

Etude combinée de la dynamique des dislocations de monocristaux en fatigue cyclique : émission acoustique et caractérisations microstructurales.

G.L'hôte^a, C.Le Bourlot^a, S.Cazottes^a, M.Montagnat^b, S.Deschanel^a

a. INSA-Lyon, MATEIS CNRS UMR5510, F-69621 Villeurbanne, France

b. LGGE, CNRS, UFG-Grenoble, 38402 St Martin d'Hérès, France

gabriel.l-hote@insa-lyon.fr, christophe.le-bourlot@insa-lyon.fr, sophie.cazottes@insa-lyon.fr, Maurine.Montagnat@univ-grenoble-alpes.fr,
stephanie.deschanel@insa-lyon.fr.

Résumé

Les mécanismes de plasticité cristalline à l'échelle des structures de dislocations ont un rôle capital sur la réponse des matériaux à un chargement complexe. Des études antérieures ont montré que la déformation plastique pouvait revêtir un caractère intermittent (sous forme d'avalanches de dislocations, sans échelle caractéristique) et pouvait coexister avec une plasticité plus « classique » (nombreux mouvements de dislocations, de faible ampleur, et décorrelés entre eux). Cette coexistence pourrait dépendre de (i) la nature du matériau et (ii) du mode de chargement (monotone vs cyclique). Ce projet propose d'étudier l'influence du chargement cyclique et de la structure cristalline sur la nature physique des processus et leur évolution au cours de la fatigue. Des essais de fatigue cyclique, suivis en émission acoustique (EA), seront couplés à des caractérisations microstructurales (ECCI, « Electron Channeling Contrast Imaging », méthode innovante pour observer les dislocations au MEB), permettant d'associer l'évolution de la plasticité à celle des structures de dislocations.

Mots clés : Plasticité ; intermittence ; Fatigue cyclique ; Emission Acoustique ; ECCI

Introduction

La fatigue est un des phénomènes les plus dangereux dans l'exploitation actuelle des matériaux, amenant à la rupture brutale des structures. On le rencontre des réacteurs nucléaires jusqu'à la micro-électronique. Répandu, ce phénomène, et ses conséquences, reste cependant encore peu connu et seule des lois empiriques, telles que la relation Manson Coffin permettent de prédire la durée de vie en fatigue des structures, là où les méthodes de contrôle non-destructives n'en sont pas capable.

Les mécanismes de plasticité cristalline à l'échelle des structures de dislocations ont un rôle capital sur la réponse des matériaux à un chargement complexe, et en particulier cyclique. Nous savons depuis une quinzaine d'année (de part des études sur la glace et d'autres matériaux) que la plasticité peut être intermittente, sous la forme d'avalanches de dislocations, sans échelle caractéristique. En effet, des expériences antérieure réalisées sur des mono et poly-cristaux de glace, sollicités en fluage, ont montré que la déformation plastique ne s'effectuait pas de manière homogène en temps et en espace, mais se présentait au contraire, sous la forme d'avalanches de dislocations (de manière hétérogène et intermittente) (1) (2). Ces résultats ont été confirmés sur d'autres matériaux (monocristaux métalliques HC) (2) (3) (4), ainsi que par plusieurs modèles numériques (2) (5). Ces résultats ont principalement été obtenu sous sollicitations monotones, à l'exception de quelques travaux de modélisation en fatigue (6). En conséquence, on peut se demander quelle serait la situation dans le cas de sollicitation en fatigue cyclique. Il est généralement considéré que la fatigue est propice à la formation de structures de dislocations, de tailles caractéristiques (dans le cas des CFC tout du moins).

En réalité, l'importance de la dynamique intermittente de la plasticité pourrait dépendre de (i) la nature du cristal et (ii) du mode de chargement (7). Des travaux antérieurs suggèrent que pour les structures privilégiant les interactions à courte portée entre dislocations (e.g CFC), l'intermittence serait limitée et coexisterait avec une plasticité plus « classique », faite de nombreux petits mouvements de dislocations, décorrelés entre eux. La taille caractéristique de ces mouvements pourrait être associée à la formation de structures de dislocations, entravant le déplacement des avalanches. A l'opposé, dans des matériaux tels que la glace, où les interactions à longue

portée entre dislocations sont favorisées, la formation de ces structures de dislocation est moins importante, et la plasticité est principalement intermittente.

