

THESE DE DOCTORAT

Présentée à

L'UNIVERSITÉ DE SCIENCES ET TECHNOLOGIES LILLE 1

Ecole Doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement

UFR de Physique

Unité Matériaux Et Transformations UMET

Pour obtenir le grade de

Docteur

Spécialité Sciences des Matériaux

Par

Abderrazak DAOUD

**Fatigue à haute température des alliages Cu-Al₂O₃
utilisés pour les absorbeurs de photons**

Soutenue le 01 juillet 2013 devant le jury d'examen :

Président	Thierry GLORANT	Professeur, INSA Rennes
Rapporteur	Farhad REZAI-ARIA	Professeur, Ecole des Mines d'Albi Carmaux
Rapporteur	Andrei CONSTANTINESCU	Directeur de recherche CNRS, Ecole Polytechnique-Palaiseau.
Invité	Jean-Claude BAISCI	Ingénieur, ESRF Grenoble.
Directeur de thèse	Jean-Bernard VOGT	Professeur, ENSCL, Lille
Co-directeur de thèse	Eric CHARKALUK	Directeur de recherche CNRS, Ecole Centrale de Lille.

REMERCIEMENTS

En tout premier lieu, je voudrais exprimer ma gratitude et ma plus profonde reconnaissance à *Jean-Bernard VOGT* et *Eric CHARKALUK* mon directeur et co-directeur de thèse pour leurs chaleureux accueil, pour leurs encouragements, pour leurs précieux conseils et pour toute leurs aide tout au long ma thèse.

Je remercie Monsieur Alexandre LEGRIS pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire UMET.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur *Farhad REZAI-ARIA* Professeur à l'école des Mines d'Albi Carmaux et Monsieur *Andrei CONSTANTINESCU* directeur de recherche de l'école Polytechnique-Palaiseau qui ont accepté d'être rapporteurs. Je les remercie d'avoir examiné ce travail avec tant d'intérêt et d'attention.

Merci également à Monsieur *Thierry GLORANT* Professeur à l'INSA Rennes qui a bien voulu accepter de présider le jury de cette thèse

Je voudrais également exprimer ma gratitude et mes plus vifs remerciements à *Lin ZHANG* et *Jean-Claude BIASCI* de l'ESRF pour leurs collaborations qui ont permis de mener cette thèse à termes.

Je remercie également l'ESRF pour son soutien matériel, en particulier pour la fourniture du matériau.

Me remerciements vont aussi à l'ensemble du personnel de l'équipe MPG du laboratoire UMET. Particulièrement *Jocelyn GOLEK*, *Damien CRETON*, *Jérémie BOUQUEREL* et *Ingrid PRORIOL-SERRE* pour leurs aide technique ; conseils et leurs chaleurs humaines qui m'ont exprimé. Sans oublier Vincent MAGNIER pour sa contribution dans la partie modélisation.

Je remercie vivement *Alain IOST* pour son soutien durant les deux années que j'ai passé à l'ENSAM.

Je dédie ce modeste travail à celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant que la volonté fait toujours les grands hommes à mon très cher père

Et a celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation à ma très chère mère ainsi qu'à mes frères et sœurs, mes grands parents, toute la famille et tous mes amis(es).

Enfin, il ne faut pas omettre tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.

À ma petite perle et ma lueur de lumière S.

*** *TOUT CE QUI NE NOUS TUE PAS NOUS REND PLUS FORT* ***

RÉSUMÉ

Les absorbeurs de photons, tels que ceux présents à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), sont soumis à des cyclages thermo mécaniques en raison du caractère pulsé et d'intensité variable du faisceau X auquel il est soumis. L'ambition d'accroître les intensités de faisceau implique une connaissance et une compréhension des mécanismes d'endommagement par fatigue thermique des matériaux constitutifs de l'absorbeur et leur modélisation. L'objectif de la thèse consiste donc à répondre à ces questions.

Une étude métallurgique des matériaux constitutifs de l'absorbeur a d'abord été réalisée. Ce composant comprend une partie en Glidcop AL-15 qui reçoit le faisceau de rayons X, un circuit de refroidissement et une plaque en cuivre OFHC, le tout relié par une brasure. Le Glidcop AL-15 est un cuivre pur renforcé par une fine dispersion d'oxydes d'alumine Al_2O_3 obtenu par oxydation interne d'un alliage Cu-Al.

Les comportements monotone et cyclique des deux matériaux, Glidcop AL15 et cuivre OFHC, ont été étudiés dans une large gamme de température [20-600°C] et de vitesse de déformation [10^{-2} - 10^{-4} S⁻¹]. Nous montrons que le Glidcop AL-15 présente des caractéristiques mécaniques et de résistance à la fatigue nettement supérieures à celles du cuivre OFHC. A partir d'analyses au MEB et au TEM des éprouvettes post mortem, il apparait que, l'ajout de nanoparticules d' Al_2O_3 ne modifie pas de manière radicale le mode de glissement des dislocations. Le rôle de l'anisotropie résultant du procédé de fabrication est mis en évidence.

A haute température, un modèle viscoplastique de type *Chaboche* avec un écrouissage cinématique non linéaire, et une viscosité non-linéaire, a été choisi. Un critère de ruine est finalement discuté afin de prédire la durée de vie des absorbeurs sous leurs nouvelles conditions d'utilisation.

ABSTRACT

Crotch absorbers, such as used at ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), are subjected to thermo mechanical cycling since they are submitted to a pulsed X beam of variable intensity. Since the wish is to increase beam intensities, then the identification and understanding of thermal fatigue damage mechanisms of materials present in the crotch absorber and their modeling become necessary. The PhD thesis aimed at answering these questions..

A metallurgical investigation of the materials that constitute the crotch absorber has been carried out. This component comprises a part made of Glidcop AL-15 which catch the X ray beam, a cooling system and an OFHC copper plate, all being assembled by brazing. Glidcop AL-15 is a pure copper matrix reinforced with a fine dispersion of Al_2O_3 nanoparticles and is elaborated by internal oxidation of a Cu-Al alloy.

Monotonic and cyclic behaviours of Glidcop AL15 and OFHC copper have been studied in a wide range of temperatures [20-600°C] and of strain rates [10^{-2} - 10^{-4} s⁻¹]. It is shown that Glidcop AL-15 exhibited mechanical properties and fatigue resistance much better than those of OFHC copper. From SEM and TEM analysis of post mortem specimens, it is found that the presence of Al_2O_3 nanoparticules did not modify very much the slip mode of dislocations. The role of anisotropy resulting from the manufacturing process is then pointed out.

At high temperature, a *viscoplastic material model* of the *Chaboche type* with a non linear kinematic hardening and a non-linear viscosity has been chosen. Finally, a *fatigue damage* criterion is discussed in order to predict the fatigue life of crotch absorbers according to their new use conditions.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I: Contexte industriel et matériaux	
1 Contexte industriel et objectif de l'étude	5
1.1. Rappel historique.....	5
1.2. Le rayonnement synchrotron.....	6
1.3. Description de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility).....	7
1.4. Les Crotch absorbeurs	8
1.4.1. Causes de ruine des absorbeurs.....	10
Conclusion et objectif de la thèse.....	11
2 Matériaux	12
2.1. L'oxydation interne.....	14
Conclusion	18
2.2. Cuivre OFHC	19
2.2.1. Composition du cuivre OFHC	19
2.1.2. Observation de la microstructure	19
2.2.3. Caractéristiques mécaniques du Cu-OFHC	20
2.3. Cuivre ODS par de fines particules d'alumine.....	20
2.3.1. Le Glidcop AL-15.....	21
a) Texture du Glidcop AL-15	22
b) Caractéristiques mécaniques	27
c) Caractérisation des fines dispersions d' Al_2O_3	27
Chapitre II: Effet du brasage et effet d'anisotropie	
Introduction	30
1 Techniques expérimentales et rappel bibliographique	31
1.1. Dureté Vickers	31
Matériel expérimental	32
1.2. Essai de traction	34

1.3. Introduction à la fatigue	35
1.3.1. Type de chargement	35
1.3.2. Courbe d'endurance (courbe de Wöhler)	36
1.3.3. Fatigue oligocyclique	37
1.3.4. La fatigue à haute température	38
1.3.5. Endommagement par fatigue	38
1.4. Caractérisation chimique	39
1.4.1. Analyse EDX	39
1.4.2. Microsonde de Castaing	39
2 Effet du brasage	41
2.1. Le brasage	42
2.2. Traitement thermique reproduisant le cycle de brasage	44
2.3. Observations MEB de la brasure	44
2.4. Analyse chimique de la brasure : (Analyse EDX)	45
2.5. Analyse de la microstructure	46
2.6. Influence du brasage sur les caractéristiques mécaniques du Glidcop	47
2.7. Résultats de l'effet de brasage	51
2.7.1. Essai de traction	51
2.7.2. Essai de fatigue	52
2.7.3. Observation des faciès de rupture	54
Conclusion	56
3 Effet d'anisotropie	56
3.1. Essais de traction	58
3.2. Faciès de rupture	59
3.3. Essais de fatigue	60
Conclusion	64

Chapitre III: Mécanismes d'endommagements

Introduction	65
Rappel bibliographique	66
1 Mode de déformation du cuivre	66
1.1 Déformation plastique dans les matériaux CFC	66
1.1.1 Introduction	66
1.1.2 Mécanismes de déformation plastique en plasticité monotone	66
1.1.3 Evolution de la microstructure	67
1.2 Consolidation cyclique des métaux et alliages C.F.C.	68
1. 2. 1 Comportement mécanique.....	68
1.3 Amorçage de fissure dans les BGP	70
1.4 Formation des intrusions et des extrusions.	71
2 Déformation cyclique et formation des BGP dans les alliages a précipités.....	72
2.1 Introduction	72
2.2 Comportement des alliages à précipités non cisillables.	73
3 Partie expérimentale.....	73
3.1 Introduction	73
3.2 Essais de fatigue du cuivre OFHC	73
3.3 Observation MEB (Cu-OFHC)	76
3.4 Essai de fatigue interrompu du Glidcop AL-15 ED et TD :	77
3.5 Observation MEB:	79
4 Analyse comparative de l'endommagement	82
5 Structure de dislocations	84
5.1 Préparation des lames minces	84
5.2 Structures de dislocation du Cu-OFHC	84
5.3 Structures de dislocations du Glidcop AL-15	85
5.4 Boucles d'hystérésis.....	88

Chapitre IV: Comportement en fatigue oligocyclique

Introduction	90
1 Protocole expérimental.....	90
2 Fatigue isotherme	91
2.1 Comportement cyclique isotherme	91
2.1.1 Glidcop AL-15-ED.....	91
2.1.2 Glidcop AL-15-TD.....	96
2.1.3 Le cuivre OFHC	98
3 Comparaison avec la littérature.....	102
3.1 Prédiction de la durée de vie en fatigue	103
4 Effet de l'environnement.....	105
5 Effet du temps de maintien.....	107
6 Oxydation.....	109
Conclusion.....	110

Chapitre V: Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Introduction	111
1 Essais mécaniques et stratégie d'identification :.....	112
1.1 Methodologie d'essai	112
2 Résultats de la campagne de caractérisation du comportement du Glidcop AL-15:	115
2.1 Effet de la vitesse, de la température et effet du temps.....	115
2.2 Effet d'anisotropie:.....	120
2.3 Ecrouissage initial X_0 :	122
2.4 Conclusion sur le comportement du Glidcop AL-15	122
3 Modélisation :.....	123
3.1 Elastoviscoplasticité :.....	123
3.2 Critère de plasticité et fonction de charge:.....	124
3.3 Déformation irréversible:	125
3.4 La viscosité:	126

4	Choix du modèle pour notre étude :	126
4.1	Modèle de chaboche Plastique CNL :	128
4.2	Modèle de chaboche Viscoplastique CNL	129
4.3	Loi Sinh	130
4.4	Les paramètres à identifier	130
4.5	Méthodes d'identifications – Optimisations	130
4.6	Algorithmes génétiques	130
4.7	Résultats de la simulation	133
4.8	Resultants <i>CHABOCHE</i> plastique CNL	133
4.9	Comparaison simulation (plastique CNL) et résultats expérimentaux	134
4.10	Resultants <i>CHABOCHE</i> Viscoplastique (Norton- Hoff) CNL	135
4.11	Comparaison simulation (viscoplastique CNL) et résultats expérimentaux	137
4.12	Resultants <i>CHABOCHE</i> Viscoplastique (Sinh) CNL	138
4.13	Comparaison simulation (viscoplastique (Sinh CNL) et résultats	139
5	Résultats simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)	141
5.1	Le modèle géométrique complet	141
5.1.1	Propriétés matériaux et conditions aux limites	141
6	Résultats de la simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)	143
7	Critère de ruine :	145
7.1	Courbe de Coffin-Manson	146
	Conclusion	150
	Conclusion générale & perspectives	151
	Références bibliographiques	
	Annexes	

Liste des figures

Introduction

Figure 1: Schéma temporelle des montées en température	2
Figure 2: Schéma de la démarche adoptée pour atteindre les objectifs de la thèse.....	4

Chapitre 1 : Contexte industriel et matériaux

Figure I.1: Photo du site de l'ESRF	6
Figure I.2: Observation du rayonnement synchrotron sur le synchrotron GE [7]	6
Figure I.3: Le rayonnement synchrotron [7-8]	7
Figure I.4: Schéma de fonctionnement de L'ESRF [7]	8
Figure I.5: Localisation de Crotch absorbeur.....	8
Figure I.6: Photo et schéma d'une coupe transverse d'un crotch absorbeur	9
Figure I.7: Observation MEB de la brasure	10
Figure I.8: Chargement thermique subit par l'absorbeur [2, 3]	10
Figure I.9: Fissures observées sur certains absorbeurs [ESRF]	11
Figure I.10: Les différentes étapes de l'oxydation interne [21].....	14
Figure I.11: Illustration schématique de l'oxydation interne:(a) la décomposition de CuO_2 et adsorption de O, (b) diffusion de l'O et oxydation interne de Al; (c) réalisation de l'oxydation interne; (d) nucléation et croissance de Al_2O_3 [22]	15
Figure I.12: Images MET représentant la taille des particules d'alumine en fonction de la température d'oxydation; (a) 700°C ; (b) 800°C ; (c) 900°C ; (d) 100°C [22].....	16
Figure I.13: Images MET des particules d'alumine en fonction du temps d'oxydation interne ; (a) 1h; (b) 3h; (c) 6h ;($T=700^\circ\text{C}$) [22].....	17
Figure I.14: Micrographies de (a) poudres de Cu-0.18Al atomisées [23].....	17
Figure I.15: Micrographies des grains des poudres d'alliage Cu-Al atomisées (a) Grains équiaxe (b) Oxyde Cu_2O aux joints de grains [24]	18
Figure I.16: Micrographie optique du Cu-OFHC+TT et CU-OFHC.....	19
Figure I.17: Métallographie du Glidcop AL-15:(a) micrographie optique; (b) image MET ...	21
Figure I.18: Principe de formation des diagrammes de Kikuchi [34].....	22
Figure I.19: Description schématique de la configuration de l'EBS [35].....	23

Liste des figures

Figure I.20: Carotographie EBSD réalisée sur le Glidcop prélevé sur la tête d'une éprouvette de fatigue	24
Figure I.21: Distribution de la taille des grains dans le Glidcop AL-15 étudié dans une section perpendiculaire (TD) à la direction d'extrusion.....	25
Figure I.22: EBSD figures de pôles inverses montrant l'orientation des grains à la surface perpendiculaire à la direction d'extrusion (a) et sur la surface parallèle au sens l'extrusion (b) d'une barre de Glidcop AL-15	25
Figure I.23: Texture morphologique du Glidcop dans les deux directions ED et TD	26
Figure I.24: Images MET montrant: (a) une fine dispersion de particules d'Al ₂ O ₃ dans le cuivre (b) mouvement de dislocation bloqué par les fine dispersions d'alumine du Glidcop AL-15	27
Figure I.25: Spectre de diffraction RX de différent ODS de cuivre et image d'un cliché de diffraction d'une fine particule d'alumine [37]	28
Figure I.26: Images MEB des morphologies des fine particules d'Al ₂ O ₃ du Glidcop AL25 et Glidcop AL-60 [23].....	28

Chapitre II: Effet du brasage et effet d'anisotropie

Figure II.1: Principe de l'essai de dureté VIKERS.....	31
Figure II.2: Eprouvette de traction et de fatigue du Glidcop AL-15.....	32
Figure II.3: Extensomètre collé directement sur l'éprouvette	32
Figure II.4: Marques de l'extensomètre laissées sur le fut de l'éprouvette.....	33
Figure II.5: Les deux dispositifs expérimentaux utilisés.....	34
Figure II.6: Courbe de traction monotone.....	35
Figure II.7: Courbe de Wöhler	36
Figure II.8: Type de chargement et boucle d'hystérésis [6]	37
Figure II.9: Endommagement par fatigue [6].....	39
Figure II.10: Métal d'apport en fonction de la température de fusion [7]	42
Figure II.11: Schémas montrant le profil de diffusion de l'argent près du joints de brasage pour le Glidcop et le cuivre avec et sans revêtement (barrière de diffusion) [8]	43
Figure II.12: Traitement thermique reproduisant l'opération de brasage	44
Figure II.13: Observation MEB de la brasure	45
Figure II.14: Spectre de diffraction RX de la brasure	45

Liste des figures

Figure II.15: Cartographie en microsonde des éléments de la brasure;(a) Cuivre; (b) Nickel; (c) Palladium;(d) Silicium	46
Figure II.16: Image MEB de la microstructure de Glidcop avec et sans HTSBO	47
Figure II.17: Effets comparatifs d'un recuit sur la dureté Vickers du cuivre Cu-Al et du cuivre-alumine [10]	47
Figure II.18: Observation microscope optique de la brasure	48
Figure II.19: Effet de l'exposition à des températures élevées durant 1 heure sur la limite d'élasticité du Glidcop AL-15, de cuivre et d'un alliage cuivre- zirconium [12]	49
Figure II.20: Variation de la résistance mécanique en fonction de la température [7]	50
Figure II.21: Courbe du Glidcop as-received et Glidcop +HTSBO :a) de traction, b) de consolidation.....	51.
Figure II.22: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles pour: (a) Glidcop as received, (b) Glidcop + HTSBO	53
Figure II.23: Boucle d'hystérésis à mi-durée de vie pour: Glidcop as received et Glidcop + HTSBO.....	54
Figure II.24: Faciès de rupture des essais de traction à température ambiante du Glidcop AL-15 as received et Glidcop AL-15 + HTSBO	55
Figure II.25: Faciès de rupture à fort grossissement des essais de traction à température ambiante du Glidcop AL-15 as received et Glidcop AL-15 + HTSBO.....	55
Figure II.26: Orientation des éprouvettes par rapport à la direction d'extrusion de la barre de Glidcop AL-15	56
Figure II.27: Image MEB de la microstructure du Glidcop AL-15 dans le sens de l'extrusion ED et dans la direction transverse TD.....	57
Figure II.28: Texture morphologique du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD. 57	
Figure II.29: Courbe du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$, $T = 20^\circ\text{C}$), a) de traction b) de consolidation.....	58
Figure II.30: Images MEB du faciès de rupture : (a et c) Glidcop AL-15 TD et (b et d) Glidcop AL-15 ED ($T \text{ ambiante} \cdot \dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$)	60
Figure II.31: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles du Glidcop AL-15 ED et TD ($T \text{ ambiante}$, $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$).....	61
Figure II.32: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles du Glidcop AL-15 ED et TD ($T = 300^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$).....	61
Figure II.33: Courbes de résistance à la fatigue du Glidcop AL-15 ED et TD en fonction des déformations plastiques : a) à température ambiante, b) à $T = 300^\circ\text{C}$	63

Chapitre III: Mécanismes d'endommagement

Figure III.1: Les plans denses du cuivre et les traces des plans de glissement au court de sa déformation [1].....	67
Figure III.2: Blocs de cellules et murs denses de dislocations [2].....	67
Figure III.3: Courbe d'écrouissage cyclique typique d'un monocristal de cuivre. Le stade de saturation (B) est celui où la déformation se localise dans les BGP dont la fraction volumique croît avec la déformation plastique imposée [8].....	69
Figure III.4: Courbes d'écrouissage cyclique du cuivre mono et polycristallin [8].....	70
Figure III.5: Courbes d'écrouissage cyclique du cuivre polycristallin [8].....	70
Figure III.6: Schéma de l'évolution microstructurale au cours de l'écrouissage cyclique, la contrainte croît de (a) jusqu'à (c) [11].....	71
Figure III.7: Observations sur une coupe inclinée d'intrusions et d'extrusions à partir de BGP dans un monocristal de cuivre [15].....	72
Figure III.8: Amorçage de fissure à la base d'une extrusion de surface dans un monocristal de cuivre [11].....	72
Figure III.9: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C de CU-OFHC recuit a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	74
Figure III.10: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C du Cu-OFHC écroui en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	74
Figure III.11: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C de CU-OFHC recuit en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	75
Figure III.12: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C de CU-OFHC écroui a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	75
Figure III.13: Images MEB d'intrusion extrusion du Cu-OFHC recuit $\Delta\epsilon_t=0.8\%$, T=20°C, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$	76
Figure III.14: Images MEB d'intrusion extrusion du Cu-OFHC écroui $\Delta\epsilon_t=0.8\%$, T=20°C, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$	76
Figure III.15: Essais de fatigue interrompus du Glidcop AL-15 ED $\Delta\epsilon_t=1\%$, T=20°C, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$	77
Figure III.16: Essais de fatigue interrompus du Glidcop AL-15 TD $\Delta\epsilon_t=1\%$, T=20°C, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$	78
Figure III.17: Images MEB du fut de l'éprouvette du Glidcop AL-15 ED dans les différentes positions d'arrêt de l'essai interrompu.....	79
Figure III.18: Image MEB du faciès de rupture du Glidcop AL-15 ED.....	80

Liste des figures

Figure III.19: Images MEB du fût de l'éprouvette du Glidcop AL-15 TD après différentes fractions de la durée de vie.....	81
Figure III.20: Images MEB du faciès de rupture du Glidcop AL-15 TD.....	82
Figure III.21: Représentation schématique de l'endommagement du Glidcop AL-15 ED.....	83
Figure III.22: Représentation schématique de l'endommagement du Glidcop AL-15 TD.....	83
Figure III.23: Images MET d'un échantillon du Cu-OFHC fatigué à $\Delta\varepsilon_t=1\%$, $T= 20^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ montrant la transitions murs \rightarrow cellules de dislocation.....	84
Figure III.24: Images MET d'un échantillon du Cu-OFHC fatigué à $\Delta\varepsilon_t=1\%$, $T= 300^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, montrant les cellules équiaxes et les murs dipolaires de dislocations.....	85
Figure III.25: Image MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 ED fatigué à ($\Delta\varepsilon_t =0.6\%$, $T= 20^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$), montrant les cellules de dislocation.....	86
Figure III.26: Images MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 ED rompu par fatigue à $\Delta\varepsilon_t =0.6\%$ - $T= 20^\circ\text{C}$ - $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ montrant la structure murs-canaux, avec les canaux très encombrés de dislocations.....	87
Figure III.27: Images MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 TD rompu par fatigue à $\Delta\varepsilon_t =\%$ - $T= 300^\circ\text{C}$ - $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ montrant les cellules de dislocation en cours de formation.....	87
Figure III.28: Evolution des boucles d'hystérésis du CU-OFHC :a) recuit ;b) écroui.....	88
Figure III.29: Evolution des boucles d'hystérésis : a)du Glidcop AL-15 ED ;b) comparaison des 3 matériaux.....	88
Figure III.30: Images MET montrant le mouvement de dislocation bloqué par les fine dispersions d'alumine du Glidcop AL-15.....	89

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Figure IV.1: Courbes d'accommodation cyclique à température ambiante du Glidcop AL-15-ED : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	92
Figure IV.2: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^\circ\text{C}$ du Glidcop AL-15-ED: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	92
Courbes d'accommodation cyclique à $T=600^\circ\text{C}$ du Glidcop AL-15-ED: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	93
Figure IV.4: Ecrouissage cyclique à différentes température du Glidcop AL-15-ED ;a) fonction de l'amplitude de la déformation totale ; b) fonction de l'amplitude de la déformation plastique.....	93
Figure IV.5: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température du Glidcop AL-15-ED en fonction de la contrainte stabilisée.....	95

Liste des figures

Figure IV.6: Courbes d'accommodation cyclique à Température ambiante du Glidcop AL-15-TD: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie .	96
Figure IV.7: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C du Glidcop AL-15-TD: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de fraction de la durée de vie.....	96
Figure IV.8: Ecrouissage cyclique à différentes température du du Glidcop AL-15-TD: a) de la déformation imposée, b) en fonction de la contrainte stabilisée.	97
Figure IV.9: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C de CU-OFHC recuit : a) en fonction du nombre de cycles, b) <i>en fonction de la fraction de la durée de vie (%)</i>	98
Figure IV.10: Courbes d'accommodation cyclique à température ambiante de CU-OFHC: a) <i>en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)</i>	99
Figure IV.11: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C de CU-OFHC recuit : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	99
Figure IV.12: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C de CU-OFHC écroui : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%).....	100
Figure IV.13: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température du Cu-OFHC :a) de la déformation totale imposée, b) en fonction de la contrainte stabilisée.....	100
Figure IV.14: Influence de la température sur la limite d'élasticité de Cu-Al ₂ O ₃ [2-8].....	102
Figure IV.15: Courbes cycliques de contrainte-déformation des alliages de cuivre à température ambiante [9,10].....	102
Figure IV.16: Courbes d'accommodation cyclique du Glidcop AL-15 itéré + recuit en fonction du nombre de cycles: a) à température ambiante, b) à T=175°C [11].....	103
Figure IV.17: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température des quatre matériaux :a) de la déformation totale imposée, b) de la déformation plastique	103
Figure IV.18: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température des quatre matériaux en fonction de la contrainte stabilisée	104
Figure IV.19: Courbes de résistance à la fatigue :a) du Glidcop AL-15 et du Cu-OFHC à température ambiante [13-16] b) Effet de température sur la durée de vie en fatigue du Glidcop AL-15 [17]	104
Figure IV.20: durée de vie de quelque alliage de cuivre à différente température [15, 18, 19,20].....	105
Figure IV.21: Distribution des fissures secondaires à rupture sous air et sous vide du cuivre OFHC [21].....	106
Figure IV.22: Résultats expérimentaux en fatigue du Glidcop AL-15 sous vide et sous air [22]	107

