intégralité des résultats observés dans le cadre du chapitre 4. Ces résultats sont arrangés par tirage de distribution (trois tirages ont été utilisés), puis par orientation critallographique du grain : $(0^\circ,0^\circ,0^\circ)$, $(0^\circ,0^\circ,10^\circ)$ et $(0^\circ,0^\circ,45^\circ)$. L'allure de la distribution est représentée par la distribution du paramètre $R_0$ : l'allure des distributions des autres paramètres sont identiques, seules les bornes sont changées (voir 4.2.3). La distribtion du glissement cumulé, *octgeq*, et alors représentée pour chaque cas de distribution aléatoire.

## C.1 Résultats pour la première distribution

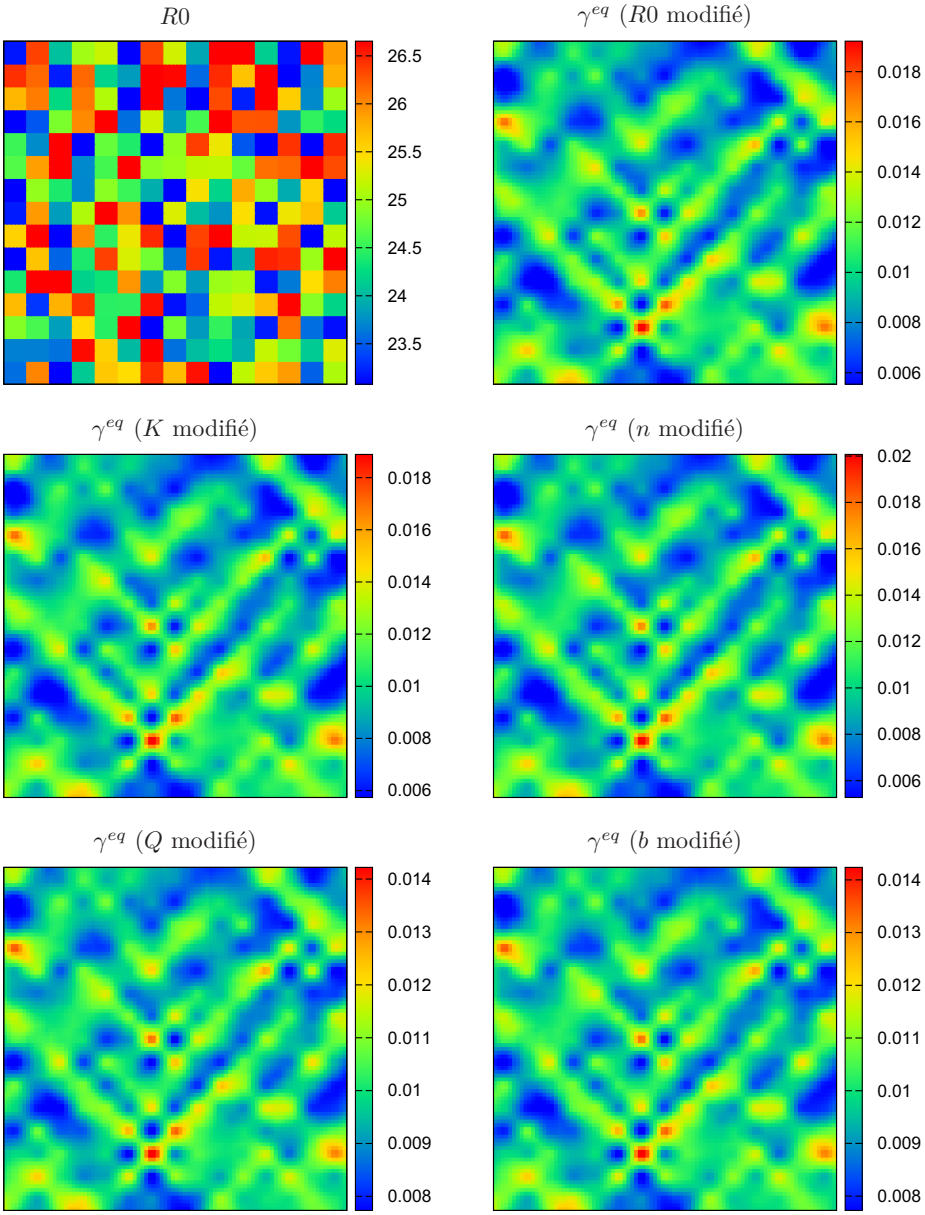



FIGURE C.1 – Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°).