Des mesures en émission acoustique (EA), effectuées sur des matériaux de différentes structures cristallines (6), ont montré que les fluctuations « douces », qui révèlent des mouvements de dislocation non corrélés, prévalaient dans les matériaux où les enchevêtrements font obstacle à la propagation des avalanches de dislocation. A l’opposé, des fluctuations « sauvages », représentatives d’évènements de grande ampleur et fortement corrélés, prédominent dans les structures où les interactions longue distance entre dislocations laissent possible l’auto-organisation des dislocations.

Concernant le mode de sollicitation, la fatigue pourrait atténuer le caractère intermittent de la plasticité en renforçant et en stabilisant la formation des structures de dislocations. Des travaux effectués sur l’aluminium, suivit par EA, semblent être en adéquation avec ce scénario, mais ont aussi indiqué la présence de rares et brusques réarrangements, signe d’une réorganisation à grande échelle de la structure de dislocations, cette dernière, étant considérée stable une fois formée durant le stade de saturation (8) (9).

Une meilleure compréhension de ces phénomènes est nécessaire pour accéder aux mécanismes de plasticité et de rupture sous chargement cyclique (10), mais permettra aussi de comprendre les interactions entre dislocations responsables du durcissement et précurseur des processus de recristallisation dynamique. Ce projet porte sur la continuité de ces premiers résultats. En travaillant sur différents cristaux monocristallins, il sera possible d’étudier l’évolution de la plasticité au cours de la fatigue cyclique (évolution des fluctuations « douces » et « sauvages »). L’utilisation de l’émission acoustique, couplée à une caractérisation microstructurale (Electron Channeling Contrast Imaging(ECCI), méthode d’observation innovante des dislocations), nous permettra de relier l’évolution de la plasticité à la structure de dislocations présente dans le matériau.

Matériau et méthodes

Monocristal de cuivre : élaboration et orientations

Les matériaux choisis pour cette étude sont des monocristaux de cuivre de pureté 99.999%, élaborés à l’Institut Laue Langevin (ILL, Grenoble). Les sources d’EA peuvent être nombreuses, et le choix d’un monocristal de cuivre pur devrait permettre d’étudier seulement l’EA provenant des mouvements de dislocations et des microfissurations. En effet, aucune transformation de phase ne sera induite, et la pureté du matériau permet de négliger un effet due aux éventuelles inclusions. De plus, l’absence de joint de grain réduit encore les sources possibles d’EA et limite les phénomènes autres que le glissement de dislocation (6).

La Figure 1 représente une éprouvette de cuivre pour des essais de fatigue oligocyclique suivis par EA. L’échantillon est mis en forme par électroérosion puis, une attaque chimique à l’acide nitrique est appliquée pour supprimer la zone de surface affectée thermiquement par la découpe.

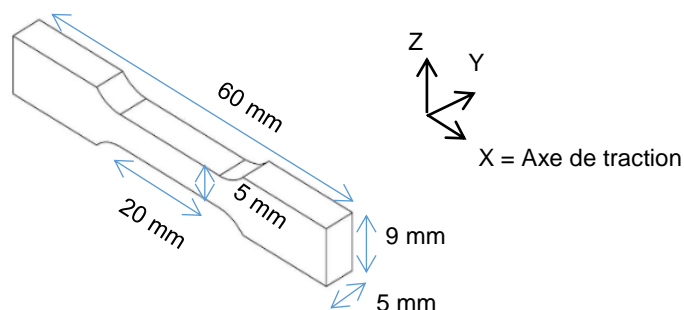


Figure 1. Représentation des éprouvettes de fatigue.

Des monocristaux de deux orientations cristallographiques, notées (a) et (b) ont été découpés. Le Tableau 1 représente les deux orientations cristallographiques des cristaux étudiés.

Orientation	x	y	z
a	<101>	<001>	<101>
b	<011>	<111>	<112>

Tableau 1. Orientation cristallographiques (a) et (b) des monocristaux de cuivre. La direction de sollicitation est suivant la direction X

Emission acoustique et sollicitations mécaniques

L'émission acoustique est une technique permettant de récupérer l'onde libérée par la relaxation de la structure interne d'un matériau sollicité. C'est une méthode non destructive permettant l'étude in situ de déformations inélastiques tels que l'endommagement, les mouvements de dislocation ou encore le maclage^{12,13}.