Liste des figures

Figure IV.23: effet du temps de maintien sur la résistance à la fatigue à température ambiante du Glidcop AL-25 [23].....	108
Figure IV.24: Effet du temps maintien en traction et en compression sur un alliage de cuivre [24]	108
Figure IV.25: les couches d'oxyde qui se forme sur la surface des éprouvettes lors des essais à haute température	109

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Figure V.1: Paliers successifs d'écrouissage cyclique : a) sans temps de maintien, b) avec temps de maintien.....	113
Figure V.2: a) les boucles stabilisées obtenues ; b) résultats d'essai sur le Glidcop AL-15 TD	114
Figure V.3 : (a) Absence d'effet de la vitesse à température ambiante, (b) effet de la vitesse très prononcé à haute température sur le Glidcop AL-15 ED	115
Figure V.4: (a) Peu d'effet de la vitesse à température ambiante, (b) effet de la vitesse très prononcé à haute température sur le Glidcop AL-15 TD	116
Figure V.5: Effet de la température sur le Glidcop AL-15 ED	116
Figure V.6: Effet de la température sur le Glidcop AL-15 TD	117
Figure V.7: effet du temps de maintien sur le Glidcop AL-15 SL à $T=600^{\circ}\text{C}$	117
Figure V.8: effet du temps de maintien sur le Glidcop AL-15 ST à $T=300^{\circ}\text{C}$	118
Figure V.9: Effet du temps de maintien sur la relaxation des contraintes	118
Figure V.10: Influence de la viscosité sur le comportement du Glidcop AL-15 mettant en évidence le passage de la plasticité à la viscosité ; a) contrainte visqueuse ; b) ratio de la contrainte visqueuse.	119
Figure V.11: Effet d'anisotropie du Glidcop AL-15 à 300°C	120
Figure V.12: Effet d'anisotropie du Glidcop AL-15 à 300°C , essai avec temps de maintien	121
Figure V.13: Comportement du Glidcop AL-15 TD à $T=300^{\circ}\text{C}$ par rapport au ED à différentes température.....	121
Figure V.14: Effet de dissymétrie des boucles stabilisées du Glidcop AL-15.....	122
Figure V.15: Essai de traction-torsion sur cuivre, représentation de sa surface seuil [3]	125
Figure V.16: Représentation de l'écrouissage : a) cinématique et b) isotrope [7].....	126
Figure V.17: a) Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycle ; b) l'écrouissage non linéaire isotrope R et cinématique X du Glidcop AL-15	127

Liste des figures

Figure V.18: Estimation de la contrainte en relaxation avec deux lois Norton et Sinh de l'Inconel 600 [8].....	128
Figure V.19: Schéma rhéologique du modèle de chaboche plastique CNL.....	128
Figure V.20: Schéma rhéologique du modèle de chaboche viscoplastique CNL	129
Figure V.21: Schéma de principe des algorithmes génétiques utilisés pour l'identification des paramètres des modèles.....	131
Figure V.22 : Comparaison simulation et résultats expérimentaux ; (a) T ambiante,(b) T=300°C, (c) T=450°C et (d) T=600°C du Glidcop AL-15 ED	134
Figure V.23: Comparaison simulation et résultats expérimentaux du Glidcop AL-15 ED ..	135
Figure V.24: Comparaison simulation et résultats expérimentaux ; (a et b) T ambiante (c et d) T=600°C du Glidcop AL-15 ED	137
Figure V.25 : Simulation et résultats expérimentaux du Glidcop AL-15 TD	138
Figure V.26 : Comparaison simulation et résultats expérimentaux du Glidcop AL-15 ED .	140
Figure V.27: Géométrie globale de l'absorbeur, mise en évidence des 2 matériaux	141
Figure V.28: Chargement thermique et maillage progressif du Crotch absorbeur	142
Figure V.29: cycle de température pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$ et $P=150\text{w/m}^2$..	143
Figure V.30: Courbes contraintes déformations obtenues pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$ et $P=150\text{w/mm}^2$	143
Figure V.31: Courbes contraintes déformation totale, élastique et plastique obtenues pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$, $P=150\text{w/mm}^2$	144
Figure V.32: courbes contrainte et déformation en fonction du temps pour une puissance $P=150\text{W/mm}^2$	145
Figure V.33: courbe de résistance à la fatigue en fonction de l'amplitude de déformation plastique	146
Figure V.34: représentation du critère énergétique	147
Figure V.35: Courbe du critère énergétique du Glidcop AL-15 (ED) et (TD)	147
Figure V.36: Comparaison des durées de vie expérimental et simulée sur le Crotch ; a) critère Manson-coffin b) critère énergétique	148
Figure V.37: Chargement biaxial proportionnel dans les deux direction (X,Y)	149

Liste des tableaux

Chapitre 1 : Contexte industriel et matériaux

Tableau I.1: Composition chimique de cuivre OFHC.....	19
Tableau I.2: Propriétés mécaniques du Cu-OFHC.....	20
Tableau I.3: Différentes nuances du Glidcop.....	20
Tableau I.4: composition chimique du Glidcop AL-15	21
Tableau I.5: Propriétés mécaniques du Glidcop AL-15 (barre extrudée)	27

Chapitre II: Effet du brasage et effet d'anisotropie

Tableau II.1: Composition chimique des éléments d'alliage du métal d'apport du brasage	44
Tableau II.2: Résultats de dureté la dureté Vickers	48
Tableau II.3: Caractéristiques mécaniques :(A) Glidcop AL-15 as received, (B) Glidcop AL-15 + HTSBO.....	52
Tableau II.4: Caractéristique mécaniques obtenues en fatigue :(A) Glidcop AL-15 as received, (B) Glidcop AL-15 +HTSBO.....	54
Tableau II.5: Caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15 ED et TD	58
Tableau II.6: Caractéristiques mécaniques en fatigue à température ambiante du Glidcop AL-15 ED et TD.	62
Tableau II.7: Caractéristiques mécaniques en fatigue à T=300°C du Glidcop AL-15 ED et TD	62
Tableau II.8: Propriétés d'écrouissage cyclique du Glidcop AL-15 ED et TD température ambiante et à 300°C.	63

Chapitre III: Mécanismes d'endommagement

Tableau III.1: Positions d'arrêt pour l'essai mené sur le Glidcop AL-15 ED	78
Tableau III.2: Positions d'arrêt pour l'essai mené sur le Glidcop AL-15 TD	78
Tableau III.3: Condition de polissage électrolytique des lames mince.....	84

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Tableau IV.1: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de la l'amplitude de la déformation totale du Glidcop AL-15-ED	94
Tableau IV.2: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation plastique du Glidcop AL-15-ED.....	94
Tableau IV.3: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Glidcop AL-15-ED.....	95
Tableau IV.4: Les valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation plastique du Glidcop AL-15-TD.....	98
Tableau IV.5: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Glidcop AL-15-ED.....	98
Tableau IV.6: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation totale du Cu-OFHC à température ambiante.	101
Tableau IV.7: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Cu-OFHC à température ambiante.	101
Tableau IV.8 : Durée des essais en fonction de la vitesse et de la variation de déformation total imposé	109

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Tableau V.1: Essais de caractérisation réalisés sur le Glidcop AL-15 ED	113
Tableau V.2: Essais de caractérisation réalisés sur le Glidcop AL-15 TD	114
Tableau V.3: Paramètres à identifier pour chaque modèle	130
Tableau V.4: Paramètres du modèle CHABOCHE plastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 ED.....	133

Liste des tableaux

Tableau V.5: Paramètres du modèle CHABOCHE plastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 TD.....	133
Tableau V.6: Paramètres du modèle CHABOCHE viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 ED	135
Tableau V.7: Paramètres du modèle CHABOCHE viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 TD.....	136
Tableau V.8: Paramètres du modèle CHABOCHE viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 ED	138
Tableau V.9: Propriétés mécaniques thermiques du cuivre OFHC et de Glidcop AL-15	141
Tableau V.10: Valeurs des durées de vies calculées sur la crotch et leurs damplitude de déformation plasritique et ennergie total.....	148

Introduction générale

Introduction générale

L'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) est une source de rayons X de troisième génération, l'une des plus intenses au monde. Cette lumière synchrotron (rayon X de haute énergie) extrêmement brillante ouvre de vastes possibilités dans l'exploration des biomolécules, nanomatériaux...etc. L'ESRF reçoit environ 7000 scientifiques chaque année, qui viennent y réaliser les expériences les plus diverses et variées [1].

Dans un souci de développement et d'amélioration continue de leurs performances afin d'améliorer le niveau des observations et la qualité des prestations proposées, l'ESRF prévoit d'accroître l'intensité du faisceau d'électrons des rayons X de 200 mA à 300 mA. La réalisation de cet objectif placera l'ESRF parmi les accélérateurs de particules qui proposent un rayonnement synchrotron le plus intense avec une résolution extrême et le plus brillant au monde. Cela ouvrira des possibilités inégalées pour les scientifiques du monde entier.

Techniquement, lorsqu'on modifie la trajectoire d'un faisceau d'électrons, un faisceau de rayons X est émis ; une partie est utilisée pour les expériences, tandis que le reste du faisceau est absorbé par de nombreux composants communément appelés des absorbeurs de photons. Ces absorbeurs sont utilisés pour protéger les composants qui se trouvent en aval des chambres d'observation de ce faisceau de rayons X qui serait dévastateur pour les composants électroniques.

Ces absorbeurs sont constitués d'une partie en Glidcop AL-15 (cuivre ODS¹) qui reçoit le faisceau de rayons X, d'un circuit de refroidissement (refroidissement à l'eau) et d'une plaque en cuivre OFHC² le tout relié par une brasure.

Actuellement ces absorbeurs fonctionnent sous une intensité de courant de faisceau de 200 mA. Ils sont soumis à de fortes charges thermomécaniques engendrées par l'énergie du faisceau de rayons X. Ainsi, la température en surface du Glidcop AL-15³ qui reçoit le faisceau atteint 450°C selon des travaux antérieurs réalisés à l'ESRF. Sur la figure 1 sont représentées les montées en température atteintes par l'absorbeur lors des expériences de recherche (faisceau de rayon X ouvert), le temps moyen de maintien du faisceau, est de 24 heures qui correspondent à la durée moyenne des expériences. Ces charges-décharges en température et le temps de maintien provoquent une fatigue thermomécanique qui conduit à terme à la ruine de ce composant [2-3].

¹ Cuivre ODS (Oxide Dispersion Strengthened):cuivre pur renforcée par une fine dispersion d'oxydes d'alumine.

² Cuivre OFHC (Oxygen Free High Conductivity): cuivre pur à 99.99%.

³ Glidcop AL-15 : cuivre renforcé par une dispersion d'alumine.

Introduction générale

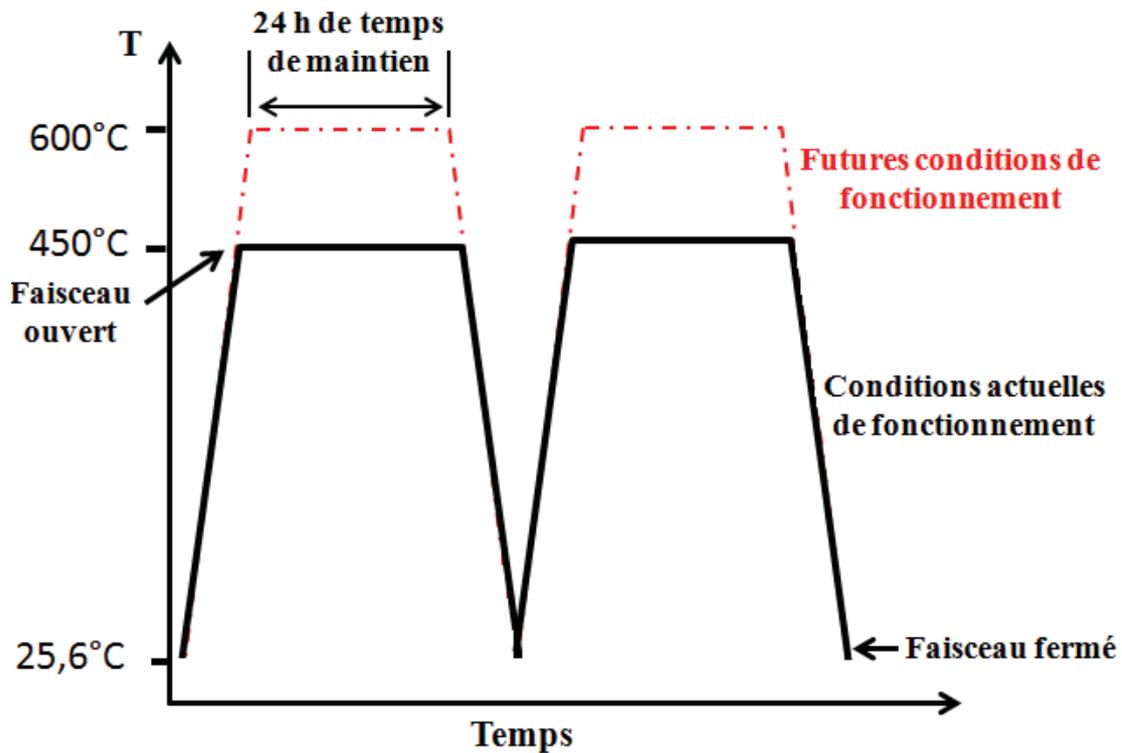


Figure 1: Schéma temporelle des montées en température.

Dans la perspective d'augmenter l'intensité du faisceau (200 mA à 300 mA) ces montées en température peuvent atteindre 600°C selon les premières estimations (figure 1). L'endommagement thermomécanique sera accru ce qui impactera certainement la durée de vie de ces absorbeurs. Le Glidcop AL-15, qui s'endommage en recevant le faisceau, est le sujet d'une importante compréhension de son comportement et de ses mécanismes d'endommagement. Il est donc nécessaire d'évaluer le comportement et les performances des matériaux constitutifs dans leurs conditions de fonctionnement [2-6].

L'objectif de cette collaboration entre l'ESRF, l'équipe *Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)* de l'*Unité Matériaux et Transformations (UMET)*, et le *Laboratoire Mécanique de Lille (LML)* est de pouvoir dimensionner les Crotch absorbeurs. Cela nécessitera de comprendre les mécanismes d'endommagement conduisant à leurs ruines. Des essais de caractérisation sont menés pour modéliser leur comportement, d'autres essais de fatigue isotherme sont réalisés dans le but de proposer un critère de ruine afin de prédire la durée de vie de ce composant sous ses nouvelles conditions de fonctionnement.

Introduction générale

L'objectif de ce travail est de pourvoir in fine dimensionner les Crotch absorbeurs. Cela requerra la compréhension des mécanismes d'endommagement des absorbeurs dûs aux sollicitations thermomécaniques induites par le faisceau de rayons X et son temps de maintien, modéliser son comportement et prédire sa durée de vie sous ses nouvelles conditions de fonctionnement.

En vue d'atteindre cet objectif, nous avons opté pour la stratégie suivante :

✓ Dans un premier temps, les matériaux constitutifs de l'absorbeur sont étudiés, tant d'un point de vue microstructural et métallurgique que du point de vue des caractéristiques mécaniques (essai de traction et fatigue). L'effet de l'opération de brasage que subit l'absorbeur sera particulièrement analysé.

La compréhension du comportement et des mécanismes d'endommagement du Glidcop AL-15 n'est qu'à ses débuts : peu de données sont disponibles sous chargement cyclique dans cette gamme de température [20°C-600°C]. Une étude approfondie sur la tenue en fatigue du Glidcop AL-15 sera menée à température ambiante, à 300°C et à 600°C.

✓ Dans un second temps une loi de comportement viscoplastique sera choisie, ses paramètres identifiés et un critère de ruine sera proposé afin de prédire la durée de vie de l'absorbeur.

Afin de présenter ces travaux, ce mémoire s'organise en cinq chapitres distincts :

Le premier chapitre est consacré à la présentation du contexte et des objectifs de l'étude. Nous aborderons un rapide rappel sur l'ESRF, le rayonnement synchrotron, les contraintes techniques et la complexité des installations. Ses composants sont protégés par des absorbeurs de photons constitués d'une partie en Glidcop AL-15 (cuivre ODS) qui reçoit le faisceau des rayons X, d'un circuit de refroidissement et d'une plaque en cuivre OFHC. Toutes ces parties sont liées par des brasures.

Puis, la microstructure du cuivre OFHC et des ODS de cuivre sera détaillée. Enfin, l'endommagement et le comportement mécanique de ces alliages seront présentés en lien avec les sollicitations réelles rencontrées en opération.

La seconde partie est une étude bibliographique du cuivre OFHC et des ODS de cuivre. La métallurgie générale des ces derniers est abordée ainsi que l'effet du brasage sur les

Introduction générale

caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15. Les microstructures et quelques propriétés des matériaux étudiés sont présentées en troisième partie.

Dans la quatrième partie, une étude métallurgique d'éprouvettes testées en fatigue isothermes à différentes températures (20, 300 et 600°C) est réalisée. Les observations d'éprouvettes de fatigue post mortem nous éclairera sur les mécanismes d'endommagement. D'autres essais de fatigue interrompus d'éprouvettes de Glidcop AL-15, prélevées dans les deux directions (ED et TD), sont mis en œuvre afin de comprendre la différence entre leurs mécanismes d'endommagement.

Enfin, la dernière partie de ce manuscrit porte sur la caractérisation et la modélisation du comportement mécanique du cuivre OFHC et des ODS de cuivre. Des essais mécaniques uniaxiaux sont réalisés à différentes températures dans le but de modéliser le comportement du Glidcop AL-15. Des lois de comportement sont identifiées et permettent de réaliser les calculs par éléments finis de l'absorbeur. Un critère de ruine est finalement discuté. La figure 2 représente la démarche adoptée pour atteindre les objectifs de cette thèse.

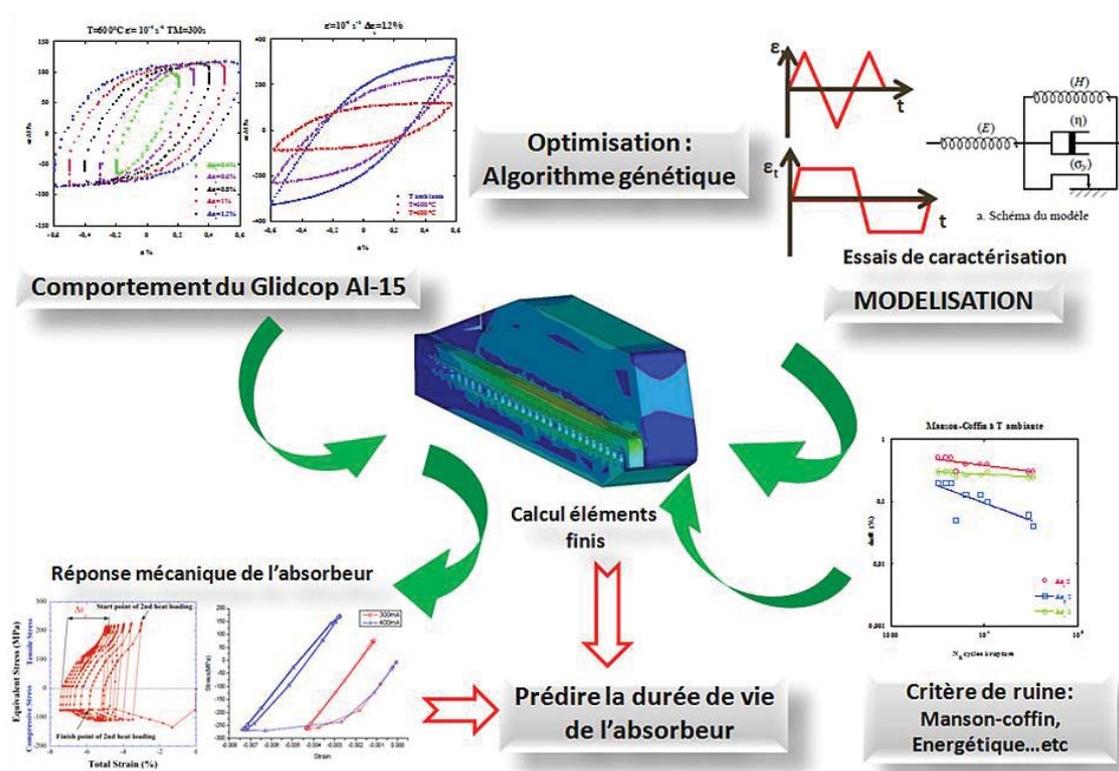


Figure 2: Schéma de la démarche adoptée pour atteindre les objectifs de la thèse.

Chapitre I :

Contexte industriel et matériaux

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Sommaire

1. Contexte industriel et objectif de l'étude	5
1.1. Rappel historique.....	5
1.2. Le rayonnement synchrotron.....	6
1.3. Description de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility).....	7
1.4. Les Crotch absorbeurs	8
1.4.1. Causes de ruine des absorbeurs.....	10
Conclusion et objectif de la thèse.....	11
2. Matériaux	12
2.1. L'oxydation interne.....	14
Conclusion	18
2.2. Cuivre OFHC	19
2.2.1. Composition du cuivre OFHC	19
2.2.2. Observation de la microstructure	19
2.2.3. Caractéristiques mécaniques du Cu-OFHC	20
2.3. Cuivre ODS par de fines particules d'alumine.....	20
2.3.1. Le Glidcop AL-15	21
a) Texture du Glidcop AL-15	22
b) Caractéristiques mécaniques	27
c) Caractérisation des fines dispersions d'Al ₂ O ₃	27

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

1. Contexte industriel et objectif de l'étude

1.1. Rappel historique

Jusqu'au début des années soixante-dix, le rayonnement synchrotron était considéré comme un phénomène parasite et gênant pour la réalisation des expériences de physique des collisions ; on cherchait à minimiser ce phénomène dans les accélérateurs de particules. Ces derniers sont des instruments qui utilisent des champs électriques et/ou magnétiques pour amener des particules chargées électriquement à des vitesses élevées proche de celle de la lumière.

C'est à cette époque que certains chercheurs, confrontés à l'étude de la matière condensée, ont perçu l'avantage qu'on pourrait tirer de telles sources de lumière si on arrivait à les exploiter correctement. Les premiers centres de recherche utilisant le rayonnement synchrotron pour l'étude des matériaux se sont alors développés autour des synchrotrons existants, en utilisant cette source *parasite*, en dehors des heures de fonctionnement propres à la physique des particules. Le succès aidant, les centres de rayonnement synchrotron ont fini par utiliser majoritairement les installations, puis exclusivement, en profitant par ailleurs du déclin de l'activité des installations de physique des particules, dont l'énergie se révélait alors insuffisante.

Vers la fin des années 1980 sont apparus les premiers anneaux construits spécifiquement pour délivrer un rayonnement synchrotron. Enfin, en 1994 le premier synchrotron pour les rayons X durs dit de 3^{ème} génération a été mis en service à l'ESRF de Grenoble. Par rapport aux précédents accélérateurs l'ESRF délivre, grâce à sa haute énergie communiquée aux particules stockées dans l'anneau de près de 900 m de circonférence, une énergie de 6 GeV. Dans la gamme des rayons X durs, le flux et la brillance des faisceaux de l'ESRF dépassent de plusieurs ordres de grandeur ceux des synchrotrons précédents [7]. La figure I.1 représente une photo aérienne du site de l'ESRF.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux



Figure I.1: Photo du site de l'ESRF.

1.2. Le rayonnement synchrotron

C'est en 1947 que le rayonnement synchrotron a été observé pour la première fois. À cette époque, dans la ville de Schenectady, aux États-Unis, des chercheurs de General Electric faisaient circuler des électrons à grande vitesse dans un anneau de deux mètres de diamètre. Les particules qu'ils étudiaient se comportaient d'une façon imprévue: elles perdaient une partie de leur énergie sous forme d'un rayonnement alors inconnu comme montré la figure I.2 [7].

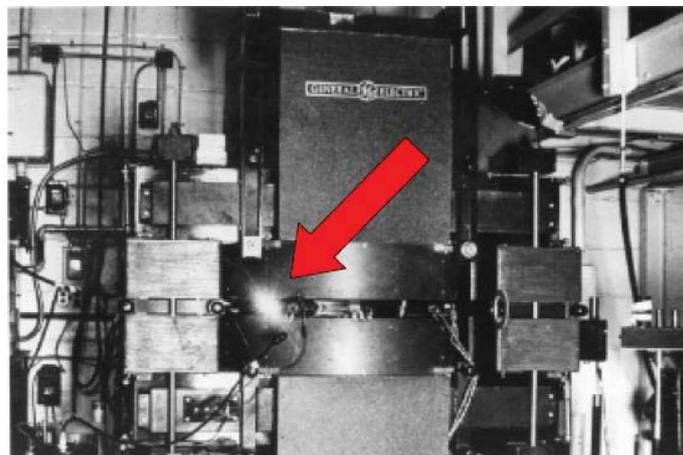


Figure I.2: Observation du rayonnement synchrotron sur le synchrotron de General Electric [7].

Quand des électrons tournent à une vitesse proche de celle de la lumière et passent dans des aimants de courbure ou des *chicanes* magnétique placés sur leurs trajectoire, une lumière dénommée rayonnement synchrotron est produite comme illustré sur le figure I.3.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

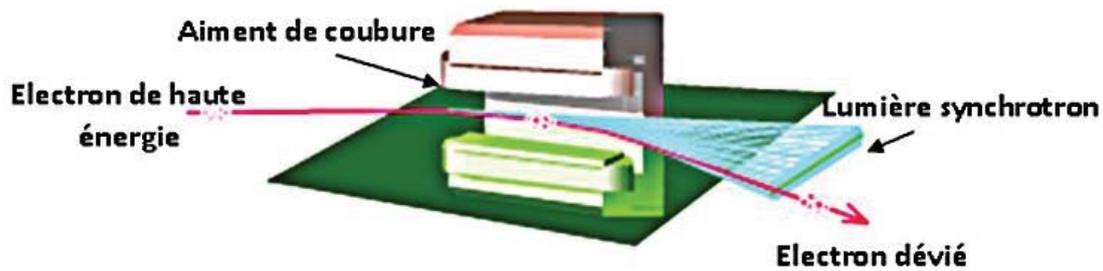


Figure I.3: Le rayonnement synchrotron [7-8].