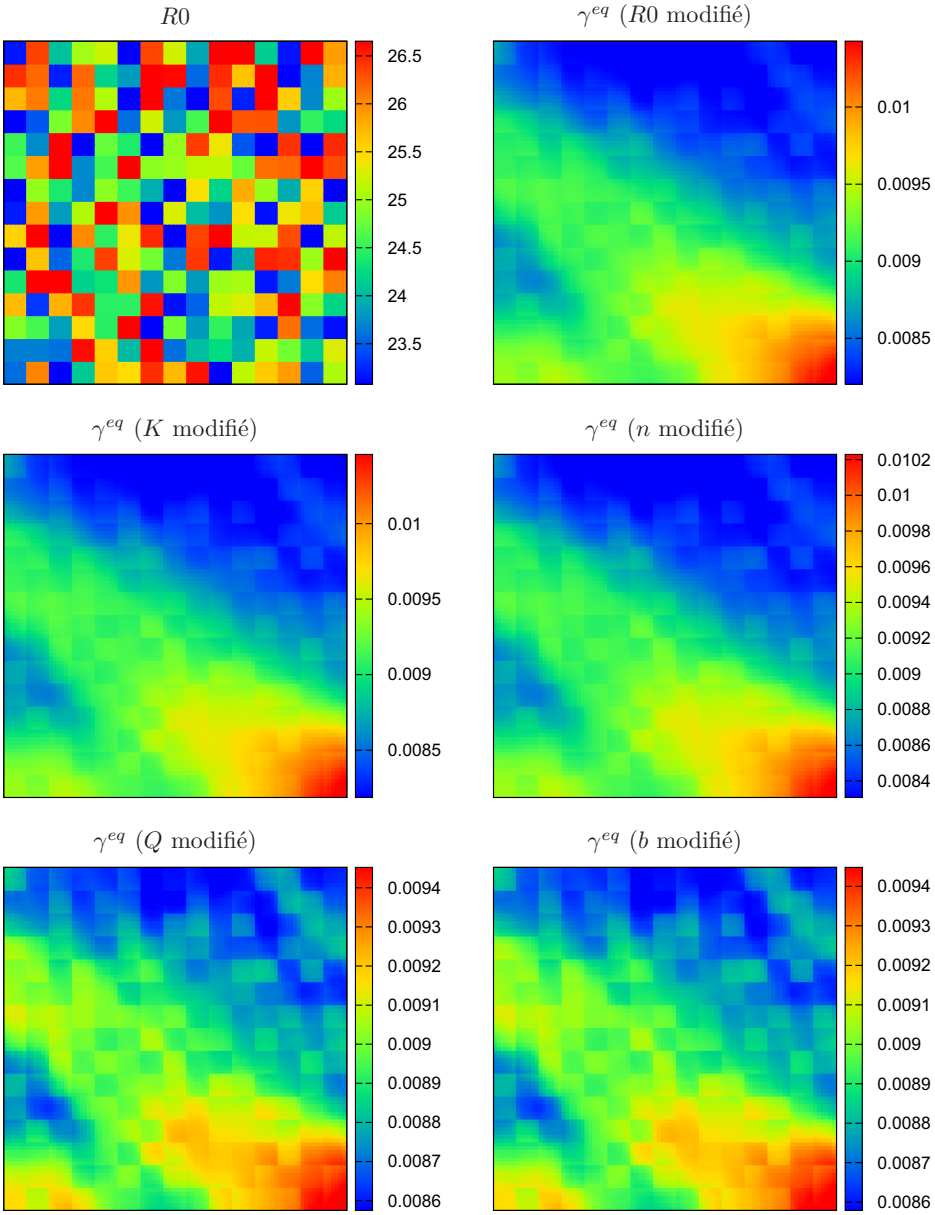



FIGURE C.2 – Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,10°).