On considère généralement deux types d'émission acoustique : l'EA continue (signaux de faibles énergie et fréquent dans le temps) et l'EA discrète (Signaux de forte énergie et de plus faible durée). Le système d'acquisition utilisé est développé par Physical Acoustic Corporation (PAC) : système PCI-2 à deux voies. Des capteurs piézoélectriques (nano30 PAC) sont positionnés à la surface de l'échantillon et maintenus grâce à une colle silicone, assurant le rôle de couplant pour le transfert des ondes acoustiques.

Avant tout essais de fatigue oligocyclique, les échantillons de cuivre pur sont polis électro chimiquement sur une polisseuse Struer : Lectropole-5®. Un premier nettoyage de la surface à l'eau savonneuse, puis à l'éthanol est effectué. Les échantillons sont ensuite polis chimiquement grâce à l'électrolyte D2 (Composant majoritaire H3PO4) puis de nouveau nettoyés et séchés, pour enfin être conservés sous vide.

Des essais de fatigue oligocyclique ont été effectués sur une machine de fatigue cyclique hydraulique conçue au laboratoire MATEIS, adaptée à des essais suivis par EA. Les essais ont été effectués à contrainte imposée et différents de palier de contrainte ont été atteint de manière à définir le domaine de plasticité macroscopique des échantillons ($R_{\sigma 1} = \sigma_{min}/\sigma_{max} \approx 0.2$; $R_{\sigma 2} \approx 0.14$; $R_{\sigma 3} \approx 0.11$; $R_{\sigma 4} \approx 0.09$; $R_{\sigma 5} \approx 0.076$; $R_{\sigma 6} \approx 0.066$) et une fréquence de 0,1Hz. Le montage des éprouvettes dans la machine de fatigue cyclique se fait par l'intermédiaire d'une fixation dans des mors. Les éprouvettes de cuivre pur sont très ductiles, de ce fait, deux types de mors ont été étudiés pour observer l'influence du montage sur l'endommagement du cristal : un montage de l'éprouvette dans les mors par collage de celle-ci à l'aide d'une colle haute résistance (Loctite 9466®), et un montage par serrage mécaniques des têtes d'éprouvettes dans des mors. Une caractérisation de la microstructure a été effectuée par ECCI, permettant d'observer les structures de dislocations en surface sur un microscope électronique à balayage Supra 55VP.

Résultats et discussions

Etude du cuivre pur sollicité en fatigue oligocyclique (éprouvette avec orientation (a))

Un essai de fatigue oligocyclique suivi en EA, sur une éprouvette de cuivre pur avec l'orientation (a) est présenté Figure 2.a. Cet échantillon a été maintenu dans le système par collage des têtes de l'éprouvette dans les mors, de manière à ne pas imposer de contrainte mécanique et ainsi limiter l'endommagement du monocristal avant de solliciter l'éprouvette. Les paliers de contraintes imposée vont de 5-25MPa à 5-75MPa.

La figure 2.a représente l'évolution de la contrainte en fonction du temps, sur laquelle sont superposées l'activité acoustique continue (énergie acoustique avec les courbes verte et violette (en aJ) et discrète (points noirs, représentant la contrainte à laquelle un signal est apparu).

Dans ce premier essai, il a été considéré que la limite élastique macroscopique avait été atteinte lorsque des boucles d'hystérésis apparaissaient (Figure 2.a). Le palier d'amplitude de contrainte 5-75MPa est ici le palier de déformation plastique macroscopique.