Les synchrotrons produisent des rayonnements sur une large gamme de longueurs d'onde, utilisées pour un nombre important de méthodes d'analyse de la lumière. Ces machines sont constituées d'une part d'un injecteur et d'un anneau de stockage d'une circonférence allant jusqu'à plusieurs centaines de mètres.

Le rayonnement des synchrotrons de 3^{ème} génération est mille milliards de fois plus brillant que les rayons émis par des équipements de laboratoire comme les tubes à rayons X. En résumé, le rayonnement synchrotron n'est rien d'autre que du rayonnement X de très haute qualité, spatialement très localisé et très intense.

1.3. Description de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility)

L'ESRF est donc une source de rayons X, l'une des plus intenses au monde. Cette lumière synchrotron extrêmement brillante ouvre des possibilités inégalées dans l'exploration des biomolécules, nanomatériaux, catalyseurs en action, fossiles ou objets précieux du patrimoine. L'ESRF reçoit environ 7000 scientifiques chaque année qui viennent y réaliser les expériences les plus variées.

Le principe de fonctionnement de l'ESRF est présenté sur La figure I.4.

Des paquets d'électrons sont accélérés progressivement dans un accélérateur linéaire (linac) puis dans un accélérateur circulaire (booster synchrotron) jusqu'à une vitesse proche de la vitesse de la lumière et jusqu'à une énergie de 6 GeV. Ils sont alors transférés dans l'anneau de stockage où ils circulent pendant des heures à énergie constante sous ultra-vide (10^{-9} à 10^{-11} mbar). Ils produisent alors des faisceaux de lumière synchrotron, très intenses, qui alimentent environ 40 lignes de lumière dans le hall d'expériences.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

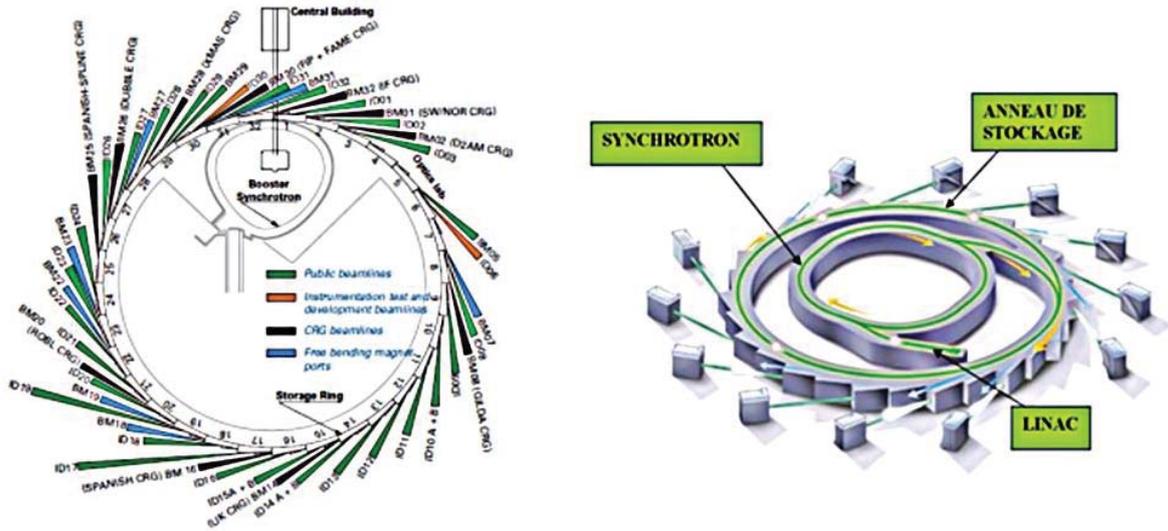


Figure I.4: Schéma de fonctionnement de L'ESRF [7].

I.4. Les Crotch absorbeurs

L'ESRF, prévoit d'accroître l'intensité du faisceau d'électrons des rayons X de 200 mA à 300 mA.. Le rôle des Crotch Absorbeurs est de capter les rayons X émis par un aimant de déviation.

Ces absorbeurs sont placés entre le faisceau d'électron et le faisceau de rayonnement synchrotron d'où son nom de Crotch qui signifie entrejambe. La figure I.5 représente l'emplacement de cet absorbeur.

Crotch absorbeur

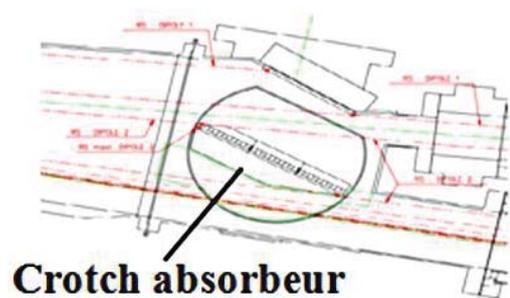
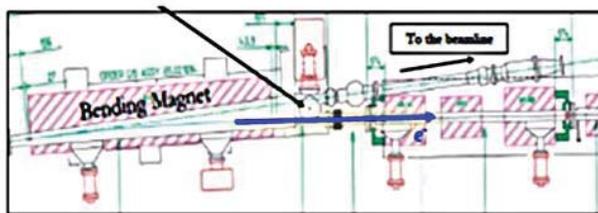


Figure I.5: Localisation de Crotch absorbeur.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Le Crotch absorbeur est soumis à de fortes charges thermomécaniques engendrées par le faisceau des rayons X dues aux montées en température allant jusqu'à 450°C actuellement. Ces charges- décharges en température provoquent une fatigue thermomécanique qui conduit à terme à la ruine de ce composant [2-3]. Dans la perspective d'augmenter l'intensité du faisceau (200 mA à 300 mA) ces montée en température peuvent atteindre 600°C selon les premières estimations. L'endommagement thermomécanique sera plus accru et plus intense.

Afin de prédire la durée de vie de l'absorbeur sous ces nouvelles conditions de fonctionnement, différents essais isothermes sont réalisés qui nous permettrons de construire et d'identifier les paramètres d'un modèle. La loi de comportement connue, des calculs éléments finis seront effectués sur la structure complète (le Crotch absorbeur). Enfin un critère de ruine sera discuté afin de prédire la durée de vie.

Des Crotch absorbeurs sont utilisés pour protéger les composants qui se trouvent en aval des chambres d'observation. Cet absorbeur est constitué d'une partie en Glidcop AL-15 (cuivre ODS) qui reçoit le faisceau des rayons X, d'un circuit de refroidissement et d'une plaque en cuivre OFHC. Toutes ces parties sont liées par des brasures, comme illustré sur les figures I.6 et I.7.

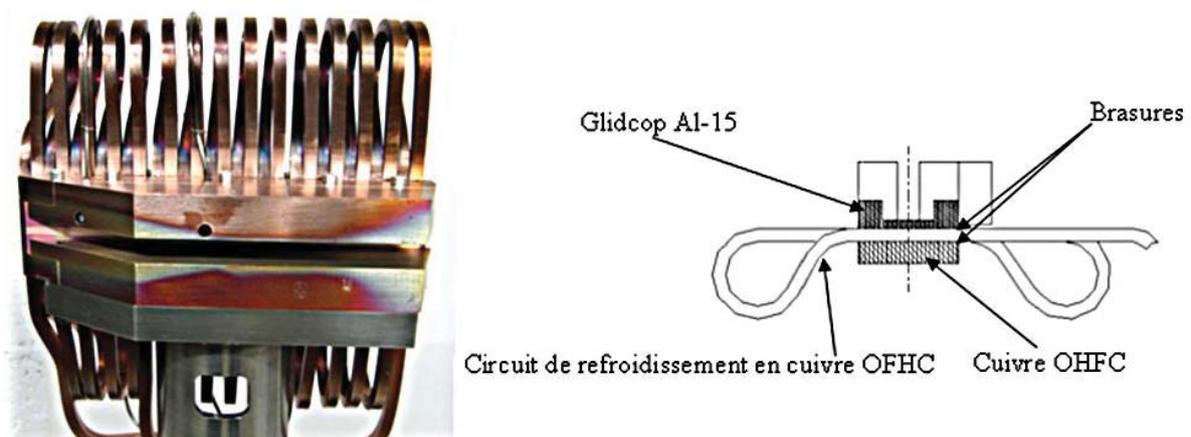


Figure I.6: Photo et schéma d'une coupe transverse d'un crotch absorbeur.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

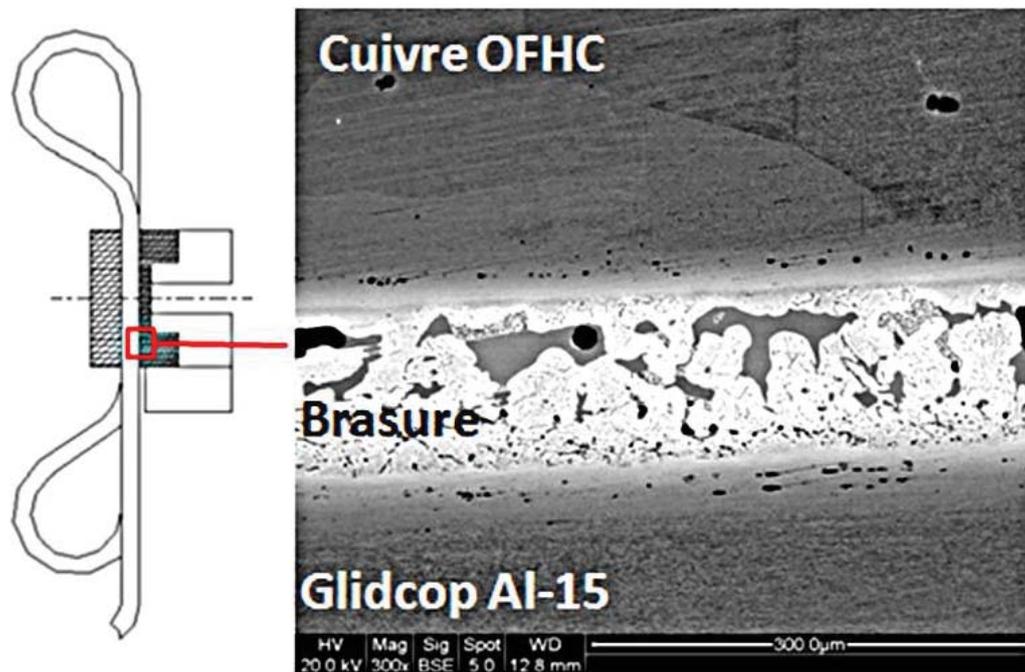


Figure I.7: Observation MEB de la brasure

1.4.1. Causes de ruine des absorbeurs

Comme ces absorbeurs reçoivent le rayonnement X de forte énergie, ils sont refroidis à l'eau ($T=22^{\circ}\text{C}$) ; un gradient de température important subsiste à l'intérieur de l'absorbeur comme illustre sur la figure I.8.

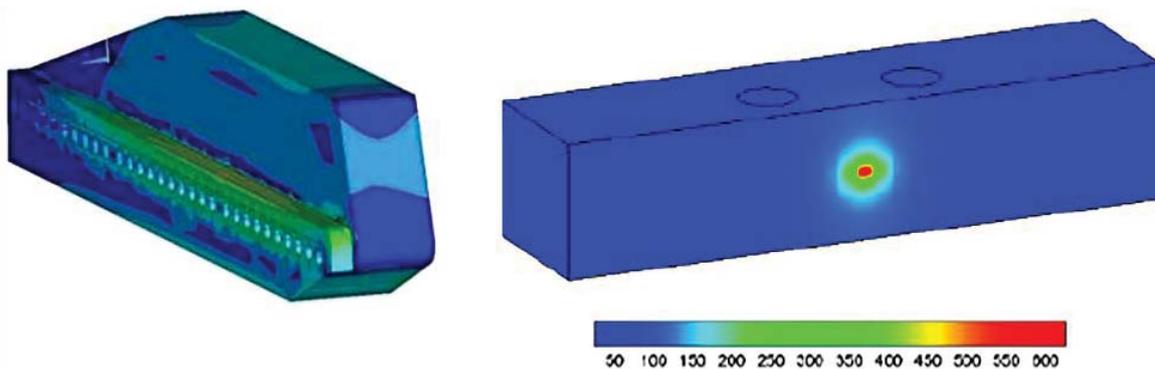


Figure I.8: Chargement thermique subit par l'absorbeur [2,3].

Ces cycles de chargement thermique engendrent des sollicitations thermomécaniques. L'accumulation des déformations inélastiques entraîne sur ces pièces critiques l'amorçage et la propagation de fissures en fatigue thermomécanique conduisant à sa ruine.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

La figure I.9 montre certaines fissures observées sur ces absorbeurs qui s'amorcent au niveau de défauts de surface et qui se propagent à cœur de la pièce.

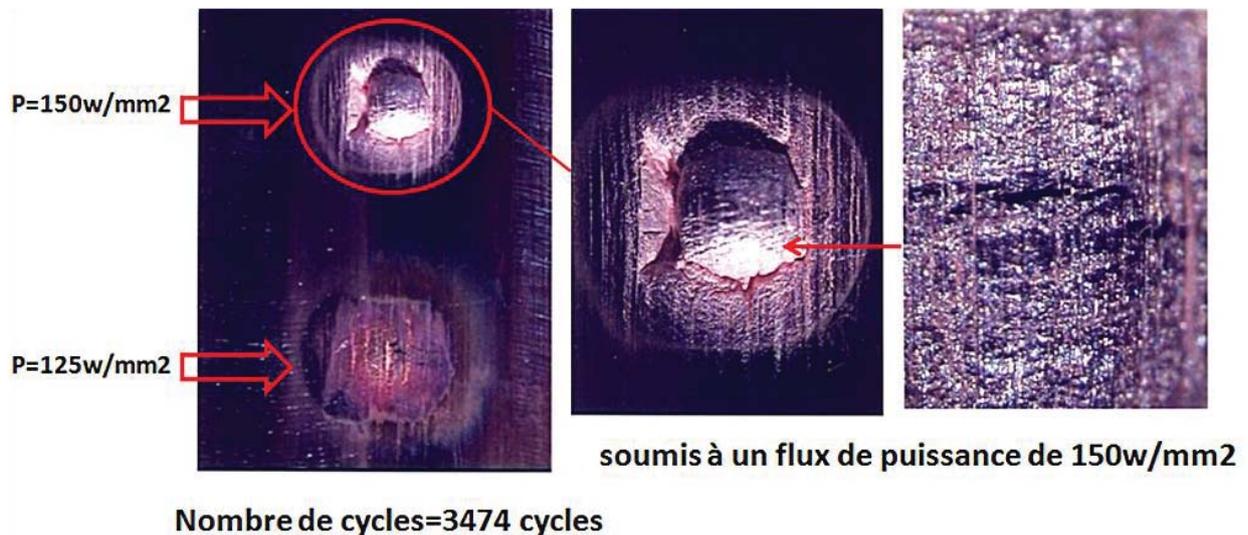


Figure I.9: fissures observées sur certains absorbeurs [ESRF].

Conclusion et objectif de la thèse

Pour les absorbeurs observés en service, les fissures sont dues essentiellement à un **endommagement par fatigue thermomécanique**. Au cours de ce travail de thèse nous tenterons de répondre aux problématiques suivantes :

- **Quels sont les mécanismes de la fissuration par fatigue du crotch absorbeur ?**
- **Quels critères utiliser pour prédire sa durée de vie ?**

Dans les chapitres suivants, nous expliquerons les mécanismes de fatigue et nous reviendrons en détail sur les matériaux constitutifs du crotch absorbeurs : le cuivre OFHC et le Glidcop AL-15. Puis nous étudierons le comportement en fatigue de chacun des matériaux. Une première étape de modélisation de l'endommagement par fatigue sera alors proposée, puis un critère de ruine sera choisi

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

2. Matériaux

Le cuivre est le plus vieux métal au monde puisqu'il a été utilisé plus de 8000 ans avant notre ère dans de nombreuses régions du Proche-Orient. Le cuivre est l'un des meilleurs conducteurs électrique et de chaleur, c'est sa caractéristique essentielle. Cette propriété est largement mise à profit dans les chauffe-eau, chaudières, radiateurs automobiles, condenseurs et réchauffeurs des centrales électriques thermiques et nucléaires.

Une gamme très variée d'alliages de cuivre existe aujourd'hui et on cite par exemple qu'avant la guerre 1939-1945 au moins 300 alliages différents étaient fabriqués à grande échelle [9]. Parmi cette large gamme nous allons nous intéresser aux cuivres exempts d'oxygène, un des matériaux constituant du Crotch absorbeur. Ils réunissent les avantages suivants:

- haute conductivité électrique ;
- haute conductivité thermique ;
- insensibilité aux atmosphères réductrices.

Il existe deux nuances de cuivre exempt d'oxygène (appellation de la norme AFNOR^{*}) qui se distinguent par leur niveau de pureté :

- Cu-c1 : la teneur minimale de cuivre est de 99,95 % ;
- Cu-c2 : la teneur minimale de cuivre est de 99,99 %.

Ces cuivres ont les avantages de toutes les autres catégories avec de plus hautes conductivités électriques et thermiques et une meilleure aptitude au soudage et au brasage. La catégorie Cu-c2, avec sa plus grande pureté et surtout son oxygène limité à 5 ppm[†] convient mieux aux applications nécessitant un vide poussé comme c'est le cas dans les accélérateurs de particules telles que l'ESRF (10^{-9} à 10^{-11} mbar). Ils sont obtenus par voie électrolytique et sont refondus sous atmosphères réductrices, procédé type américain (OFHC), ou avec addition contrôlée de désoxydants non résiduels, procédé de type allemand (NA[‡] catégorie BE58).

Le cuivre renforcé par une dispersion d'oxydes (Oxide Dispersion Strengthened) en abrégé cuivre ODS se présente comme une matrice de cuivre pur avec une dispersion de particules d'oxydes. Les oxydes sont les plus connus et les plus utilisés mais toutefois les nitrures, les

^{*} AFNOR : Association Française de Normalisation.

[†] ppm : Partie Par Million.

[‡] NA : Norme allemande.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

borures et les carbures sont jugés comme des candidats potentiels pour le renforcement de la matrice du cuivre [10].

L'alliage Dispersion-renforcé de cuivre (DSC) est une famille d'excellents matériaux fonctionnels et structurels. Il offre une combinaison unique de haute conductivité électrique et haute résistance à température ambiante et à des températures élevées. En conséquence, ils ont été largement utilisés dans les tubes des composants de micro-ondes, cadres de circuit intégrés [11,12]. Les alliages DSC peuvent être produits par des méthodes de traitement différentes telles que l'oxydation interne, co-précipitation chimique [11], mécanosynthèse [13-15-16], synthèse par combustion [17,18], et pulvérisation [19].

À l'heure actuelle, des études sur ces alliages se concentrent principalement sur Cu-Al₂O₃, Cu-Cu-TiC et TiB₂. Les propriétés de Cu-Al₂O₃, produits par oxydation interne, sont supérieures à celles des alliages DSC produits par d'autres méthodes [20].

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

2.1. L'oxydation interne

Les cuivres renforcés par une fine dispersion de particules d'alumine sont obtenus à une échelle commerciale par oxydation interne de poudre d'un alliage de Cu-Al. Cette opération consiste à réaliser les opérations suivantes :

- Faire fondre cet alliage à l'aide d'un four à induction puis à l'état liquide, l'atomiser en passant au centre d'une douche dans laquelle il est heurté par un jet d'eau à haute pression, le filet de l'alliage liquide est transformé en fine gouttelettes de 20 à 250 μm sous l'effet de ce jet l'eau.
- Vient après l'étape de séchage et de tamisage afin de collecter uniquement les poudres ayant un diamètre inférieur à 100 μm .
- Oxydation des poudres dans un flux d'air durant 60 min à 900°C.
- Réduction dans un flux d'atmosphère réductrice (hydrogène) durant 60 min à 800°C.
- Enfin la poudre est versée dans un socle en cuivre OFHC pour être pré-compacter à 500 MPa. L'ensemble est ensuite préchauffé dans une atmosphère d'argon à 900°C durant 60 min et enfin prêt à être extrudé à chaud.

La figure I.10 représente les différentes étapes de l'oxydation interne.

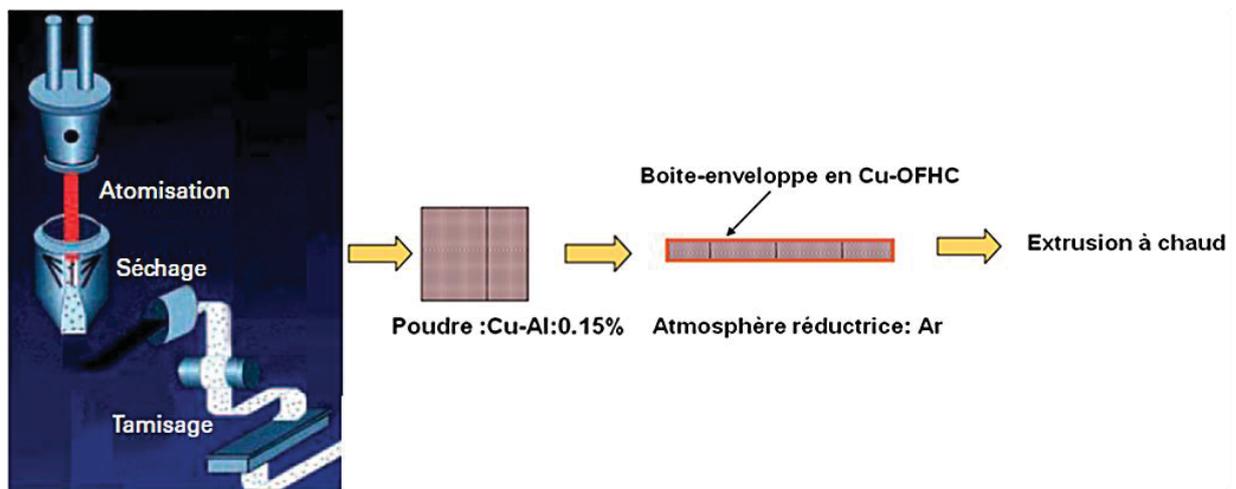


Figure I.10: Les différentes étapes de l'oxydation interne [21].

L'oxydation interne est le processus par lequel l'oxygène diffuse dans l'alliage et provoque la précipitation sous la surface de l'oxyde. Plusieurs conditions sont nécessaires afin d'arriver à réaliser cette opération, par exemple :

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

- Au début de l'oxydation interne il est nécessaire qu'aucune couche en surface n'empêche la dissolution de l'oxygène dans l'alliage Cu-Al.
- La concentration en Al de l'alliage Cu-Al doit être suffisamment faible afin d'empêcher le passage de l'oxydation interne à l'oxydation externe.
- le coefficient de diffusion de l'oxygène dans la matrice de cuivre est beaucoup plus grand que celui de l'aluminium dans la matrice de cuivre.

La figure I.11 illustre schématiquement le processus de l'oxydation interne.

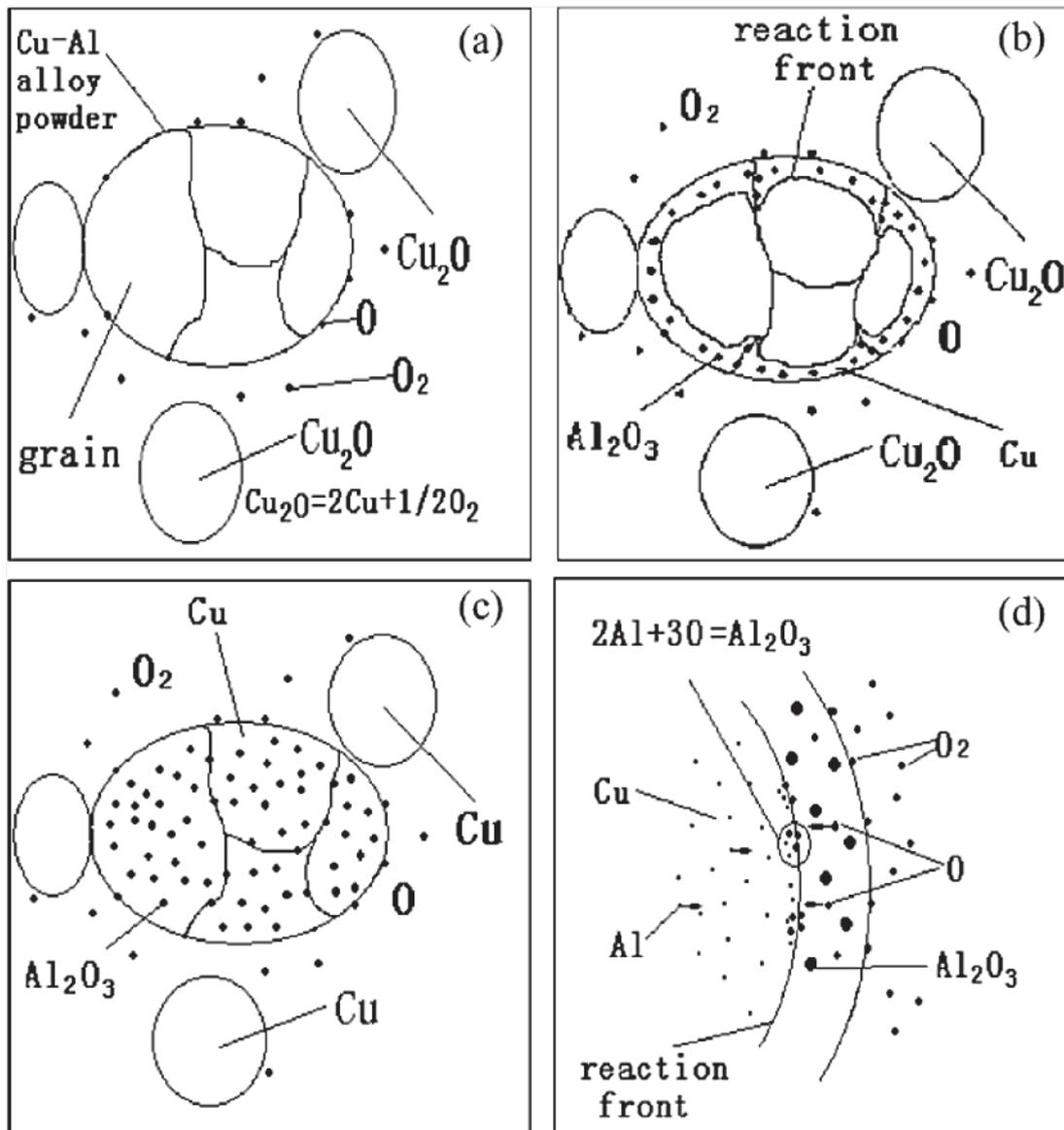


Figure I.11: Illustration schématique de l'oxydation interne: (a) la décomposition de Cu_2O et adsorption de O , (b) diffusion de l' O et oxydation interne de Al ; (c) réalisation de l'oxydation interne; (d) nucléation et croissance de Al_2O_3 [22].