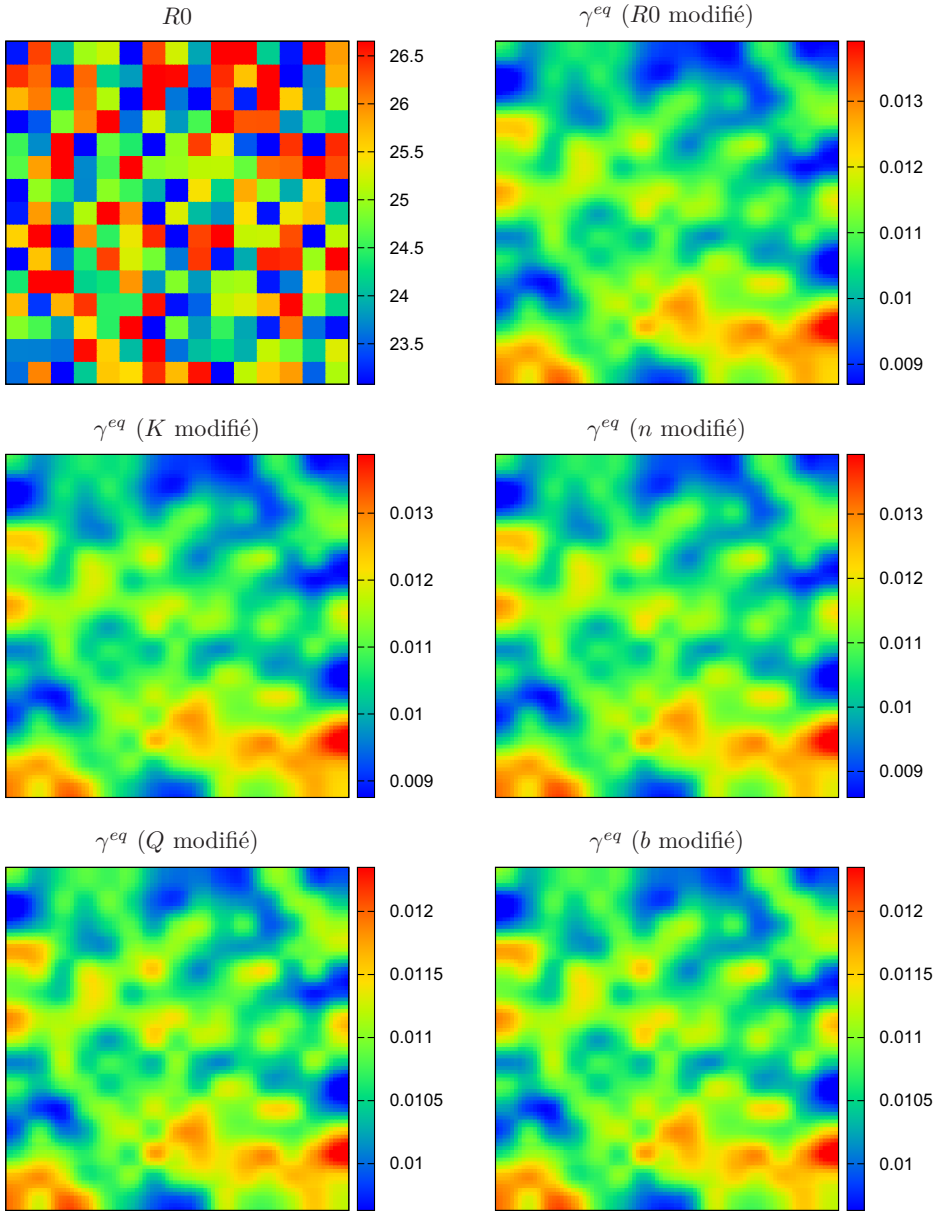



FIGURE C.3 – Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,45°).