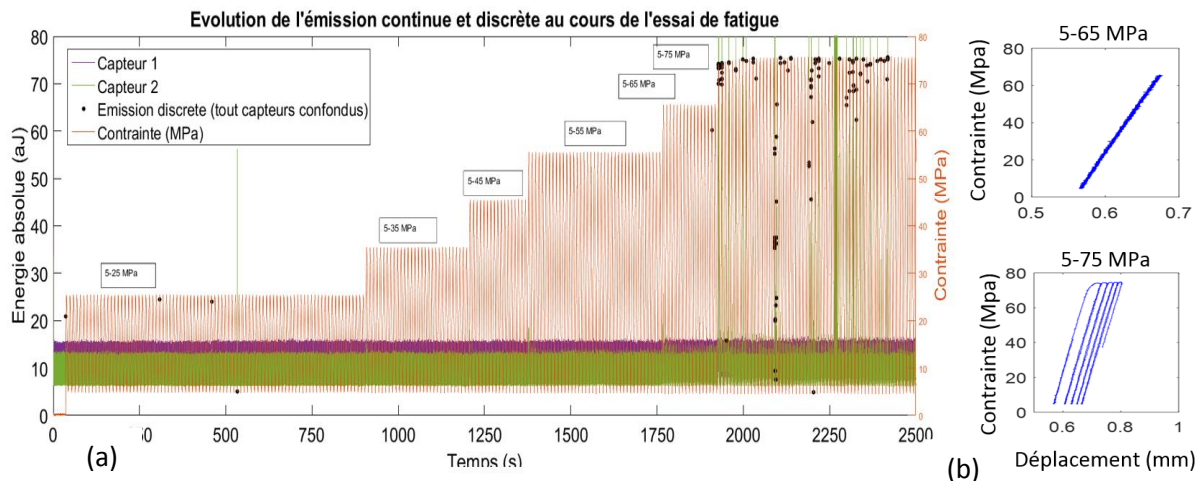


Figure 2 : (a) Contrainte imposée et EA continue et discrète au cours de l'essai de fatigue sur cuivre pur. (b) Déplacement de la machine de fatigue cycle en fonction de la contrainte.

Des premières analyses montrent que l'EA discrète n'apparaît pas (ou très peu) dans le domaine considéré comme élastique. La Figure 3 représente l'évolution de l'EA continue (énergie acoustique) au cours de la transition entre le palier de contrainte 5-65MPa et 5-75MPa. Nous remarquons que l'EA continue évolue, lorsque la contrainte est constante, s'atténuant au cours des cycles de fatigue. De plus, on remarque sur ce graphe que l'émission acoustique continue évolue entre les deux paliers de contrainte. En effet, L'EA continue évolue brutalement au passage entre le palier 5-65MPa et 5-75MPa.

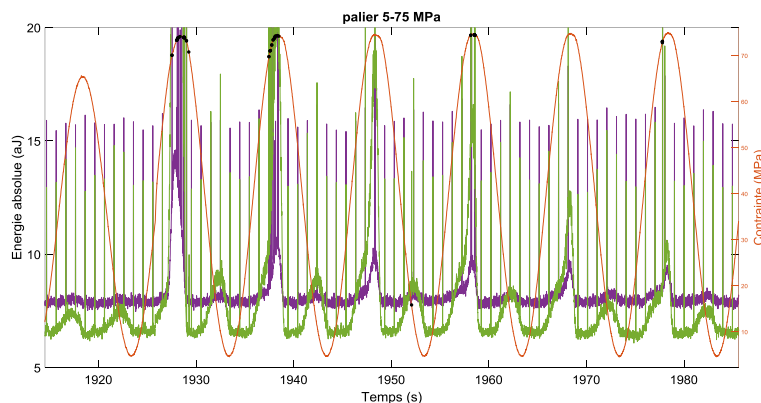


Figure 3. Evolution de l'EA continue (énergie) durant les premiers cycles de fatigue pour un palier (amplitude de contrainte imposée : 5-75MPa)

Ces premières observations peuvent nous mener à penser qu'au cours de la fatigue cyclique, les dislocations se déplacent jusqu'à rencontrer d'autres dislocations et former des jonctions. A mesure que les enchevêtrements augmentent, le libre parcours moyen des dislocations diminue et l'énergie élastique libérée par leurs déplacements est de même réduite. De ce fait, l'EA continue diminue jusqu'à devenir plus stationnaire, signe que la structure formée évolue moins rapidement qu'au début des cycles. Les signaux discrets (EA discrètes), apparaissant dans le domaine plastique du matériau sont, quant à eux représentatifs d'avalanches de dislocation (Figure 3.).

Pour caractériser les structures de dislocations présentes dans les matériaux étudiés, nous avons utilisé la technique ECCI à l'aide d'un microscope électronique à balayage Supra 55VP. L'intérêt de cette technique réside dans le fait qu'il est possible d'étudier la structure de dislocation en surface de manière non destructive, sur un échantillon sollicité, à l'inverse du MET. L'observation de la structure est donc plus rapide et plus facile que dans le cas du MET, bien que la résolution soit moins bonne. La Figure 4 est une acquisition en ECCI de la

structure de dislocation d'une éprouvette de cuivre pur avec l'orientation (b), après environs 8900 cycles. Nous pouvons observer assez clairement la formation d'une structure cellulaire de dislocations.