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Dans un stade précoce de l'oxydation interne, les atomes d'oxygène diffusent principalement sur la surface des poudres et le long des joints des grains. L'oxyde se forme le long des joints des grains puis se fait en profondeur jusqu'à atteindre le cœur du grain. Lorsque la solubilité critique de la nucléation des précipités d' Al_2O_3 est établie, la nucléation se produit jusqu'à ce que tout l'aluminium à l'intérieur des grains se transforme en fin précipité d' Al_2O_3 .

En général, la taille des particules d'alumine est déterminée par une compétition entre la vitesse de nucléation et la vitesse de croissance et grossissement des ces particules. La température d'oxydation influence ces deux vitesses. La vitesse de croissance est beaucoup plus élevée que la vitesse de nucléation avec l'augmentation de la température d'oxydation. Comme le montre la figure I.12, la taille des particules augmente avec l'augmentation de la température.

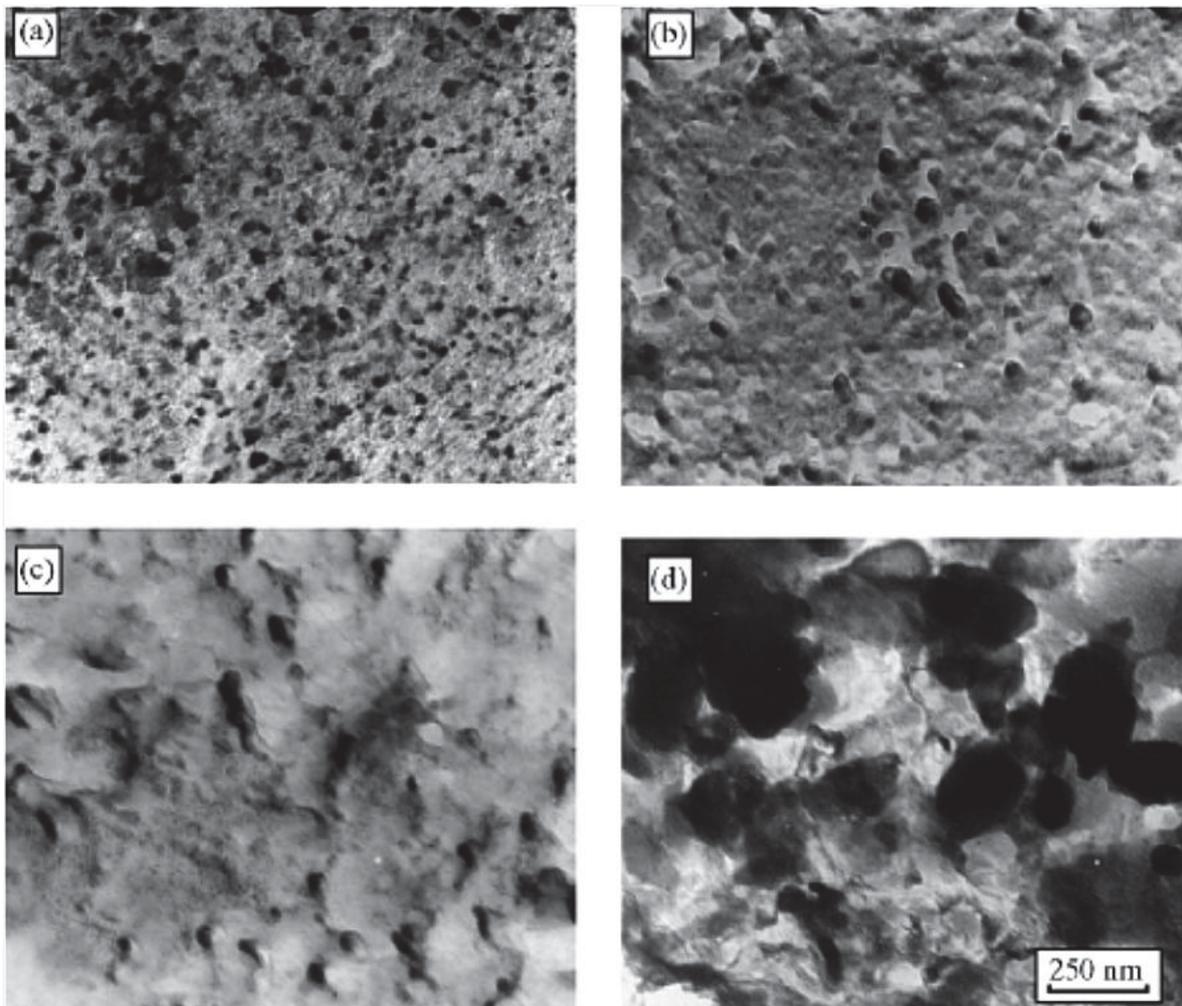


Figure I.12: Images MET représentant la taille des particules d'alumine en fonction de la température d'oxydation; (a) 700°C; (b) 800°C; (c) 900°C; (d) 1000°C [22].

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Le temps de l'oxydation interne joue un rôle aussi important sur la taille des particules d'alumine. La figure I.13 montre l'augmentation de la taille des particules d'alumine avec l'augmentation du temps d'oxydation interne. Ceci est probablement attribué à l'augmentation de la profondeur de l'oxydation ce qui conduit à l'augmentation du temps de croissance et induit des particules de plus grande taille.

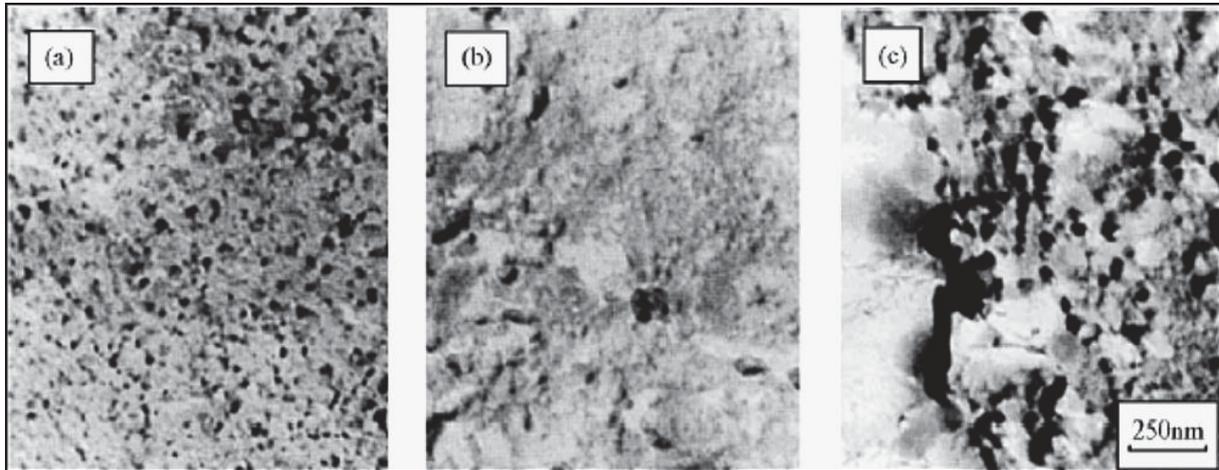


Figure I.13: Images MET des particules d'alumine en fonction du temps d'oxydation interne ; (a) 1h; (b) 3h; (c) 6h ;(T=700°C) [22].

La figure I.14 est une image MEB de poudres Cu-0.18Al fabriquées par atomisation au gaz. Les poudres ont une forme sphérique, ce qui est typique des poudres atomisées au gaz. Des poudres fines sont regroupées autour de poudres grossières comme satellites, en raison de la collision entre les poudres grossières à l'état semi-solidifié et les poudres fines qui étaient déjà solidifiées. La taille moyenne de ces poudres est de 29,4 μm pour un alliage Cu-0.30Al.

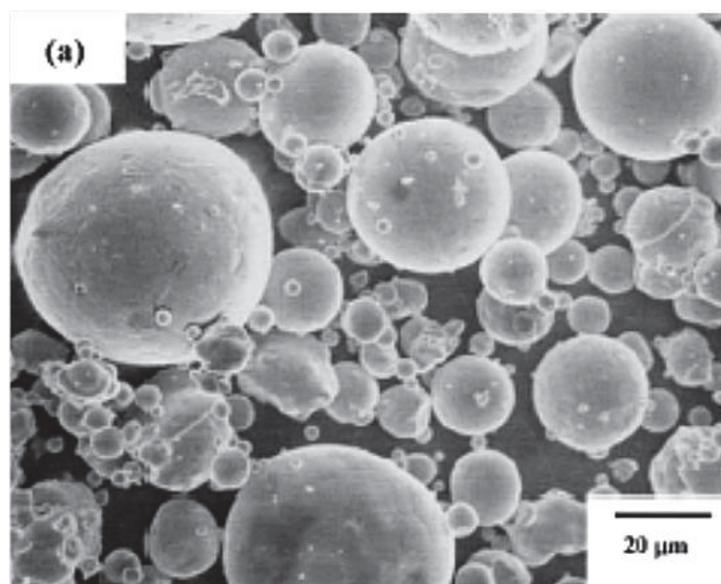


Figure I.14: Micrographies de (a) poudres de Cu-0.18Al atomisées [23].

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

La figure I.15 représente la microstructure des poudres. On voit clairement que les grains sont petits et equiaxes (figure I.15a). Des défauts tels que les oxydes de cuivre peuvent s'agglomérer au niveau des joints de grain (figure I.15b) après oxydation interne. Ces oxydes de cuivre peuvent produire un dégagement de gaz qui conduit à l'apparition des fissures à l'intérieur des grains de ces poudres.

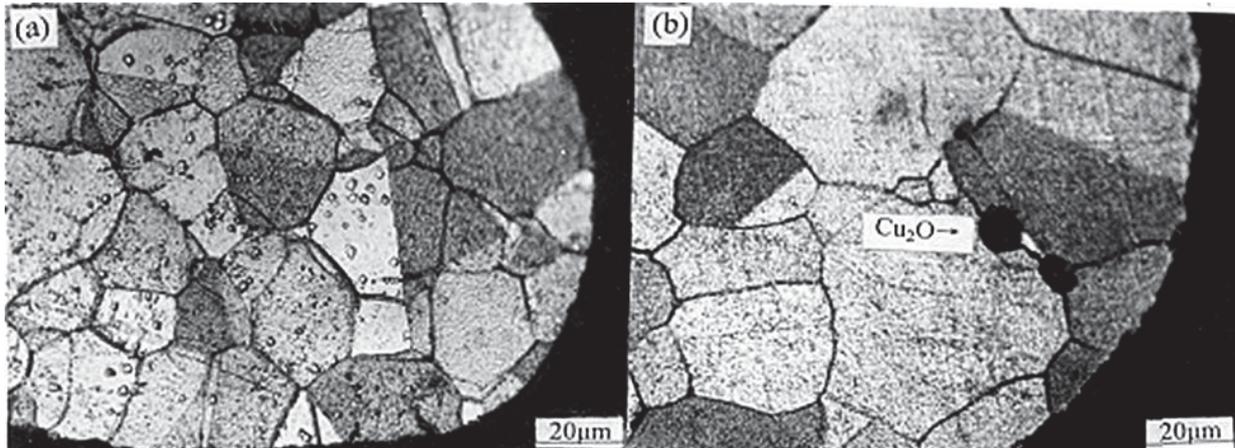


Figure I.15: Micrographies des grains des poudres d'alliage Cu-Al atomisées (a) Grains équiaxe (b) Oxyde Cu_2O aux joints de grains [24].

La dureté HV de la poudre augmente sensiblement : elle passe de 56 HV pour les poudres atomisée à 115 HV après oxydation interne. Il est montré que la dispersion des particules Al_2O_3 produites par oxydation interne peut remarquablement améliorer la dureté de la poudre de l'alliage Cu-Al.

Conclusion

L'oxydation interne consiste notamment à atomiser un alliage cuivre-aluminium, la poudre obtenue subit une oxydation ménagée, qui entraîne la dispersion des oxydes. Cette oxydation est effectuée, soit avant la densification, soit au cours de celle-ci. La densification se fait soit par filage-extrusion à chaud, soit par compression isostatique à chaud, suivie ou non d'une transformation à chaud ou forgeage et d'un écrouissage à froid. La quantité de dispersoïdes varie de 0,7 à 2,7% en volume approximativement [10].

Dans cette étude, les propriétés et microstructures d'un alliage DSC Al_2O_3 produit par oxydation interne sont examinées et discutées en détail.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

2.2. Cuivre OFHC

2.2.1. Composition du cuivre OFHC

La composition chimique de cuivre OFHC utilisé pour la fabrication de quelques éléments du Crotch absorbeur tel que le circuit de refroidissement est reportée sur le tableau I.1.

Tableau I.1: Composition chimique de cuivre OFHC

Designation	Cu	Ag	S
UNS	Wt%	Wt%	Wt%
C10100	99.99	0.0025	0.001

2.1.2. Observation de la microstructure

La microstructure du cuivre OFHC issu d'une barre extrudée avec et sans traitement thermique reproduisant l'opération de brasage est présentée sur la Figure I.16. Ces observations métallographiques nécessitent une préparation préalable des échantillons. Premièrement, les échantillons ont été polis mécaniquement sur des papiers de carbure de silicium de granulométrie décroissante (du 220 jusqu'au 4000) avec de l'eau comme lubrifiant, suivie d'un polissage sur pâte diamantée (de 3 μm à 0,25 μm) avec DP-lubrifiants rouge de chez Struers comme lubrifiant. Enfin ces étapes ont été suivies par une attaque chimique dans 25 ml d'eau distillée + 25 mL de NH_4OH (28%) + 5 ml de H_2O_2 (30%).

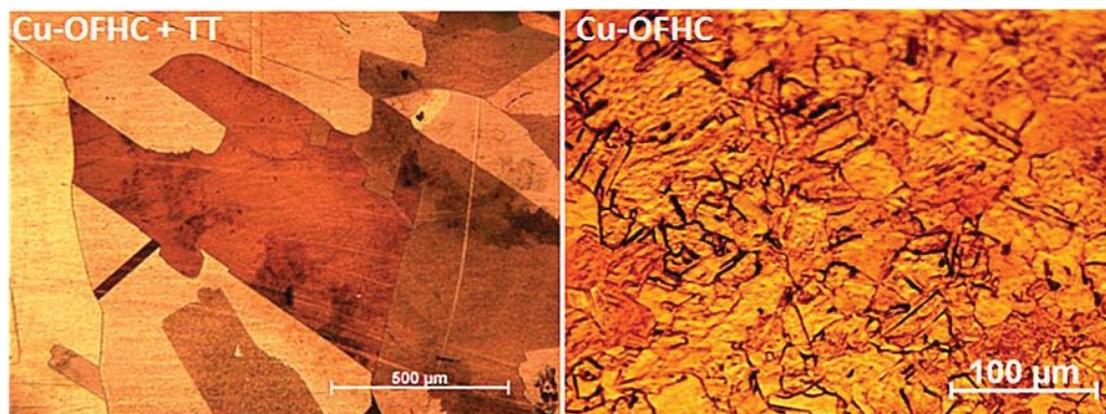


Figure I.16: Micrographie optique du Cu-OFHC+TT et CU-OFHC.

La taille des grains du Cu-OFHC+TT* est de l'ordre du millimètre car il y a eu recristallisation des grains. En revanche ceux du cuivre sans traitement thermique sont d'une taille de 20 μm .

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

2.2.3. Caractéristiques mécaniques du Cu-OFHC

Les caractéristiques mécaniques du Cu-OFHC données par le fournisseur et obtenues à température ambiante sont présentées dans le tableau I.2.

Tableau I.2: Propriétés mécaniques du Cu-OFHC

σ_Y (MPa)	σ_U (MPa)	A (%)	Hv ₁₀	HB	Conductivity % IACS
276	270	17	93	84	101

2.3. Cuivre ODS avec de fines particules d'alumine

Les cuivres ODS avec des fines particules d'alumine sont souvent employés pour de hautes températures comme par exemple : les contacts, les fils de plomb, des électrodes, les pièces nécessitant un vide poussé, conducteurs électriques, et dans les réacteurs nucléaires [25-26]. Ces alliages sont actuellement à l'étude en tant que matériau dissipateur de chaleur pour le divertor^{*}, le confinement et le premier mur de composants face au plasma de réacteur ITER[†] [27-32]. Ils peuvent être aussi utilisés pour les parties chaudes de moteurs à haut flux de chaleur, tels que les chambres de combustion de moteur de fusées spatiales [33].

Il existe trois nuances des cuivres ODS (alumine) connus sous le nom de Glidcop sur le marché, suivant le pourcentage d'oxyde d'alumine qu'ils contiennent, comme reporté sur le tableau I.3 :

Tableau I.3: Différentes nuances du Glidcop

Grade Designation		Copper		Aluminum Oxide	
UNS	SCM	Wt.%	Vol.%	Wt.%	Vol.%
C15715	Glidcop AL-15	99.7	99.3	0.3	0.7
C15725	Glidcop AL-25	99.5	98.8	0.5	1.2
C15760	Glidcop AL-60	98.9	97.3	1.1	2.7

* divertor : un composant fondamental de l'ITER Situé sur le « plancher » de sa chambre à vide.

† ITER : International Thermonuclear Experimental Reactor.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

2.3.1. Le Glidcop AL-15

Le matériau utilisé dans notre étude est un cuivre pur renforcé par une dispersion d'oxydes d'alumine Al_2O_3 (Oxide Dispersion strengthened metal ODS de cuivre). Ce Cu-ODS est fabriqué par une société américaine OMG en Caroline du Nord sous le nom commercial de Glidcop AL-15 et désigné par C15715 (International Copper Association designation). Il contient 99.3 % de cuivre pur et 0.7% d'oxyde d'alumine en volume, le tableau I.4 résume la composition chimique de notre alliage et le tableau 4 ses caractéristiques mécaniques.

Tableau I.4: composition chimique du Glidcop AL-15

Grade Designation		Copper		Aluminum Oxide	
UNS	SCM	Wt %	Vol %	Wt %	Vol%
C15715	AL-15	99.7	99.3	0.3	0.7

La figure I.17 représente une image optique de la métallographie du Glidcop AL-15 et une image MET représentant les grains du Glidcop AL-15. La taille des grains du Glidcop AL-15 sont de l'ordre de $20\mu\text{m}$ dans le sens de l'extrusion. En revanche dans le sens transverse les grains ont une de taille de $2\mu\text{m}$

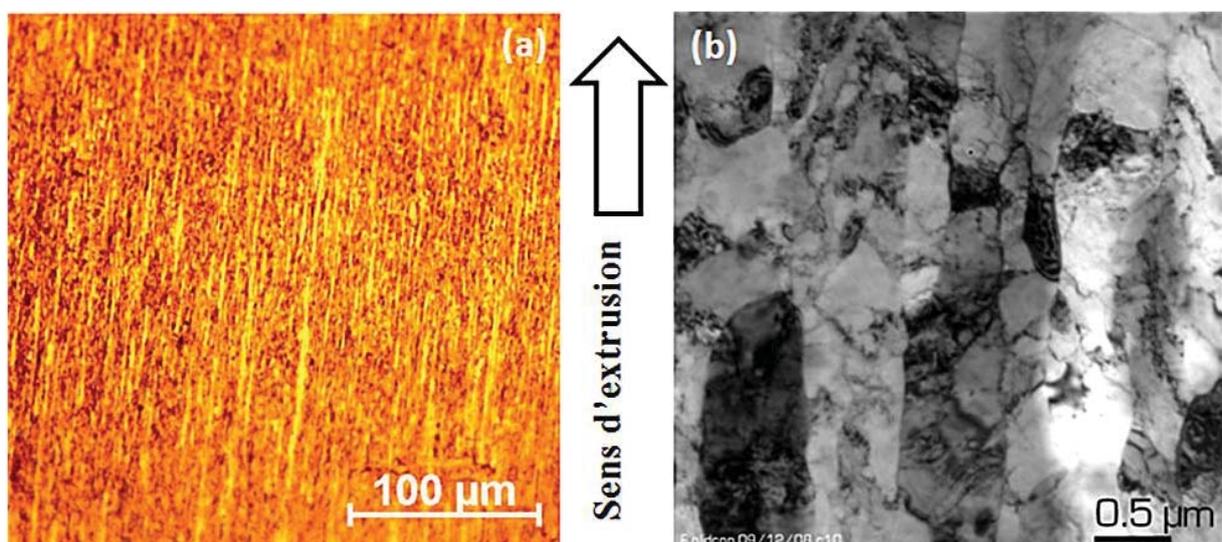


Figure I.17: Métallographie du Glidcop AL-15 : (a) micrographie optique; (b) image MET

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

a) Texture du Glidcop AL-15

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour mesurer des orientations locales au sein d'une microstructure. Mais, l'une d'entre elles est devenue un outil très répandu dans les laboratoires universitaires et industriels, la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScattered Diffraction, EBSD).

Depuis les années 1990, avec une version entièrement informatisée, on peut maintenant mesurer des cartographies d'orientations (reconstruction de la microstructure à partir de la mesure des orientations cristallographiques) et des phases. A partir de ces cartographies, une multitude de données, outre la texture cristallographique elle-même, est accessible, comme la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, ...etc.

De ce fait, les analyses de structures de déformation, de recristallisation, de transformation de phases, de croissance de grains s'en trouvent largement facilitées. L'analyse de la texture peut être locale, mais aussi globale, c'est-à-dire comparable à celle estimée par diffraction des rayons X ou des neutrons, à condition de considérer un nombre suffisant de grains. La qualité des diagrammes de diffraction est une donnée importante puisqu'elle peut être un indicateur de l'écroutissage du matériau et un moyen d'estimer la fraction de grains vierges de dislocations dans un matériau partiellement recristallisé.

a₁. Rappel du principe EBDS

L'EBSD ou diffraction des électrons rétrodiffusés, est une technique qui permet de déterminer l'orientation cristallographique d'une zone excitée par un faisceau d'électrons incidents. Il résulte de cette excitation l'émission, par chaque plan atomique de la maille, d'une paire de cônes de diffraction, qui, interceptés par un écran phosphorescent, forment une bande de Kikuchi (figure I.18).

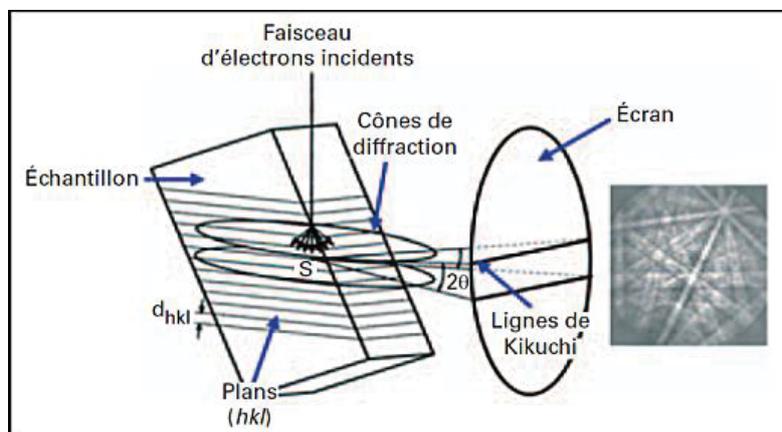


Figure I.18: Principe de formation des diagrammes de Kikuchi [34].

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

L'échantillon est généralement incliné de 70° afin d'obtenir un bon compromis entre l'émission maximale des électrons rétrodiffusés et la nécessité de limiter les effets néfastes de la rugosité résiduelle de l'échantillon.

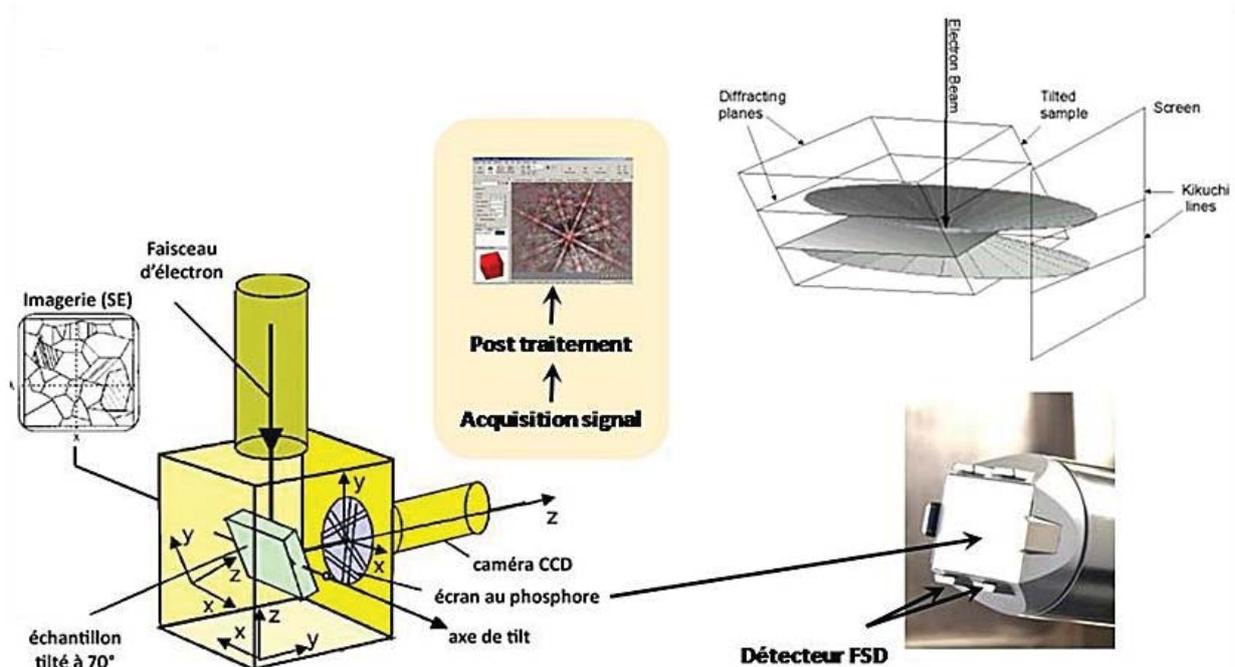


Figure I.19: Description schématique de la configuration de l'EBSD [35].