## C.2 Résultats pour la deuxième distribution

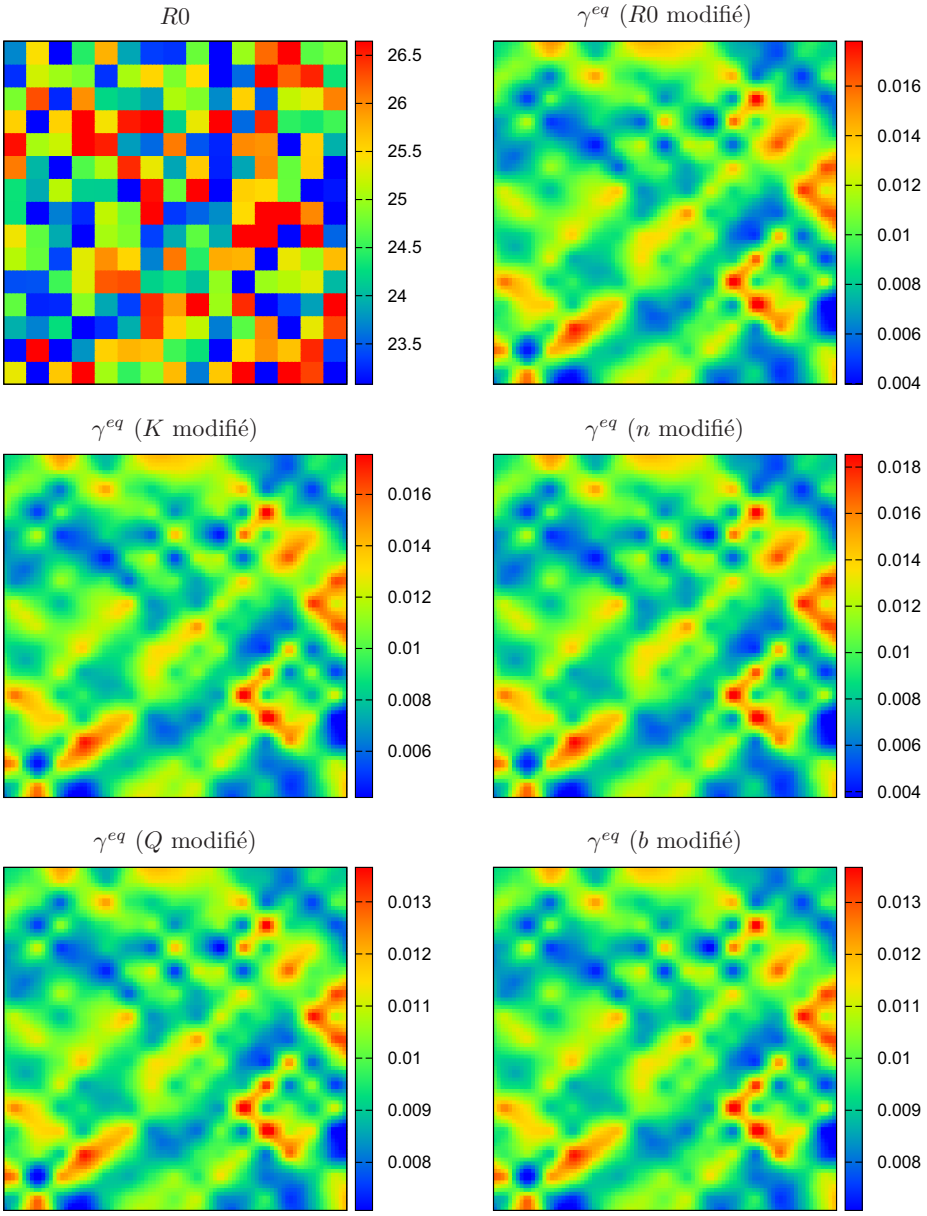



FIGURE C.4 – Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,0°).