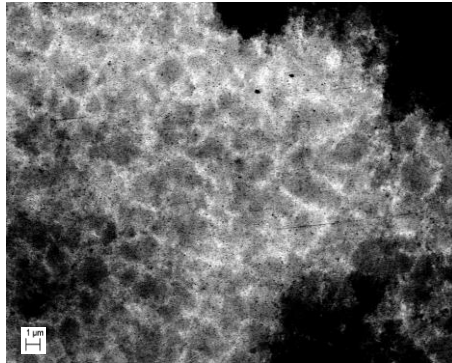


Figure 4. Structure de dislocations d'un échantillon de cuivre pur (orientation (b)) cyclé pendant ~8900 cycles.

Conclusion

Des premiers essais de fatigue oligocyclique sur des monocristaux de cuivre pur monocristallin, contrôlés en contrainte imposée, suivis par EA ont permis de mettre en avant l'évolution de la plasticité au cours des cycles de fatigue. Il s'agit d'essais préliminaire, cependant nous avons pu montrer que le nombre de cycle augmentant, l'EA continue (assimilable aux fluctuations douces) évolue avec une atténuation progressive. Cela pourrait avoir un lien avec l'évolution de la microstructure s'organisant dans le matériau. L'EA discrète (assimilable aux fluctuations sauvages et aux avalanches de dislocations) n'apparaît pas avant le domaine de plasticité macroscopique, signe que des avalanches ne semblent pas se produire dans le domaine élastique. Enfin, des premiers résultats de caractérisation de la microstructure de dislocation montrent que l'ECI peut être une technique complémentaire à l'EA, pour relier les signaux acoustiques reçus à la microstructure.

Bibliographie

1. Miguel, M.C., Vespignani, A., Zapperi, S., Weiss, J. & Grasso, J.R. *Intermittent dislocation flow in viscoplastic deformation*. s.l. : Nature 410, 667671,, 2001.
2. Weiss, J., Richeton, T., Louchet, F., Chmelik, F., Dobron, P., Entemeyer, D., Lebyodkin, M., Lebedkina, T., Fressengeas, C. & McDonald, R. J. *Evidence for universal intermittent crystal plasticity from acoustic emission and high resolution extensometry experiments*. s.l. : Physical review B 76 224110, 2007.
3. Richeton, T., Dobron, P., Chmelik, F., Weiss, J. & Louchet, F. *On the critical character of plasticity in metallic single crystals*. s.l. : Mater. Sci. Eng., A 424, 190195, 2006.
4. Zaiser, M. *Scale invariance in plastic flow of crystalline solids*. s.l. : Advances in Physics 55, 185245, 2006.
5. Salman, O. U. & Truskinovsky, L. *Minimal Integer Automaton behind Crystal Plasticity*. s.l. : Physical Review Letters 106, 175503, 2011.
6. Weiss, J., Rhouma, W. B., Richeton, T., Deschanel, S., Louchet, F. & Truskinovsky, L. *From Mild to Wild Fluctuations in Crystal Plasticity*. s.l. : Physical Review Letters 114, 105504, 2015.
7. BenRhouma W., Deschanel S., & Weiss J. *Collective Dislocation Dynamics and Avalanches during Fatigue of Aluminum*. s.l. : AIP Conf. Proc. 1389, 15361539, 2011.
8. Kubin L. P., Fressengeas C. & Ananthakrishna. s.l. : G. in Dislocations in Solids (ed F.R.N. Nabarro and M.S. Duesbery) Ch. 57 (Elsevier: Amsterdam), 2002.
9. Mughrabi, H. *Cyclic plasticity and fatigue of metals*. s.l. : J. Phys. IV France 03, C7659C657668,, 1993.
10. Rouby, P. D., Fleischmann, P. & Duvergier, C. *Un modele de sources d'émission acoustique pour l'analyse de l'émission continue et de l'émission par sèves I. Analyse theorique*. s.l. : Philosophical Magazine Part B 47, 671687, 1983.
11. M.Shaira, N.Godin, P.Guy, L.Vanel, J.Courbon. 2008. *Evolution of the strain-induced martensitic transformation by acoustic emission monitoring in 304L austenitic stainless steel : Identification of the AE signature of the martensitic transformation and power law statistics*. s.l. : S.I. Materials Sciences and Engineering p.392-399, 2008.
12. Richeton T, Weiss J, Louchet F. *Dislocation avalanches : Role of temperature, grain size and strain hardening*. . 2005. s.l. : Acta Materialia P4463-4471.