Les électrons incidents qui frappent l'échantillon sont diffusés dans un large domaine angulaire [6]. Parmi ces électrons, certains sont nécessairement en condition de Bragg avec les différentes familles de plans atomiques. Ces électrons, diffractés par une famille de plans donnée, forment deux cônes de diffraction fortement ouverts. L'intersection de ces cônes avec l'écran de phosphore, placé face à l'échantillon, donne lieu à des paires de lignes de Kikuchi qui apparaissent presque droites (du fait de l'ouverture des cônes – faible valeur de l'angle de Bragg et délimitent une bande. Les bandes observées sont donc simplement la trace sur l'écran des plans diffractant. Les électrons, diffractant et participant à la création des lignes de Kikuchi, sont ceux dont l'énergie est proche de celle des électrons incidents. Ils possèdent ainsi une longueur d'onde bien définie ($\lambda = 0,087 \text{ \AA}$ pour une tension d'environ 20 kV). Ils vont permettre, selon la relation de Bragg, l'obtention de bandes nettes.

a₂- Indexation des diagrammes de Kikuchi

Les diagrammes de Kikuchi étant formés, il convient de les indexer afin de caractériser l'orientation cristallographique correspondante. Cette opération n'est cependant pas immédiate et mérite d'être considérée avec précaution.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

a.3- Préparation des échantillons

Les mesures d'orientations locales par techniques d'EBSD demandent une préparation soignée de la surface de l'échantillon. Une étape de polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 4000 au polissage à pâte diamantée (3, puis 1, et enfin 0.25 μm) est suivi d'un polissage avec OPS* et enfin un électro-polissage permettant d'enlever la couche écrouie par le polissage mécanique tout en préservant l'état de surface. La solution électrolytique utilisée est *l'électrolyte D* de chez Struers sous les conditions suivantes : tension de 24V durant 20 secondes. Enfin les échantillons sont rincés avec de l'eau puis avec de l'éthanol et passés aux ultra-sons durant 15 minutes afin d'éliminer toutes les impuretés.

a.4- Cartographies EBSD

Le microscope électronique à balayage utilisé est un modèle FEI QUANTA. La tension d'accélération des électrons est de 20 kV, l'échantillon est positionné à une distance de travail de $WD = 15 \text{ mm}$ et un angle d'inclinaison de 70° pour maximiser la diffraction des électrons. Un point est réalisé tous $1.250 \mu\text{m}$. Le logiciel utilisé pour l'indexation et le post-traitement est le logiciel Oxford Instruments HKL Channel 5. le résultats obtenu est représenté sur la figure I.20.

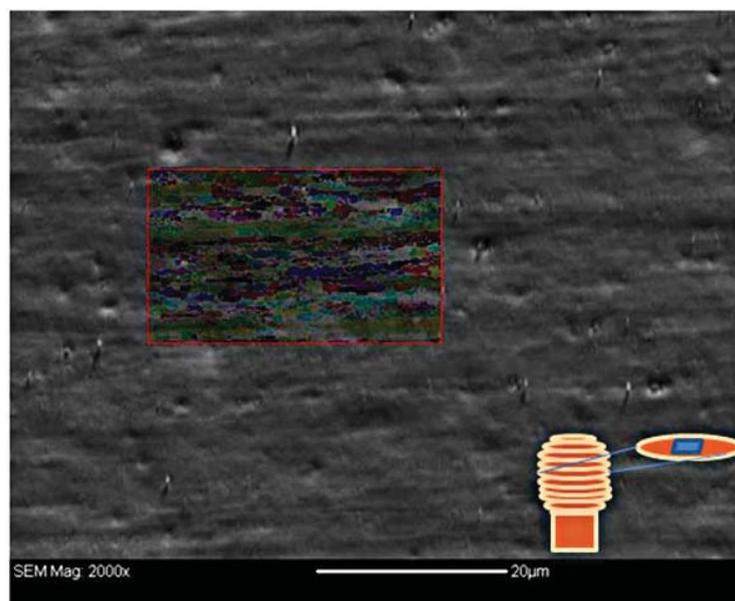


Figure I.20: Cartographie EBSD réalisée sur le Glidcop prélevé sur la tête d'une éprouvette de fatigue.

En conséquence du processus de fabrication, l'extrusion, le matériau présentait une texture morphologique, de grains allongés dans la direction d'extrusion. La taille des grains de

* OPS : Suspension colloïdale de silice SiO_2 au $\text{pH} = 9.8$ légèrement basique et taille de grain $0,04 \mu\text{m}$.

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Glidcop AL-15 se situe entre 5 et 15 μm dans un plan parallèle à la direction d'extrusion et entre 0,3 et 0,9 μm dans un plan perpendiculaire à la direction d'extrusion (figure I.21).

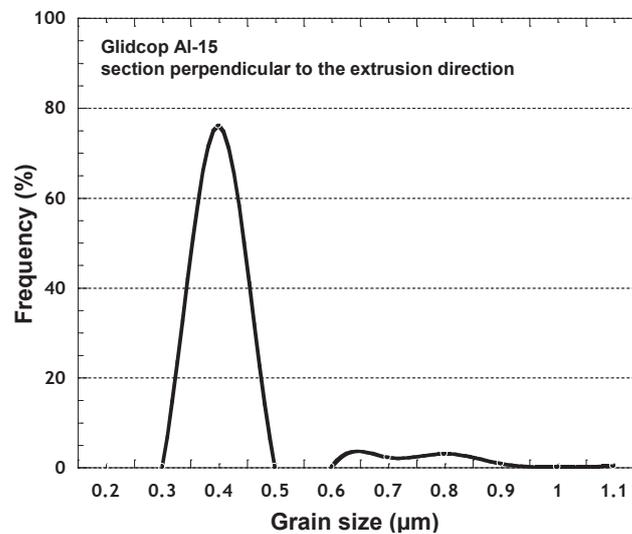


Figure I.21: Distribution de la taille des grains dans le Glidcop AL-15 étudié dans une section perpendiculaire (TD) à la direction d'extrusion

La distribution obtenue par EBSD (figure I.21) montre que la taille des grains dans le plan perpendiculaire à la direction d'extrusion est plutôt homogène avec une valeur de 0,4 μm pour 75% des les grains.

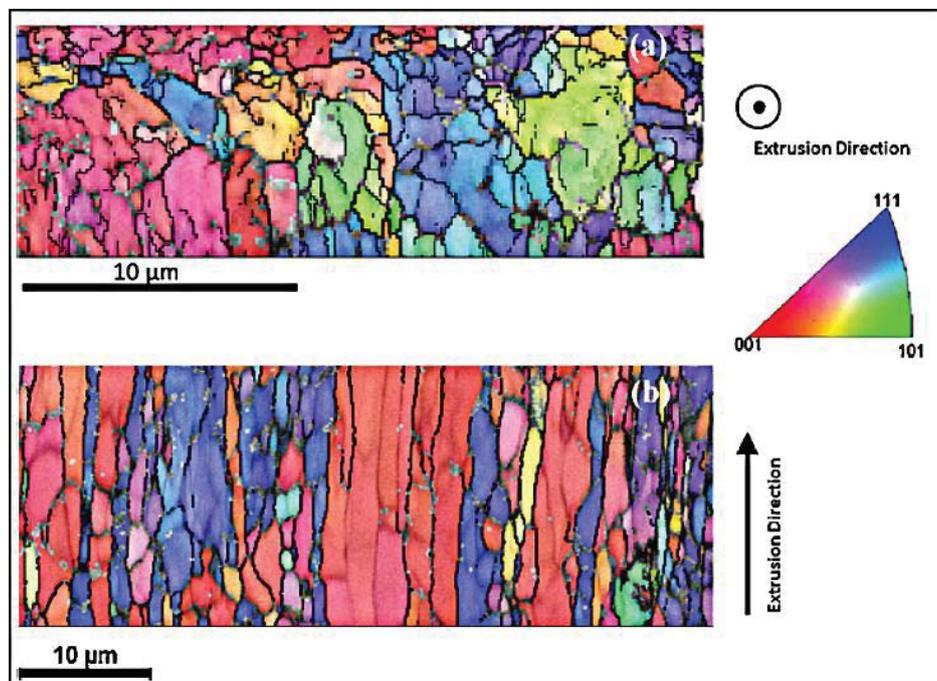


Figure I.22: EBSD figures de pôles inverses montrant l'orientation des grains à la surface perpendiculaire à la direction d'extrusion (a) et sur la surface parallèle au sens l'extrusion (b) d'une barre de Glidcop AL-

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

Une texture cristallographique a été déterminée par l'indexation EBSD collectée sur des surfaces perpendiculaires et parallèles à la direction d'extrusion (figure I.22a et b, respectivement).

Un premier examen sur une surface perpendiculaire à la direction d'extrusion montre toutes les orientations cristallographiques. Ceci suggère que la direction l'extrusion est caractérisée par l'absence d'une texture cristallographique (figure I.22a). Cependant, à l'échelle du grain, il a été noté que les orientations cristallographiques n'ont pas été réparties de façon aléatoire. En effet, la surface est apparue comme une mosaïque de paquets de grains avec chaque paquet représentant une superficie allant jusqu'à $100\mu\text{m}^2$ et ayant à peu près la même orientation. Sur un plan parallèle à la direction d'extrusion, la figure de pôle inverse de la figure I.22a a révélé une microstructure comprenant deux bandes de texture : Une bande contenant des grains de diverses orientations mais surtout orientés $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ parallèle à la direction de l'extrusion, et une autre bande ne possède qu'une orientation $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ parallèle à l'axe d'extrusion. En outre, l'analyse EBSD a souligné que le Glidcop AL-15 a une texture particulière correspondant à une succession de couches allant jusqu'à $20\ \mu\text{m}$ d'épaisseur comme l'illustre la figure I.23.

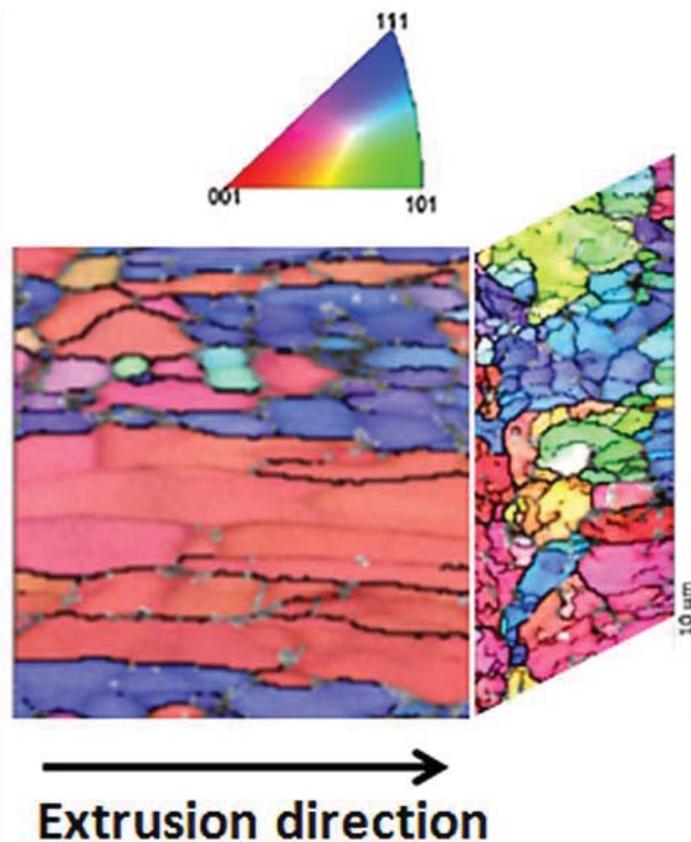


Figure I.23: Texture morphologique du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

b) Caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15

Les caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15 données par le fournisseur et obtenues à température ambiante sont présentées dans le tableau I.5.

Tableau I.5: Propriétés mécaniques du Glidcop AL-15 (barre extrudée)

σ_Y (MPa)	σ_U (MPa)	A (%)	Apparent hardness Rb	Conductivity % IACS
272	372	28.3	64.1	94.4

c) Caractérisation des fines dispersions d'Al₂O₃

Les observations TEM* ont montré que les particules Al₂O₃ sont uniformément dispersées dans la matrice de cuivre comme l'illustre la figure I.24a. Ces particules empêchent le mouvement de dislocations (Fig. I.24b). Aucune analyse statistique de la taille de ces particules n'a été réalisée au cours de notre travail. Néanmoins la taille de la majorité de ces particules est comprise dans une gamme de 3-12 nm avec un espacement inter-particules de 30 à 100 nm et une densité de 10^{16} à 10^{17} cm⁻³ [36]. Ces particules sont incohérentes avec la matrice de cuivre.

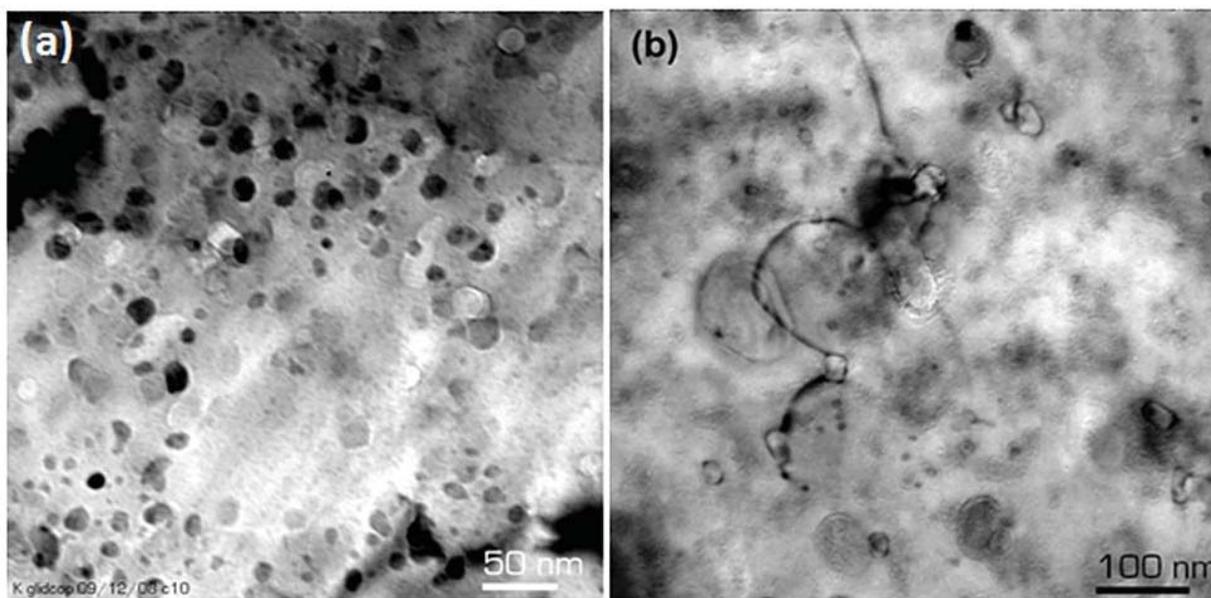


Figure I.24: Images MET montrant: (a) une fine dispersion de particules d'Al₂O₃ dans le cuivre (b) mouvement de dislocation bloqué par les fine dispersions d'alumine du Glidcop AL-15

Chapitre I : Contexte industriel et matériaux

La figure I.25 présente l'analyse par diffraction des rayons X sur certains ODS de cuivre qui montre que la quasi-totalité des particules sont de la phase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ avec la présence rare de la phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

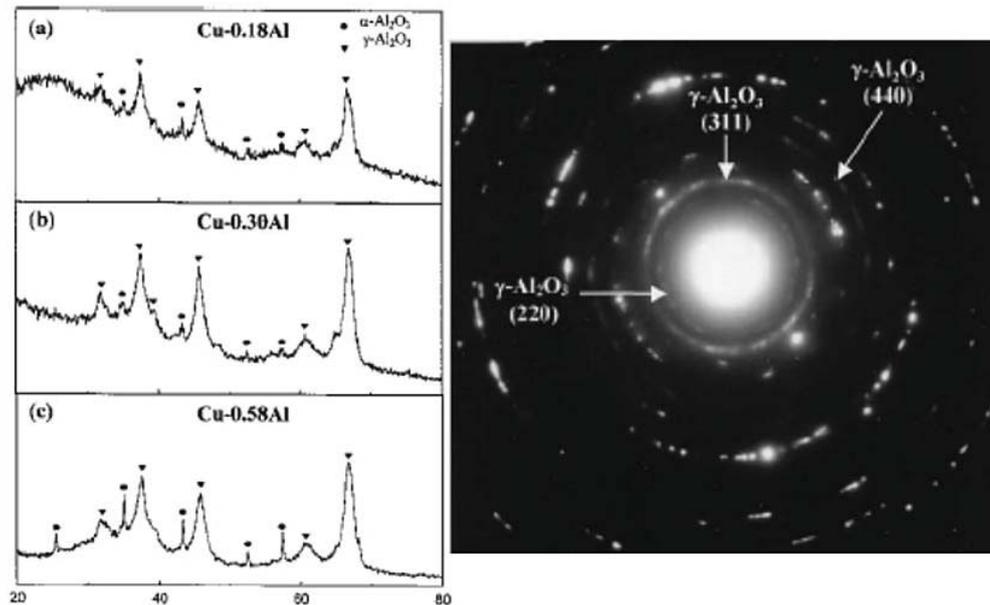


Figure I.25: Spectre de diffraction RX de différents ODS de cuivre et image d'un cliché de diffraction d'une fine particule d'alumine [37].

La morphologie des fines particules de Al_2O_3 est de différentes formes ; sphérique, triangulaire et même de forme irrégulière. Mais la plus répandue est de forme sphérique comme le montre la figure I.26.

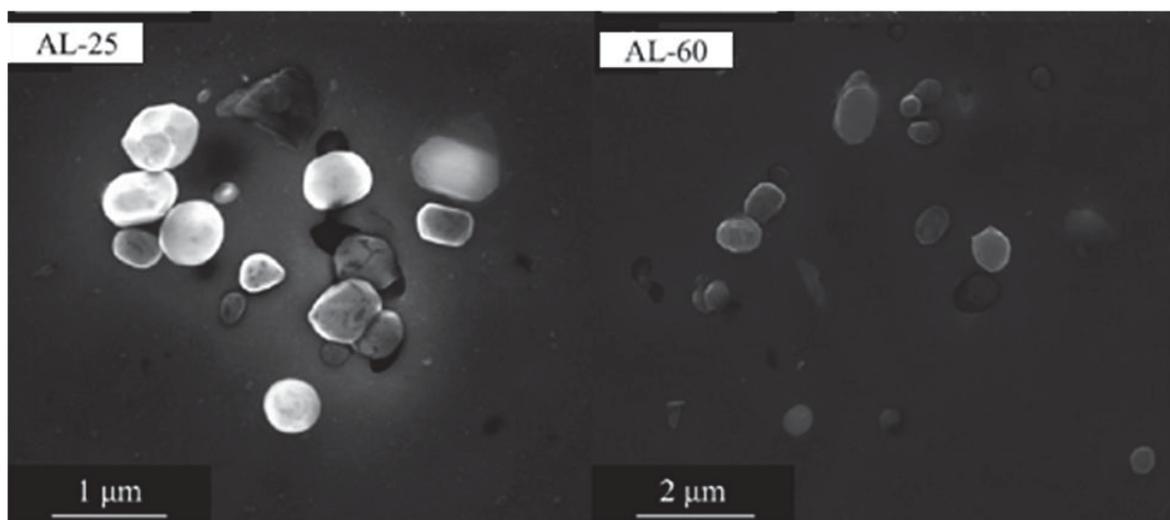


Figure I.26: Images MEB des morphologies des fines particules d' Al_2O_3 du Glidcop AL25 et Glidcop AL-60 [23].

Chapitre II:

Effet du brasage et effet d'anisotropie

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Sommaire

Introduction	30
1 Techniques expérimentales et rappel bibliographique	31
1.1.Dureté Vickers	31
Matériel expérimental	32
1.2.Essai de traction	34
1.3.Introduction à la fatigue	35
1.3.1.Type de chargement	35
1.3.2.Courbe d'endurance (courbe de Wöhler)	36
1.3.3. Fatigue oligocyclique	37
1.3.4. La fatigue à haute température	38
1.3.5. Endommagement par fatigue	38
1.4. Caractérisation chimique	39
1.4.1. Analyse EDX	39
1.4.2. Microsonde de Castaing	39
2 Effet du brasage	41
2.1.Le brasage	42
2.2.Traitement thermique reproduisant le cycle de brasage	44
2.3.Observations MEB de la brasure	44
2.4.Analyse chimique de la brasure : (Analyse EDX)	45
2.5. Analyse de la microstructure	46
2.6.Influence du brasage sur les caractéristiques mécaniques du Glidcop	47
2.7. Résultats de l'effet de brasage	51
2.7.1. Essai de traction	51
2.7.2. Essai de fatigue	52
2.7.3. Observation des faciès de rupture	54
Conclusion	56
3 Effet d'anisotropie	56
3.1.Essais de traction	58
3.2.Faciès de rupture	59
3.3.Essais de fatigue	60
Conclusion	64

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Introduction

Nous nous sommes confrontés au début de cette thèse à des difficultés qui consistent à :

- donner une réponse quand au choix du traitement thermique à effectuer ou pas sur les éprouvettes usinées dans un barreau extrudé du Glidcop AL-15 fourni par l'ESRF qui serviront aux tests de caractérisation du matériau présentés dans les chapitres suivants.
- étudier l'effet du processus de fabrication du barreau du Glidcop AL-15 sur ses réponses mécaniques monotone et cyclique.

Afin d'atteindre ces objectifs nous allons scinder ce chapitre en deux parties :

- dans un premier temps, nous allons exposer toutes les techniques expérimentales utilisées.
- dans un second temps, les effets du brasage et d'anisotropie induits par l'opération d'extrusion, seront discutés.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

1. Techniques expérimentales et rappel bibliographique

1.1. Dureté Vickers

L'essai de dureté est un essai durant lequel une pointe très dure est enfoncée avec une charge contrôlée dans le matériau à tester (Figure II.1). La dureté est ensuite évaluée en prenant en compte les dimensions de l'empreinte laissée dans le matériau testé. L'essai de dureté Vickers utilise une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré dont on mesure les diagonales. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

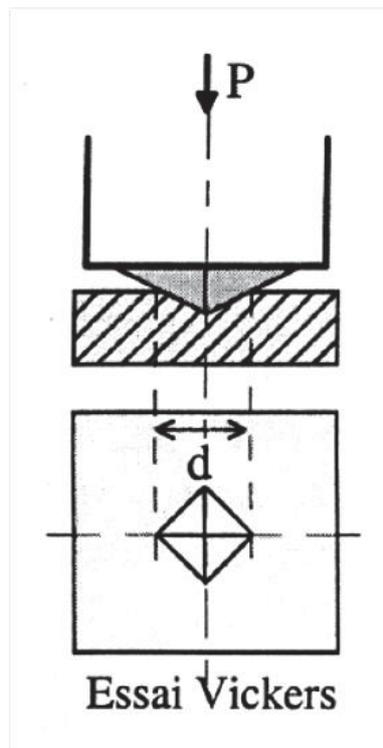


Figure II.1: Principe de l'essai de dureté VIKERS

Pour la mesure de dureté Vickers, trois paramètres d'essai sont ajustables : la température d'essai, la charge appliquée et le temps de maintien de la charge. Dans notre cas, une charge de 50g est appliquée durant 15 secondes. La dureté a ensuite été calculée grâce aux dimensions de l'empreinte selon l'équation $Hv=1,854P/d^2$, avec P la charge en g et d la moyenne des diagonales en mm. Bien que la valeur de la dureté corresponde à une contrainte, elle est en général donnée sans unité.

Pour chaque mesure, la valeur de dureté a été obtenue en moyennant plus de 20 valeurs afin de réduire les incertitudes et en prenant la précaution d'ôter la plus grande et plus petite valeurs. Les résultats présentés dans la suite sont des valeurs moyennes.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Matériel expérimental

Tous les essais mécaniques sont réalisés au sein du groupe MPGM de l'UMET. Les essais de caractérisation ont été menés sur deux machines de fatigue, une Schenck Instron servo-hydraulique de capacité 250 kN et une machine électro-mécanique Schenck-Trebel de capacité 63kN au MPGM. Les essais sont conduits sous variation de déformation totale contrôlée. Les éprouvettes sont cylindriques et possèdent un diamètre $\phi = 10$ mm et une longueur utile $L_0 = 15$ mm (Figure II.2).