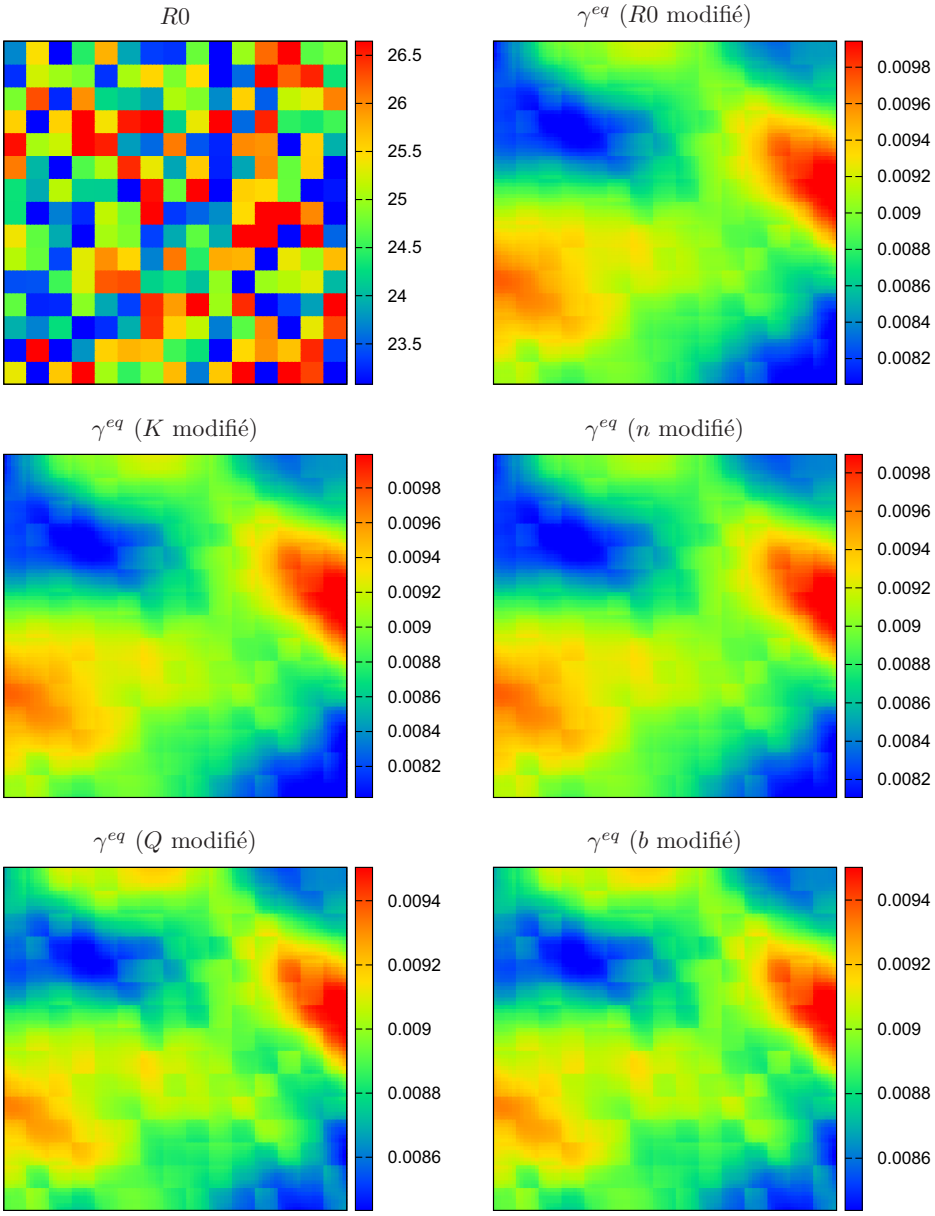



FIGURE C.5 – Allure des distributions des paramètres matériau et distributions du glissement cumulé équivalent observées au sein du grain orienté à (0°,0°,10°).