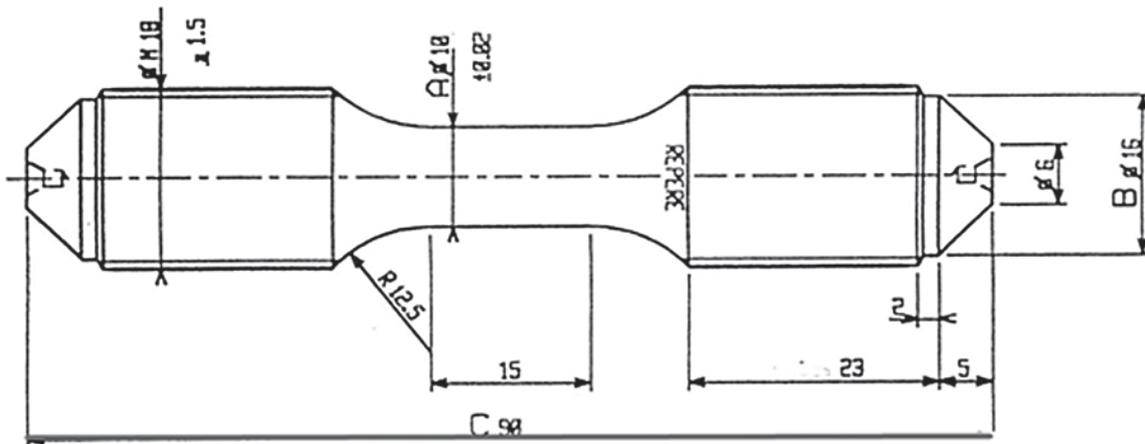


Figure II.2: Eprouvette de traction et de fatigue du Glidcop AL-15

Les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre placé directement sur l'éprouvette à température ambiante (figure II.3). L'utilisation de cet extensomètre nous permet d'avoir le comportement réel du matériau testé.



Figure II.3: Extensomètre collé directement sur l'éprouvette.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Nous avons rencontré un problème lors des essais de fatigue. Le cuivre OFHC et le Glidcop ont une dureté qui n'est pas très élevée. Le seul fait de coller un extensomètre sur l'éprouvette engendre l'apparition d'une rayure qui conduit à une concentration de contraintes. Nous avons vu que l'amorçage des fissures avait toujours lieu à côté des couteaux de l'extensomètre comme le montre la figure II.4. La durée de vie des éprouvettes testées se trouve alors affectée. Nous avons utilisé d'autres dispositifs afin de remédier à ce problème.

A haute température le phénomène apparaît de nouveau plus marqué. Ainsi, deux techniques différentes ont été utilisées pour caractériser la tenue en fatigue de nos matériaux. Dans le premier cas, un extensomètre est fixé sur des tiges de renvoi placées loin de l'éprouvette (Figure II.5). Le système est préalablement calibré grâce à un deuxième extensomètre collé sur l'éprouvette. Ce dispositif nous permet d'obtenir la durée de vie du matériau, car aucun élément ne se met en contact avec l'éprouvette.

Afin de tracer les courbes contraintes déformations, nous avons utilisé un extensomètre collé sur l'éprouvette pour les essais à température ambiante ou un extensomètre comprenant des tiges en céramique placées directement sur l'éprouvette pour les essais à haute température. Ce type d'extensomètre possède de longues tiges en céramique, qui permettent à l'électronique d'être en dehors du four tandis que la déformation est mesurée directement sur l'éprouvette. Ce dispositif nous permet d'avoir la réponse réelle du matériau. En revanche la durée de vie se trouve affectée par les marques des tiges en céramique sur l'éprouvette.

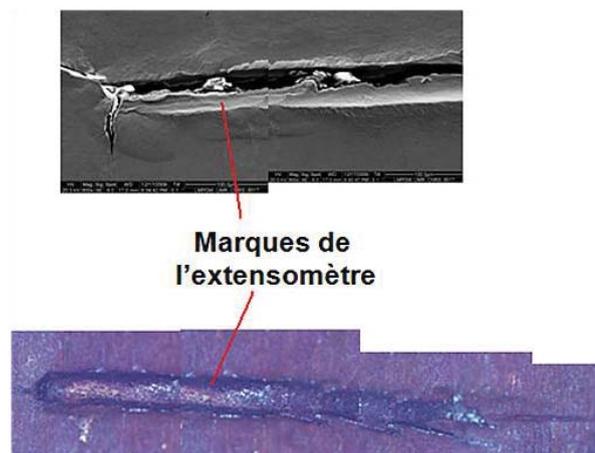


Figure II.4: Marques de l'extensomètre laissées sur le fut de l'éprouvette.

En résumé pour avoir :

- Les durées de vie \longrightarrow Système déporté.
- courbes contraintes-déformations \longrightarrow extensomètre en contact avec l'éprouvette

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

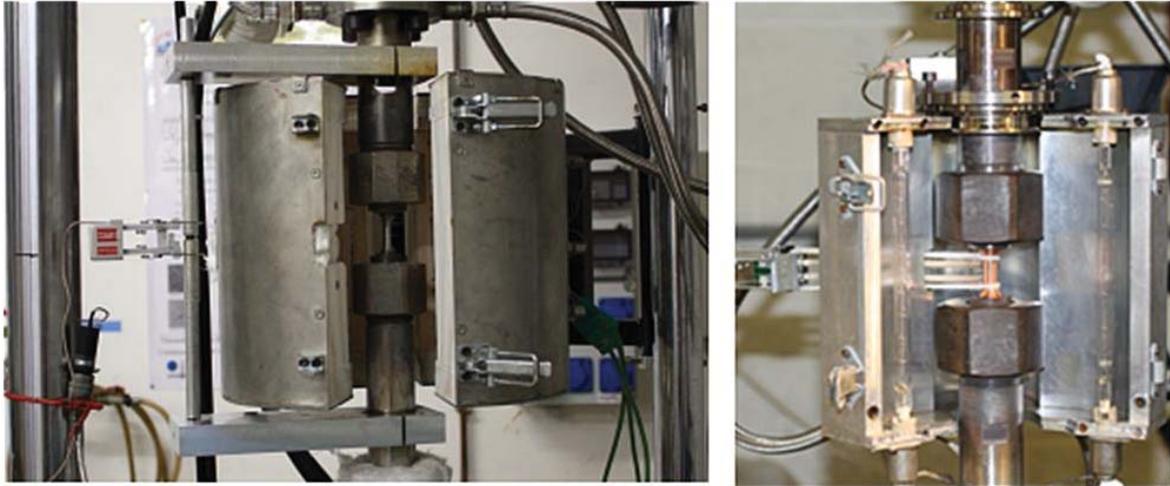


Figure II.5: Les deux dispositifs expérimentaux utilisés.

Pour les essais à haute température, les échantillons ont été chauffés dans un four conventionnel ou un four à lampes halogènes (figure II.5). La température de l'éprouvette est mesurée grâce à un thermocouple enroulé autour de la surface utile de l'éprouvette.

1.2. Essai de traction

Les essais monotones les plus classiques sont ceux de traction. La sollicitation est alors appliquée au matériau jusqu'à sa rupture ou jusqu'à une déformation suffisamment grande. Lors d'un essai de traction monotone on distingue successivement :

- un domaine de comportement élastique réversible, dans lequel l'arrêt de la sollicitation permet à l'éprouvette de retourner dans son état initial, et pour lequel les contraintes et les déformations sont reliées linéairement par la loi de Hooke
- un domaine de comportement plastique homogène, caractérisé par une déformation irréversible du matériau.
- un domaine de comportement plastique hétérogène, correspondant à l'apparition d'une striction. La déformation se localise dans l'éprouvette jusqu'à rupture de celle-ci.

La figure II.6 représente ces différents domaines et l'allure d'une courbe de traction.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

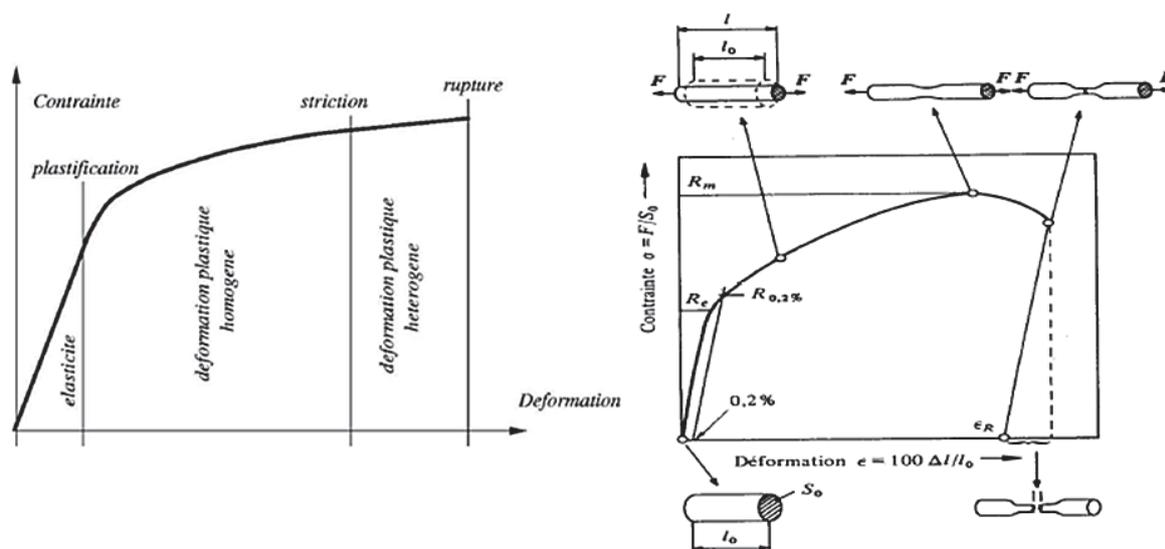


Figure II.6: Courbe de traction monotone.

1.3. Introduction à la fatigue

L'expérience montre que la répétition de cycles d'effort modifie et dégrade les propriétés des matériaux et peut conduire à terme, à la rupture des pièces. Ce phénomène est couramment appelé *fatigue* ou *endommagement par fatigue*. Il peut se manifester pour des niveaux de contraintes relativement faibles et inférieurs à la limite d'élasticité du matériau [1].

La fatigue est particulièrement insidieuse du fait de son caractère progressif masqué. Ceci est d'autant plus grave que la fissuration par fatigue conduit très souvent à une rupture brutale qui peut provoquer un accident [2].

Cette rupture vient principalement de fissures microscopiques qui apparaissent dans le matériau dès les premiers cycles de chargement et qui progressent doucement à chaque fois que l'on sollicite le matériau. Il existe de nombreuses courbes pour définir la durée de vie en fatigue d'un matériau.

1.3.1. Type de chargement

Généralement au cours d'essais de laboratoire, les efforts appliqués varient suivant une fonction de temps sinusoïdale, ou triangulaire, ceci en raison des seules possibilités de fonctionnement des machines ou pour des raisons de commodité dans le traitement des résultats d'essais [3]. Un chargement uniaxial de fatigue est caractérisé par une sollicitation variable dont la moyenne peut être nulle, positive ou négative.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

1.3.2. Courbe d'endurance (courbe de Wöhler)

La tenue en fatigue d'un matériau est habituellement quantifiée par des courbes d'endurances ou courbes de Wöhler. Elles sont établies sous chargement périodique 'monotone' d'amplitude constante. La courbe de Wöhler définit la relation [contraintes – nombre de cycle à la rupture] ou courbe S-N (stress-number of cycles). Cette courbe présente usuellement trois domaines caractéristiques :

- 1) Un domaine de *fatigue oligocyclique* où, sous de fortes contraintes la rupture survient après un nombre réduit de cycles ($<10^5$); par ailleurs ces forts niveaux de contrainte sont généralement associés à une déformation plastique notable d'où le nom de fatigue plastique;
- 2) Une zone de fatigue ou d'*endurance limitée* (on parle aussi de *fatigue polycyclique*) où le nombre de cycles à la rupture accroît rapidement lorsque l'on abaisse l'amplitude de contrainte σ_a ;
- 3) Enfin une région dite d'*endurance illimitée* observée sous faibles contraintes et où la rupture ne se produit pas en dessous d'un nombre donné de cycle (typiquement 10^7 voir 10^8 et 10^9), supérieur à la durée de vie envisagée de la pièce à concevoir [4].

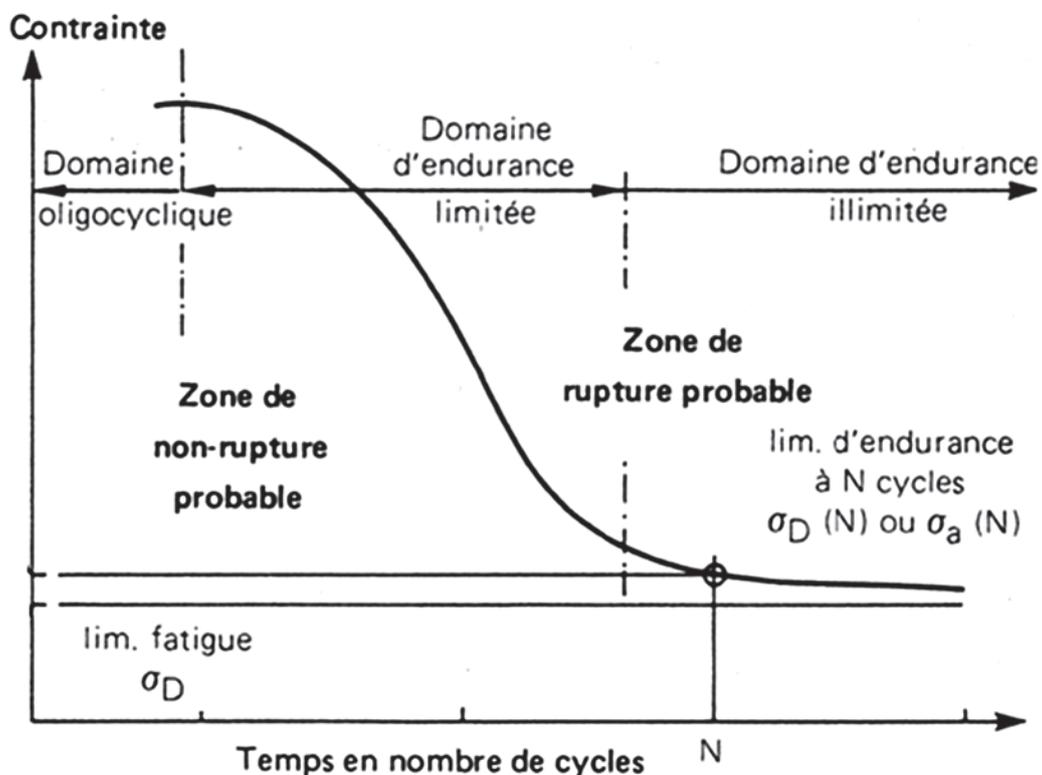


Figure II.7: Courbe de Wöhler.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Dans certains cas, il est possible de déterminer une asymptote horizontale définissant une valeur limite de la contrainte σ_D en dessous de laquelle la probabilité de rupture est quasiment nulle cette valeur est appelée limite de fatigue.

1.3.3. Fatigue oligocyclique

Appelée aussi fatigue plastique oligocyclique qui, comme son nom l'indique, présente deux caractéristiques fondamentales :

- une déformation plastique macroscopique qui se produit à chaque cycle ;
- oligocyclique, c'est-à-dire que les matériaux ont une endurance finie.

Pour décrire le comportement des matériaux en fatigue plastique oligocyclique, on utilise généralement des essais à déformation imposée alternée comme indiqué sur la figure II.8.

Si nous enregistrons la contrainte en fonction de la déformation, nous obtenons des boucles d'hystérésis qui évoluent et se stabilisent généralement dans le temps comme illustré sur la figure II.8.

On considère alors que la boucle d'hystérésis à mi-durée de vie est représentative du comportement en fatigue du matériau. Grâce à cette boucle, on mesure la variation de déformation totale $\Delta\varepsilon_t$ qui se décompose en une partie élastique $\Delta\varepsilon_{el}$ et une partie plastique $\Delta\varepsilon_{pl}$. Sur la boucle d'hystérésis du premier cycle, on mesure aussi le module de Young E et la limite d'élasticité $\sigma_{0.2}$. La fatigue oligocyclique fait intervenir la notion de durée de vie d'une part, mais aussi la réponse à la déformation imposée d'autre part. Cette dernière comprend une phase d'accommodation cyclique généralement suivie d'une phase de stabilisation. L'accommodation consiste soit en un adoucissement, soit en un durcissement dépendant des conditions d'essai, du matériau et de l'environnement.

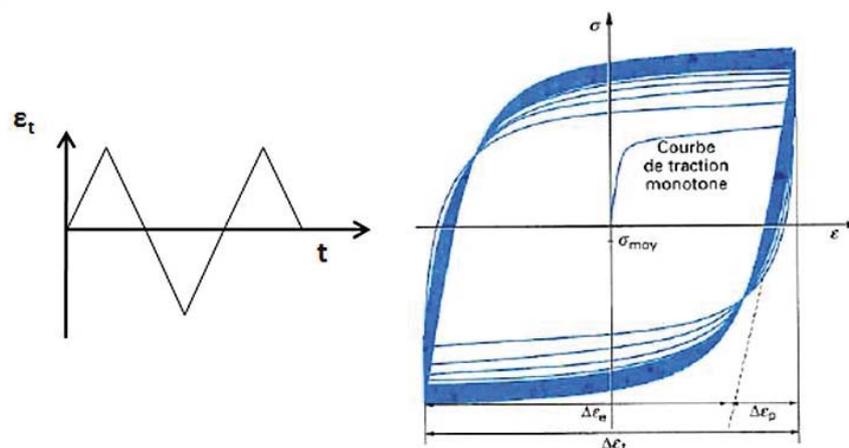


Figure II.8: Type de chargement et boucle d'hystérésis [6].

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

1.3.4. La fatigue à haute température

Elle est assez complexe, car elle mêle à la fois des problématiques de chargement cyclique, mais aussi de fluage et d'oxydation qui sont des phénomènes dépendant du temps. La part de chacune de ces composantes dépend du matériau, de l'agressivité de l'environnement et de la température considérée [5]. Il existe une gamme de température pour chaque matériau dans laquelle le fluage sera en compétition avec la fatigue ; en dessous d'une certaine température l'endommagement par fatigue sera prédominant, au-delà c'est le fluage qui sera le plus endommageant.

Il est en général judicieux d'étudier le matériau grâce à un signal trapézoïdal, le temps de maintien permettant de vérifier la part de fluage dans l'endommagement. La plupart des matériaux s'exposent à une diminution du nombre de cycles à l'amorçage d'une fissure et à la rupture de la pièce quand la température de sollicitation augmente [2].

En général, la composante plastique de la déformation totale augmente avec la température, ce qui explique en partie la plus faible résistance à haute température. D'autre part, la diminution de la fréquence ou l'introduction d'un temps de maintien font encore diminuer la durée de vie du matériau, car la présence de fluage ou de relaxation peut transformer des déformations élastiques en déformations plastiques, plus endommageantes. L'augmentation de l'oxydation de la pièce quand la fréquence de sollicitation diminue peut également jouer un rôle dans l'accélération de l'endommagement [2].

1.3.5. Endommagement par fatigue

La fatigue des pièces se produit en général sans déformation plastique d'ensemble, mais avec une déformation plastique très localisée autour des accidents de forme (entailles, alésages, congés de raccordement...etc.).

Si on observe de manière fine une structure sollicitée en fatigue (figure II.9), nous pouvons mettre une évidence très rapidement de nombreuses microfissures à l'intérieur des grains qui composent le métal (phase de naissance des microfissures) [6].

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

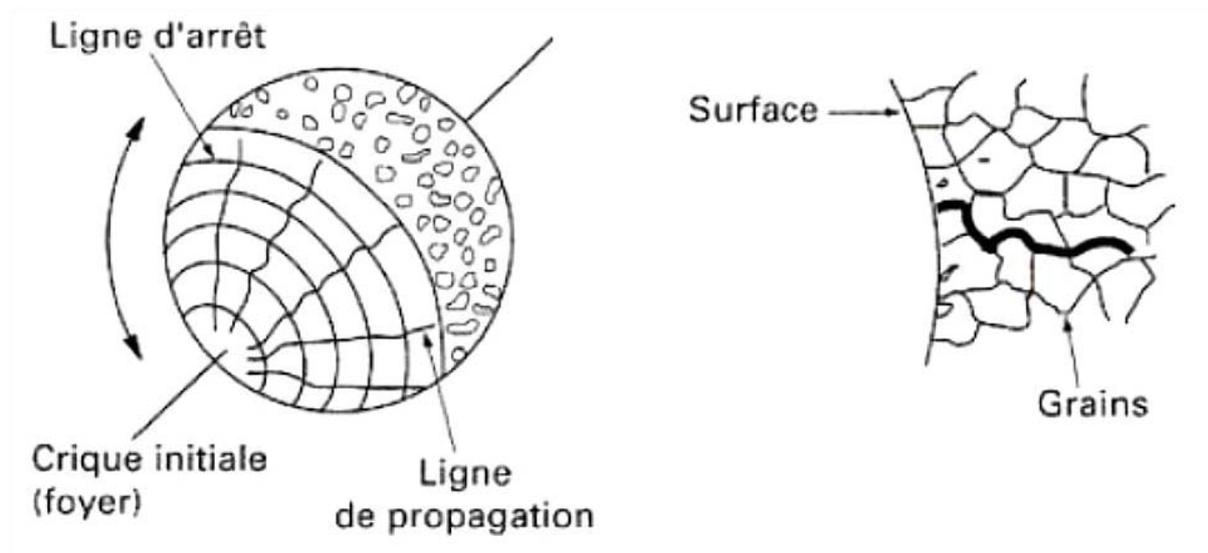


Figure II.9: Endommagement par fatigue [6].

Lorsque le nombre de cycles appliqué est suffisamment élevé, nous remarquons qu'un certain nombre de grains est complètement traversé par de telles microfissures. Cette phase est appelée phase de nucléation des microfissures. Puis, éventuellement, ces microfissures se réunissent pour former une fissure macroscopique orientée plus ou moins selon la direction de cisaillement maximal (phase de coalescence des microfissures). Au-delà d'une taille critique, la fissure se propage dans un plan perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale de traction et donc change de direction (phase de propagation de fissure). La phase d'amorçage telle que nous la concevons habituellement (amorçage macroscopique) correspond aux phases de nucléation et de coalescence des microfissures [6].

1.4. Caractérisation chimique

1.4.1. Analyse EDX*

Cette technologie permet d'analyser les photons X réémis par un échantillon excité par un rayonnement d'électrons. Comme chaque élément de la classification périodique a une structure atomique propre, sa désexcitation entraîne un rayonnement X dont la longueur d'ondes ou l'énergie lui sont propres. Il est ainsi possible d'obtenir assez rapidement une bonne estimation de la composition chimique d'un matériau.

1.4.2. Microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing est un appareil permettant de mesurer la longueur d'onde des photons X émis par un échantillon bombardé d'électrons. L'analyse du spectre X apporte des

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

informations sur les quantités d'éléments chimiques présents dans le matériau analysé. La microsonde utilisée est une microsonde CAMECA SX 100, équipée de quatre spectromètres à dispersion en longueur d'onde (ou WDS pour wave-length dispersion spectrometer). Le principe du spectromètre WDS est le suivant. L'échantillon est excité par un bombardement électronique, comme dans le cas de l'analyse EDX. La désexcitation de l'échantillon provoque l'émission de rayonnements X. Chaque rayonnement correspond à un atome, donc un élément particulier. Des cristaux monochromateur filtrent alors le faisceau polychromatique pour extraire le rayonnement caractéristique de l'élément analysé. Un cristal ne peut donc filtrer qu'un seul élément à la fois. En l'occurrence, notre microsonde permet d'analyser simultanément jusqu'à quatre éléments.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

2. Effet du brasage

Comme nous l'avons abordé au début, tous les composants du Crotch absorbeur sont reliés par une brasure. Au cours de cette première partie nous allons répondre aux problématiques suivantes :

- **L'opération de brasage modifie-t-elle la microstructure du Glidcop AL-15 ?**
- **Quelles conséquences sur les caractéristiques mécaniques induites par cette opération ?**

Afin d'arriver à une réponse pertinente, nous avons divisé le travail et procédé comme suit. Nous allons d'abord analyser la microstructure de Glidcop AL-15 avec et sans traitement thermique reproduisant l'opération du brasage noté (HTSBO^{*}). Afin de mettre en évidence les effets du brasage, nous considérons que le brasage est équivalent à la réalisation d'un traitement thermique qui reproduit le cycle thermique de ce dernier. Nous allons ensuite réaliser des essais de traction et de fatigue sur le Glidcop AL-15 à l'état de réception (as-received) fourni par l'ESRF dans un état brasé, i.e. le matériau subit un traitement thermique reproduisant l'opération du brasage noté (HTSBO). Nous ferons également une comparaison avec les résultats tirés de la littérature. Au terme de ce travail nous serons capables de quantifier un éventuel effet du brasage.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

2.1. Le brasage

Le brasage est un procédé d'assemblage de deux matériaux. Cela consiste à effectuer une liaison entre deux composants, en général métalliques, grâce à un métal d'apport liquide dont la température de fusion est inférieure à celle des deux composants qui seront brasés de telle sorte qu'ils ne fondent pas. Afin que le brasage soit réussi, il est nécessaire qu'il y ait mouillage entre le métal d'apport et les deux autres parties métalliques. L'opération de brasage réalisée à l'ESRF est effectuée sous vide pour éviter toute contamination et formation d'oxydes qui seront nuisibles pour la durée de vie du Crotch absorbeur. Il existe deux sortes de brasage :

- Brasage tendre (température de fusion du métal d'apport $< 450^{\circ}\text{C}$) ;
- Brasage fort (température de fusion du métal d'apport $> 450^{\circ}\text{C}$).

Dans le cas du cuivre et ses alliages, plusieurs métaux d'apport sont utilisés pour le brasage fort. Nous pouvons citer ci-dessous quelques exemples :

- Les alliages à base Argent : par exemple Ag-Cu ($T_f=780^{\circ}\text{C}$),
- Alliages à base Nickel par exemple Or-Nickel ($T_f=1000^{\circ}\text{C}$).

La figure II.10 représente les métaux d'apports utilisés en fonction de la température de fusion.

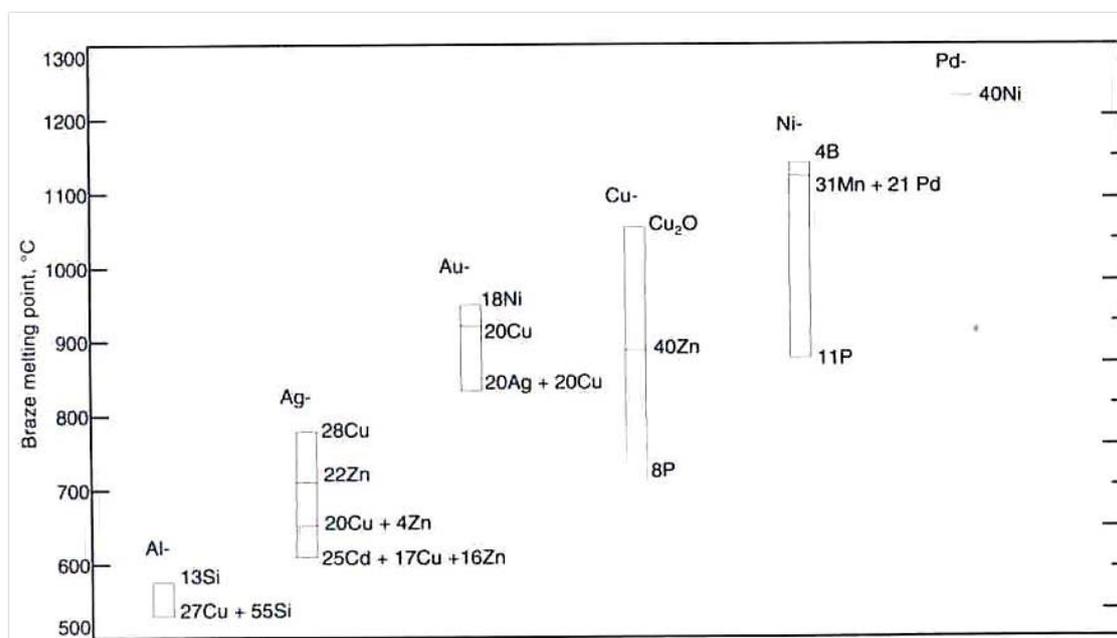


Figure II.10: Métal d'apport en fonction de la température de fusion [7]

Les métaux d'apport à base d'argent posent certaines difficultés qui sont dues à la diffusion de l'argent le long des joints de grains du Glidcop. La structure très fine des grains du Glidcop

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

accentue ce phénomène de diffusion. La diffusion excessive de l'argent conduit d'une part à sa perte substantielle dans le joint de brasage et d'autre part à la formation de cavités qui conduisent à une fragilisation du composant. Afin d'éviter ce problème une couche de cuivre ou de nickel doit être préalablement déposée qui joue le rôle d'une barrière de diffusion de l'argent. La figure II.11 montre l'effet de cette couche protectrice sur la diffusion de l'argent le long des joints de grain du Glidcop.

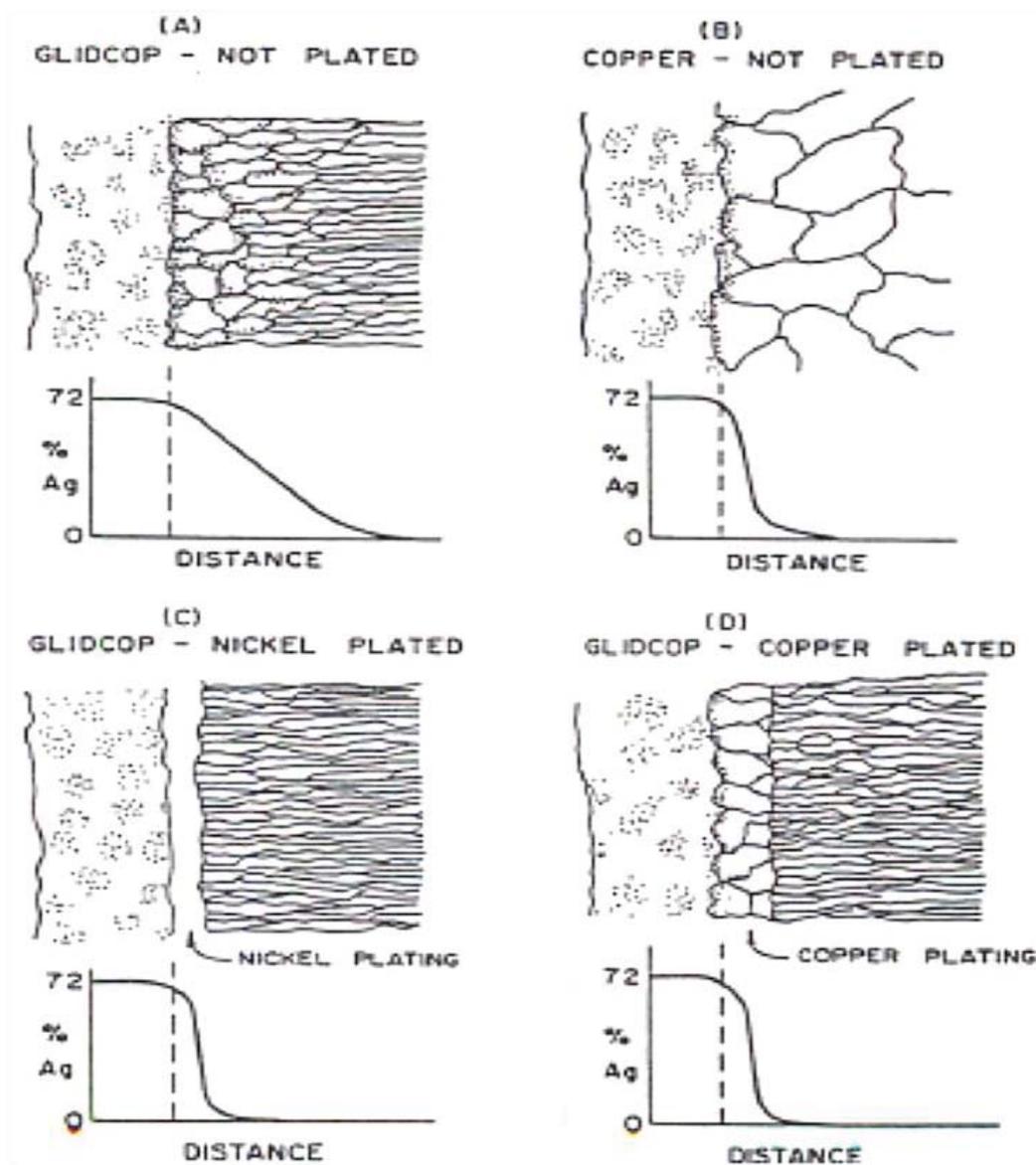


Figure II.11: Schémas montrant le profil de diffusion de l'argent près des joints de brasage pour le Glidcop et le cuivre avec et sans revêtement (barrière de diffusion) [8].

Une autre solution existe pour ce problème, c'est d'utiliser d'autres métaux d'apport tel qu'un alliage Or-Nickel, Or-cuivre ou bien un alliage Ti-Cu-Ni (Titane, Cuivre et Nickel). Pour ce dernier la couche d'oxyde doit être retirée entièrement avant l'opération de brasage

[9].

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

2.2. Traitement thermique reproduisant le cycle de brasage

Les éprouvettes ont subi le traitement thermique reproduisant l'opération de brasage (HTSBO) suivant :

1. Montée en température à 4°C/min jusqu'à 400 °C (homogénéisation) ;
2. Montée en température à 5°C/min jusqu'à 650 °C (homogénéisation) ;
3. pallier à 650°C durant 30min ;
4. Montée en température à 5°C/min jusqu'à 1020 °C/ 1025 °C ;
5. Maintien de la température de 1020°C/1025°C durant 3 min ;
6. Refroidissement jusqu'à 50°C en 6,50 heures ;
7. reprendre les étapes 1, 2 ,3 et 4 jusqu'à une température de 800°C ;
8. Maintien de la température de 800 °C durant 3 min ;
9. Refroidissement jusqu'à 50°C en 6 h;

Le traitement thermique est réalisé dans un four sous vide ($P = 10^{-4}$ mbar).

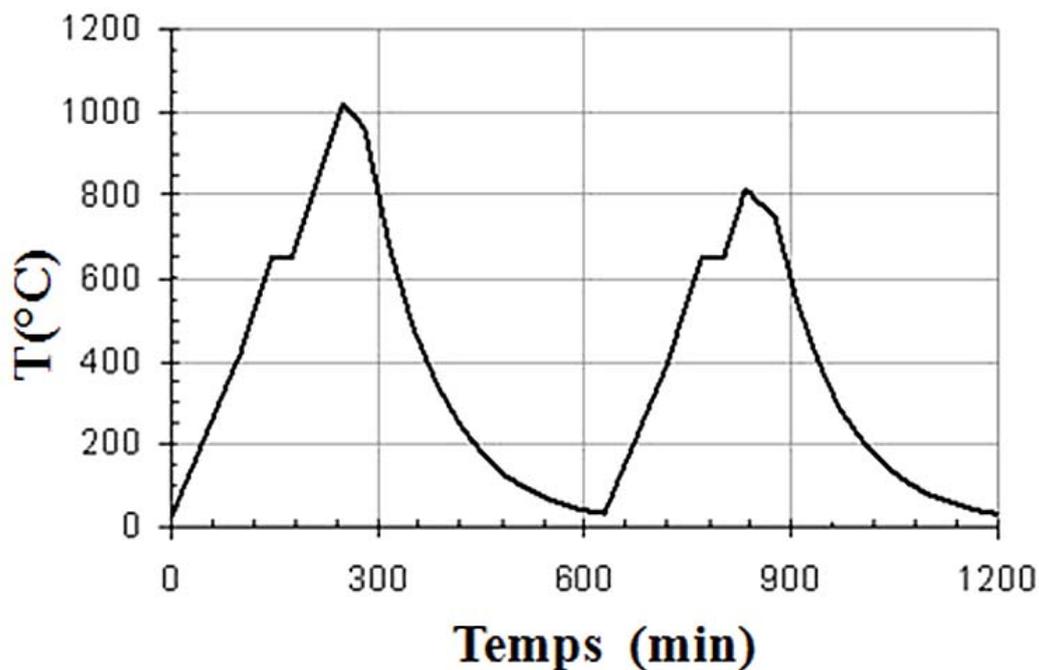


Figure II.12: Traitement thermique reproduisant l'opération de brasage.

2.3. Observations MEB de la brasure

La figure II.13 représente les observations MEB en électrons rétrodiffusés de la brasure sur laquelle nous distinguons clairement que la brasure est composée de plusieurs phases différentes ce qui nous amène à réaliser une analyse EDX afin de connaître sa composition chimique.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

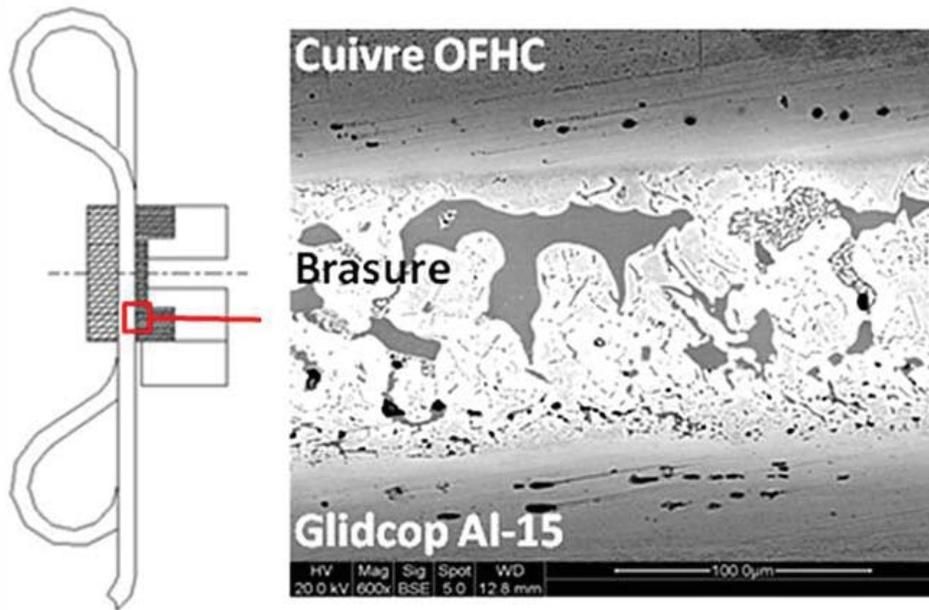


Figure II.13: Observation MEB de la brasure.

2.4. Analyse chimique de la brasure : (Analyse EDX)

L'analyse EDX réalisée sur un échantillon de Glidcop AL-15 de l'absorbeur nous a permis d'identifier tous les éléments chimiques de la brasure et de les quantifier. La figure II.14 représente le spectre des éléments de la brasure.

■ [_158_S001.pgt](#)

FS: 11000

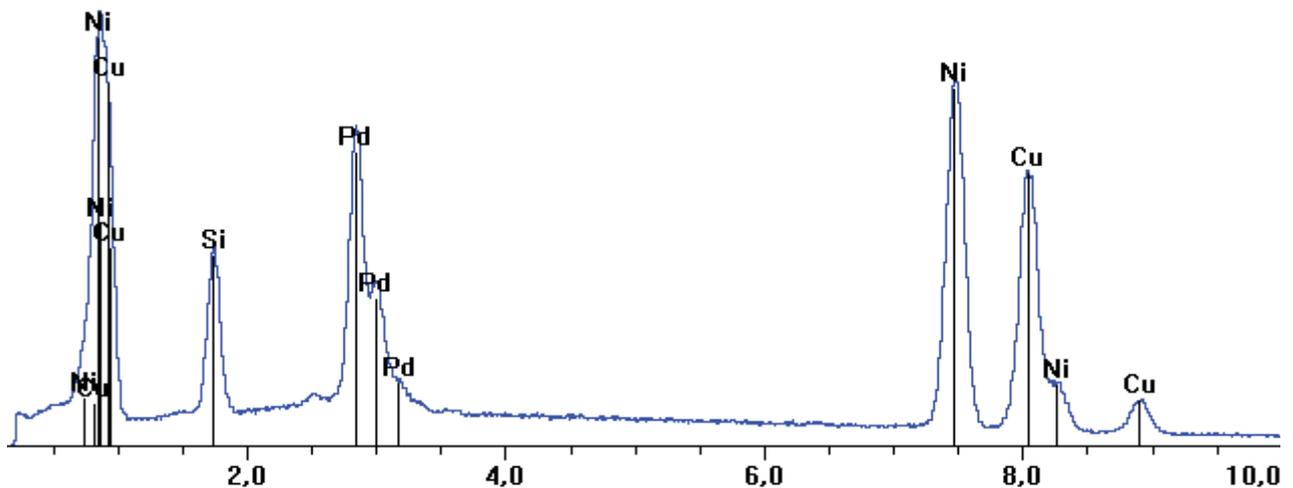


Figure II.14: Spectre de diffraction RX de la brasure

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Le tableau II.1 regroupe les résultats quantitatifs des éléments de la brasure. Nous remarquons que la composition chimique de l'alliage de la brasure est Si-Cu-Ni-Pd.

Tableau II.1: Composition chimique des éléments d'alliage du métal d'apport du brasage

Eléments	KeV	K Ratio	Wt %	At %	ChiSquared
Si	1,740	0,0323	8,10	18,19	49,95
Ni	7,477	0,3259	31,54	33,91	49,99
Cu	8,046	0,2958	30,27	30,06	49,99
Pd	2,838	0,2433	30,09	17,84	79,09
Total		0,8973	100	100	76,18

La figure II.15 présente la cartographie des éléments Cu, Ni, Pd et Si obtenue sur la brasure.

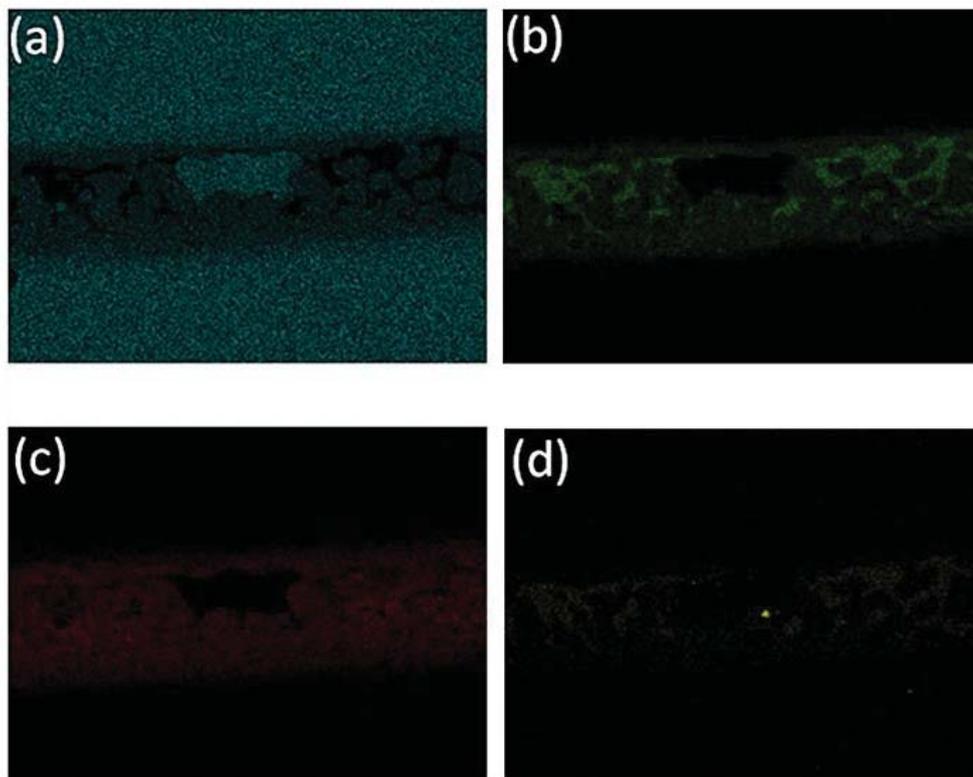


Figure II.15: Cartographie en microsonde des éléments de la brasure;(a) Cuivre; (b) Nickel; (c) Palladium;(d) Silicium

2.5. Analyse de la microstructure

Comme le montre la figure II.16 le HTSBO n'affecte pas, ou peu, la microstructure du Glidcop, car la taille des grains reste inchangée.

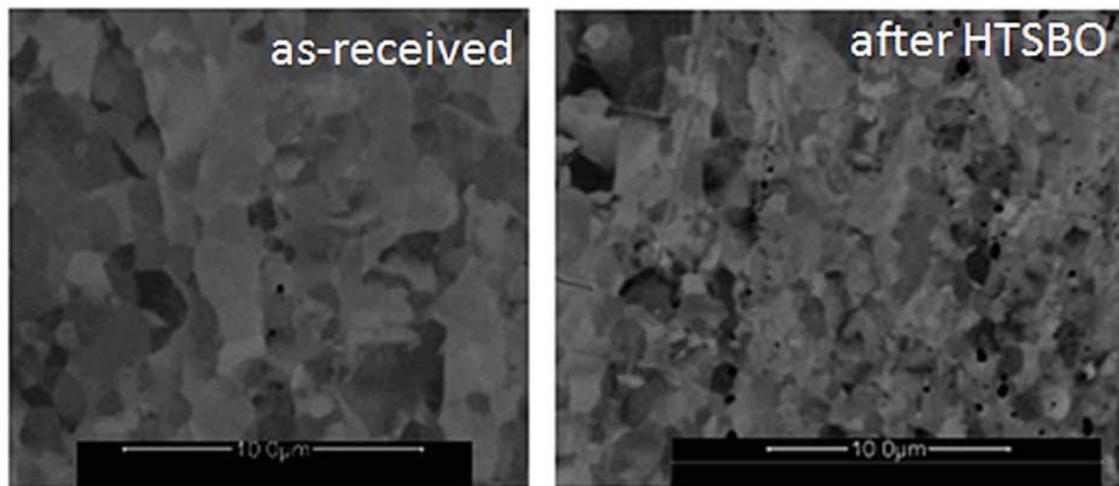


Figure II.16: Image MEB de la microstructure de Glidcop avec et sans HTSBO

2.6. Influence du brasage sur les caractéristiques mécaniques du Glidcop

La figure II.17 rend compte que la température d'adoucissement des cuivres avec fine dispersion d'oxydes est très élevée, atteignant 850 à 900°C, alors que celle-ci ne dépasse pas 300°C pour le cuivre Cu-A1 (cuivre très pur affiné par voie électrolytique) [10].

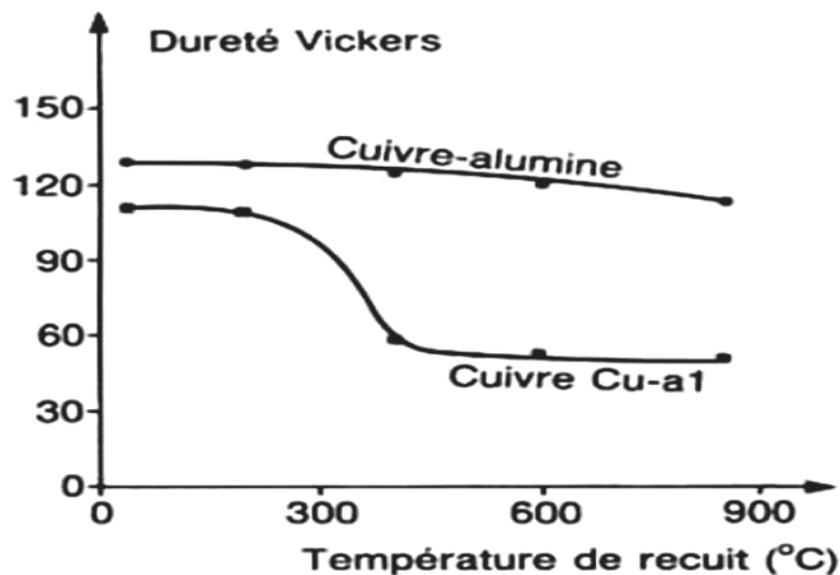


Figure II.17: Effets comparatifs d'un recuit sur la dureté Vickers du cuivre Cu-A1 et du cuivre-alumine [10]

l'étude de l'effet de la température d'un recuit d'une heure sur la nuance d'un ODS de cuivre à 1,25 % d'alumine (Al_2O_3) montre que l'adoucissement reste modeste jusqu'à 925°C. Aucune recristallisation ne se produit, y compris à 1 000°C. De plus, la résistance mécanique à chaud reste très supérieure à celle du cuivre pur, du moins jusqu'à 600 à 650°C [11].

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Afin d'apprécier l'effet du HTSBO sur la dureté du Glidcop et du cuivre OFHC de l'absorbéur, nous avons réalisé des mesures au centre de la brasure, à la jonction brasure/Glidcop, brasure/cuivre et dans le Glidcop et le cuivre OFHC loin de la jonction et aussi à une distance de 30 μm comme illustré sur la figure II.18. Nous avons effectué plusieurs mesures de micro-dureté Vickers afin d'avoir une moyenne : celle-ci est évaluée en ôtant la valeur maximale et la valeur minimale. La charge utilisée est de 50 g. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau II.2.

Tableau II.2: Résultats de dureté la dureté Vickers

	Glidcop loin de la brasure	Glidcop (30 μm de la jonction)	Jonction cuivre/brasure	brasure	Jonction brasure/Glidcop	Cu-OFHC (30 μm de la jonction)	Cu-OFHC loin de la brasure
HV	130	128	121	393	76	70	74

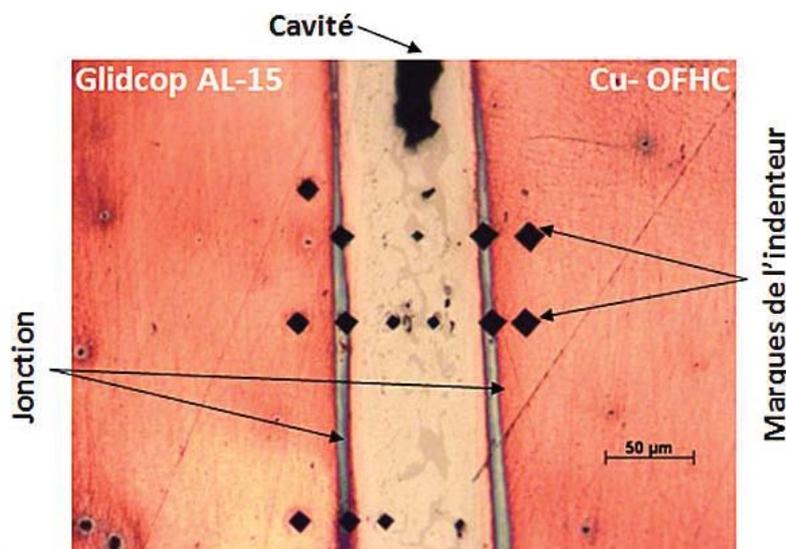


Figure II.18: Observation microscope optique de la brasure

L'effet du HTSBO sur la dureté du Glidcop est négligeable. La fine dispersion d'alumine semble stabiliser la microstructure du Glidcop.

Le Glidcop AL-15 a une excellente résistance à la recristallisation, même après un traitement thermique à températures proches du point de fusion du cuivre. Ce comportement est attribué à la présence des particules d'oxyde d'aluminium, qui sont stables à ces températures [12].

Les particules d'oxyde d'aluminium conservent également leur taille d'origine et leurs espacements à des températures élevées ; l'adoucissement qui survient normalement après exposition à des températures élevées n'est pas observé. La figure II.19 montre l'effet de l'exposition à des températures élevées durant 1 heure sur la limite d'élasticité du Glidcop AL-15, de cuivre et d'un alliage cuivre- zirconium.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

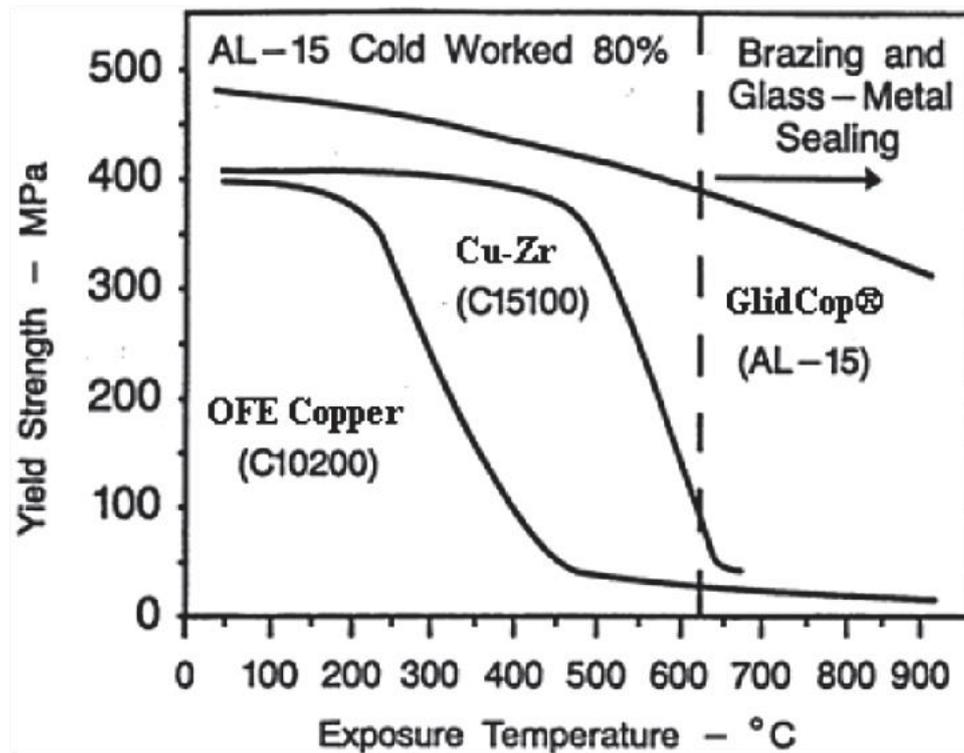


Figure II.19: Effet de l'exposition à des températures élevées durant 1 heure sur la limite d'élasticité du Glidcop AL-15, de cuivre et d'un alliage cuivre- zirconium [12].

Sur cette figure nous observons que les caractéristiques mécaniques sont conservées même à température élevée. Le Glidcop AL-15 a donc une très bonne aptitude au brasage.

Stephens, J.J. et al [13] ont conclu dans leurs études sur l'effet des hautes températures du traitement thermique (HTSBO) sur les caractéristiques mécaniques du cuivre renforcé par une dispersion d'alumine que les deux traitements thermiques à 980°C de 5 et 15 minutes ont une influence mineure sur les caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15. Ils ont observé une chute de 13% de la résistance mécanique mais par contre, ces deux traitements thermiques font augmenter légèrement la ductilité. Les mêmes conclusions sont faites par *Meslet Al-Hajri, et al* [14].

Les mêmes auteurs affirment aussi que la croissance des grains dans le Glidcop AL-15 requiert un recuit à 1040°C sur une longue durée (100 heures). Le changement de la microstructure qui conduit à l'évolution des caractéristiques mécaniques du Glidcop survient à des températures proches de la température de fusion sur de longues périodes. *Rigollet* [15] a réalisé des recuits à haute température sur le Glidcop AL-25 allant de 1000°C jusqu'à 1070°C durant 5 heures. Elle remarque que la taille de grain augmente à partir d'une température de 1030°C. Concernant le Glidcop AL-15 elle a remarqué que les grains ont

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

grossi considérablement mais gardent leur aspect allongé avec le recuit à 1040°C durant 100 heures ; cet aspect a tendance à disparaître avec le recuit à 1050°C durant 100 heures.

La figure II.20 représente la variation de la résistance mécanique en fonction de la température du Glidcop AL-15 écroui, Glidcop AL-15 associé à un traitement thermique qui reproduit le cycle de brasage Ti-Cu-Sil et le cuivre OFHC. Nous remarquons qu'une chute d'environ 10 % de la résistance mécanique survient pour le Glidcop associé à un traitement thermique reproduisant le brasage Ti-Cu-Sil par rapport à celui écroui. Cette chute est inversement proportionnelle à la température d'essai car, à 400° C, les deux Glidcop, brasé et écroui, ont la même résistance mécanique.

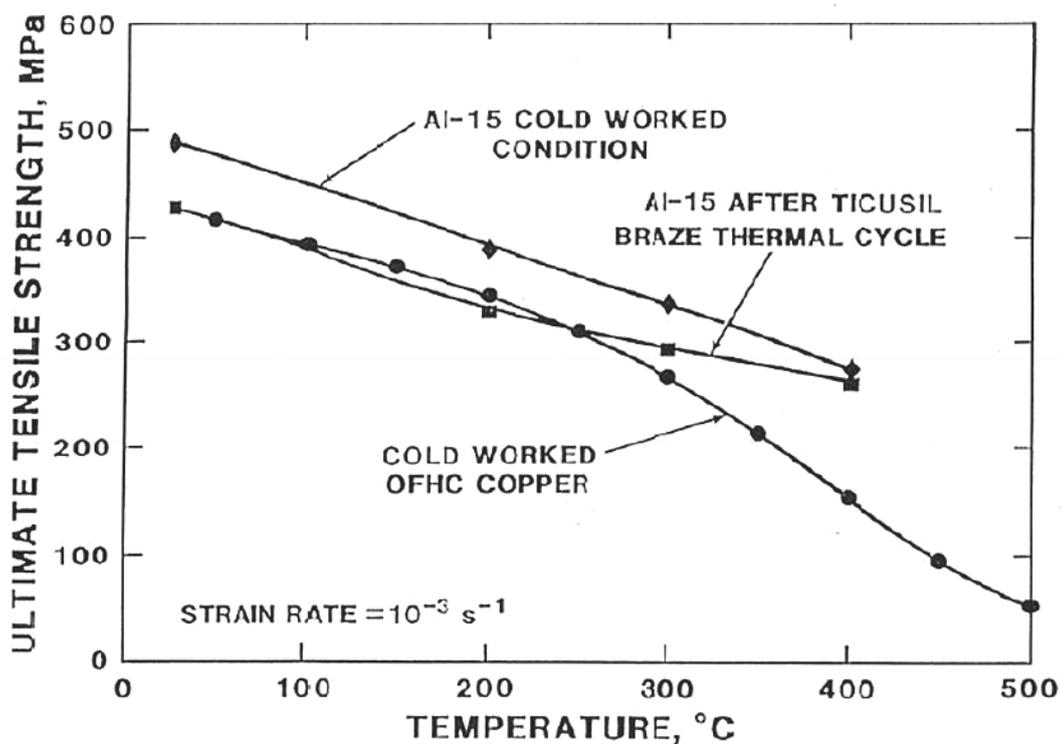


Figure II.20: Variation de la résistance mécanique en fonction de la température [7].

Henry C, et al [16] ont réalisé une étude comparative de l'influence d'un traitement thermique reproduisant l'effet d'un brasage sur six alliages de cuivre avec une haute conductivité thermique, parmi eux le Glidcop AL-15.

Le Glidcop AL-15 conserve ses caractéristiques mécaniques après avoir subi le traitement thermique à 935°C. Les auteurs ont observé une chute d'environ 13% pour $20^{\circ}\text{C} < T < 500^{\circ}\text{C}$. Le Glidcop as-received et le Glidcop associé à un traitement thermique à 935°C ont un comportement identique au-delà de 500°C. Les auteurs de cet article concluent que ce

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

traitement thermique de 935°C qui reproduit le brasage n'affecte pas les propriétés mécaniques du Glidcop AL-15.

B.N Singh et al [17] eux aussi sont parvenus aux mêmes conclusions concernant le Glidcop AL-25 qui subit un recuit de 950°C durant 30 min (traitement thermique reproduisant le cycle de brasage). Apparemment le Glidcop AL-25 semble être très stable en terme de la microstructure et des caractéristiques mécaniques.

2.7. Résultats de l'effet de brasage

2.7.1. Essai de traction

Nous avons réalisé deux essais de traction sur des éprouvettes cylindriques de Glidcop AL-15, un dans l'état de réception (as-received) et une autre ayant subi le HTSBO. Ces essais sont réalisés sur la machine MTS 10T. Deux vitesses de déformation $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $6.6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et deux températures différentes, ambiante et 175°C, ont été choisies afin de réaliser une comparaison des résultats, par rapport à ceux de la littérature.

a- Courbe de traction conventionnelle

La figure II.21a représente les courbes de traction conventionnelles du Glidcop AL-15 as-received et du Glidcop AL-15 + HTSBO à température ambiante et à $T=175^\circ\text{C}$, à vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $6,6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et la figure II.21b leurs courbes de consolidation.

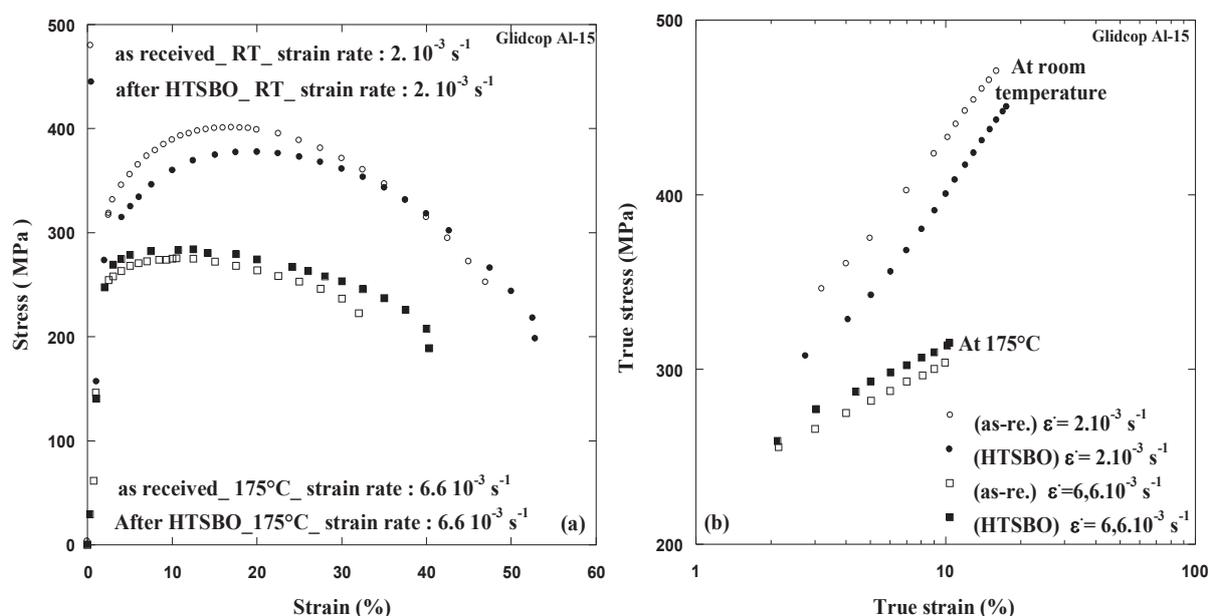


Figure II.21: Courbe du Glidcop as-received et Glidcop +HTSBO :a) de traction, b) de consolidation.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Les résultats des caractéristiques mécaniques extraites de ces courbes sont reportés sur le tableau II.3.

Tableau II.3: Caractéristiques mécaniques :(A) Glidcop AL-15 as received,(B) Glidcop AL-15 +HTSBO

Condition	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	T ($^{\circ}C$)	σ_Y (MPa)	σ_U (MPa)	A (%)	A_u (%)	n	K (MPa)
As-received	2×10^{-3}	25	325	401	47	14	0.19	275
HTSBO	2×10^{-3}	25	300	377	52	17	0.21	242
As-received	$6,6 \times 10^{-3}$	175	245	275	32	11	0.11	235
HTSBO	$6,6 \times 10^{-3}$	175	253	284	40	8	0.10	246

Concernant l'essai à température ambiante et à vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$, le traitement thermique (HTSBO) fait chuter la limite d'élasticité, la résistance mécanique et la contrainte de rupture d'environ 7.7 %, 5.86 % et 11.2 % respectivement. L'inverse semble être observé pour l'essai à $T=175^{\circ}C$ et à vitesse de déformation $6.6 \cdot 10^{-3} s^{-1}$. Cependant le traitement thermique (HTSBO) ne fait varier la limite d'élasticité et la résistance mécanique que d'environ 3.16 % et 5.3 % respectivement, toutes deux augmentant.

Une augmentation allant de 3 à 8 % est observée pour l'allongement uniforme et l'allongement à la rupture. Le traitement thermique (HTSBO) augmente ces derniers dans les deux conditions d'essai.

A température ambiante et à vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ le traitement thermique (HTSBO) fait chuter le coefficient de résistance K de 12 % et augmente très légèrement le coefficient d'érouissage n de 0.19 à 0.21. Le contraire est observé à température de $175^{\circ}C$.

Le Glidcop AL-15 conserve ses caractéristiques mécaniques après avoir subi le traitement thermique (HTSBO). L'effet du traitement thermique (HTSBO) sur les caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15 est mineur. Nous observons une chute de 10% de la résistance mécanique mais, en revanche, le traitement thermique (HTSBO) fait légèrement augmenter la ductilité.

2.7.2. Essai de fatigue

Les essais sont réalisés sur une machine SCHENCK, le Glidcop AL-15 as-received et le Glidcop AL-15 + HTSBO sont testés sous les conditions d'essai suivantes : température ambiante, variation de déformation totale contrôlée $\Delta\epsilon_t = 1.2\%$ et 1.4% , un signal triangulaire à $R_g = -1$ et une vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

a- Accommodation cyclique

Les figures II.22a et II.22b représentent l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour le Glidcop AL-15 as-received et le Glidcop AL-15 + HTSBO à température ambiante, vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} et sous une variation de déformation totale contrôlée $\Delta\varepsilon_t = 1.2\%$ et 1.4% respectivement. Notre matériau présente un durcissement au tout début de l'essai (les 10 premiers cycles) et se stabilise ensuite. Une chute de contrainte est observée avant la rupture.

Le comportement du Glidcop AL-15 as-received et du Glidcop AL-15 + HTSBO en fatigue est identique.

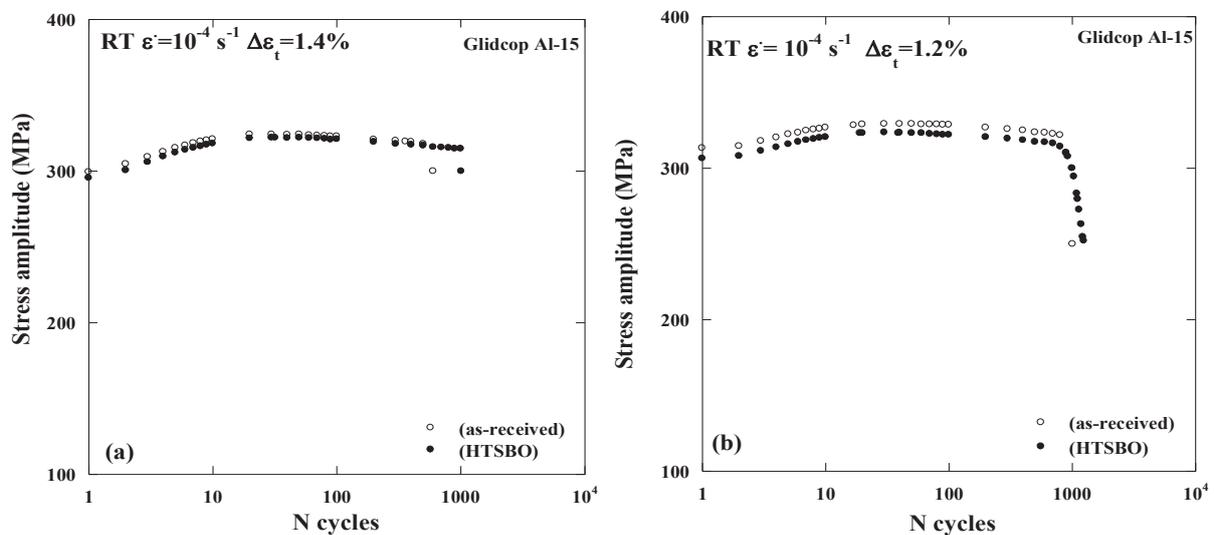


Figure II.22: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles pour: (a) Glidcop as received, (b) Glidcop + HTSBO

b- Boucle d'hystérésis

La figure II.23 représente la comparaison des boucles d'hystérésis à mi-durée de vie du Glidcop AL-15 as-received et du Glidcop AL-15 + HTSBO à température ambiante, à vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} et sous une amplitude de déformation totale contrôlée $\Delta\varepsilon_t = 1.2\%$ et $\Delta\varepsilon_t = 1.4\%$ respectivement.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

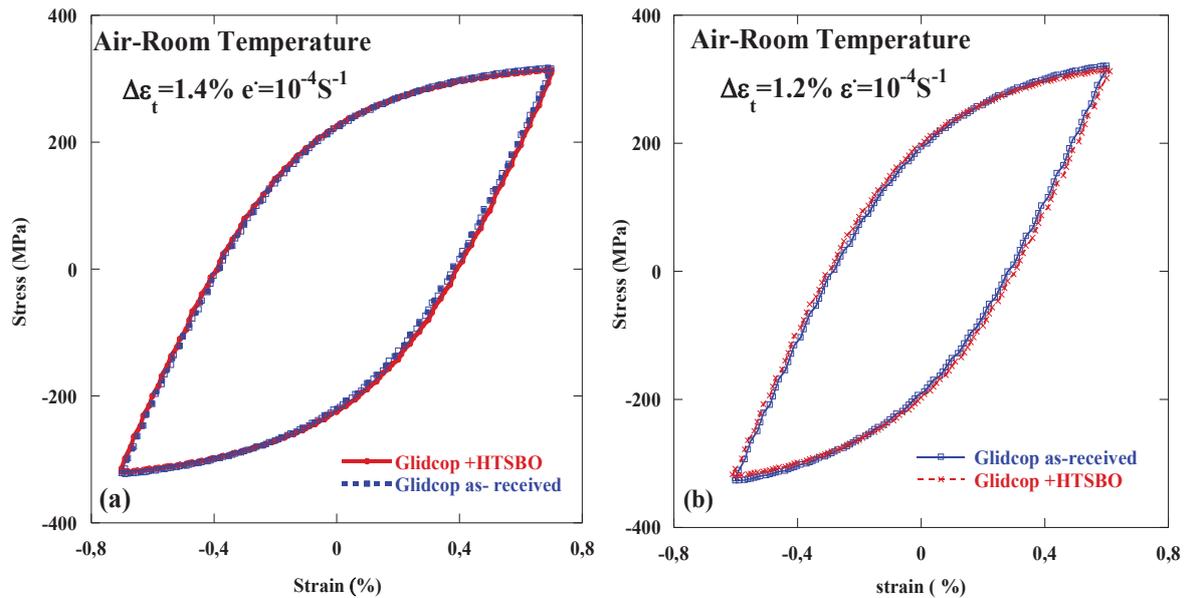


Figure II.23: Boucle d'hystérésis à mi-durée de vie pour: Glidcop as received et Glidcop + HTSBO

Les boucles à mi-durée de vie sont tout à fait semblables. L'influence du HTSBO est donc négligeable.

Tableau II.4: Caractéristique mécaniques obtenues en fatigue :(A) Glidcop AL-15 as received, (B) Glidcop AL-15 +HTSBO

Condition	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	E (GPa)	σ_Y (MPa)	σ_a	$\Delta\epsilon_t^a$ (%)	$\Delta\epsilon_p^a$ (%)	$\Delta\epsilon_e$ (%)	Number of failure N_{25}
(A)	4×10^{-4}	105	300	326	1.2	0.64	0.56	1000
(B)	4×10^{-4}	105	302	314	1.2	0.6	0.6	1200
(A)	4×10^{-4}	98	290	324	1.4	0.76	0.44	1000
(B)	4×10^{-4}	102	285	314	1.4	0.8	0.6	600

Le comportement du Glidcop AL-15 as-received et le Glidcop AL-15 + HTSBO en fatigue est identique, confirmant les résultats des essais de traction précédent.

2.7.3. Observation des faciès de rupture

Nous avons effectué des observations des faciès de rupture des éprouvettes de traction du Glidcop AL-15 as-received et du Glidcop AL-15 + HTSBO dans le but de faire une comparaison. Nous avons observé que les faciès de rupture ont une forme bien spécifique qui est *hélicoïdale conique* comme illustré sur la figure II.24.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

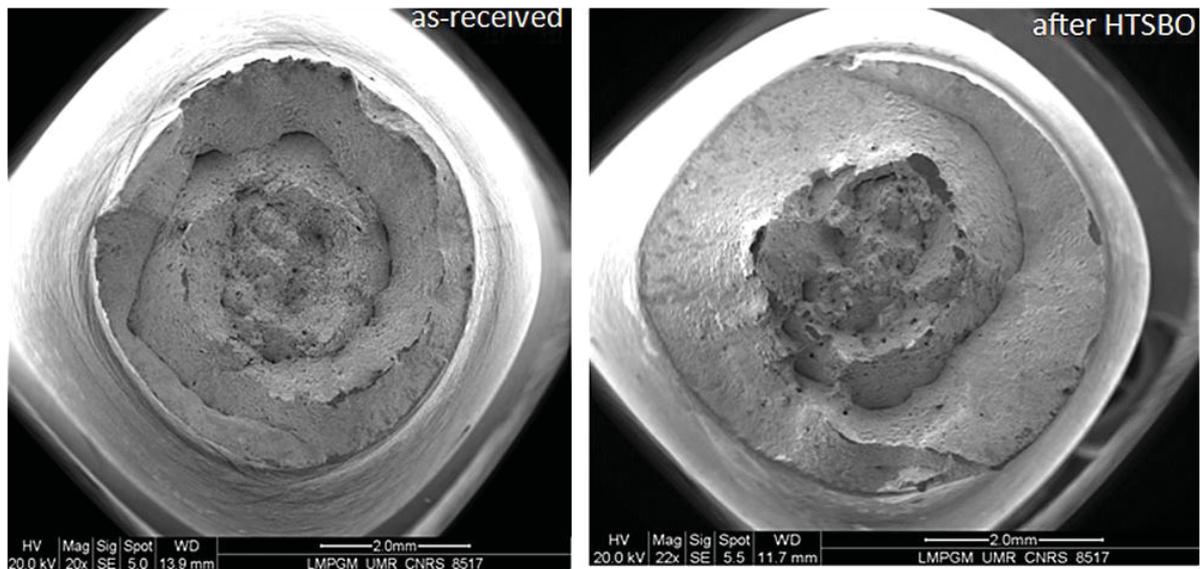


Figure II.24: Faciès de rupture des essais de traction à température ambiante du Glidcop AL-15 as received et Glidcop AL-15 + HTSBO.

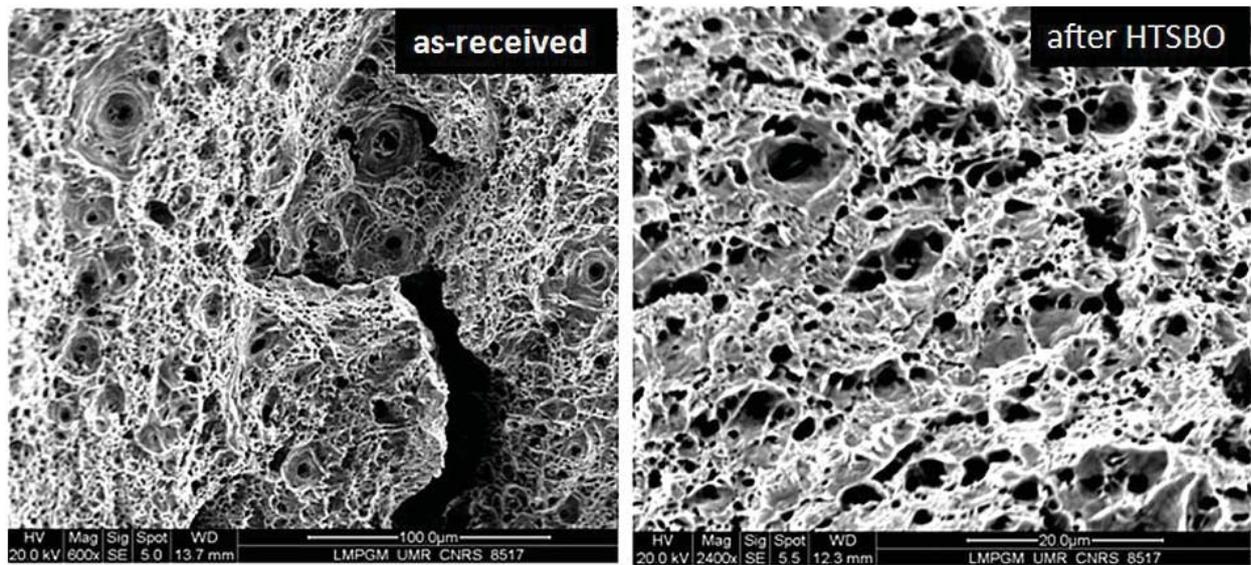


Figure II.25: Faciès de rupture à fort grossissement des essais de traction à température ambiante du Glidcop AL-15 as received et Glidcop AL-15 + HTSBO.

Peu de différences sont observées concernant les caractéristiques microscopiques entre le faciès de rupture du Glidcop AL-15 as-received et le Glidcop AL-15 + HTSBO. Les faciès de rupture comportent des fissures macroscopiques circonférentielles et une population de cavités et des cupules (figure II.25) répartie de manière uniforme, preuve du caractère ductile du matériau. Les mêmes observations sont faites dans la littérature [14,18].

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Conclusion

L'influence du HTSBO reste négligeable sur le Glidcop AL-15 en termes :

- *de microstructure,*
- *d'accommodation cyclique,*
- *de durée de vie.*

Afin de comprendre le comportement anisotrope présumé du Glidcop AL-15 d'une barre extrudée, les résultats de la campagne d'essai seront présentés. Une attention particulière sera ensuite portée à la comparaison des faciès de rupture en traction et en fatigue.

3. Effet d'anisotropie

Une campagne d'essais de traction et de fatigue conduites au MPGM a été réalisée afin d'étudier une éventuelle anisotropie d'une barre extrudée de Glidcop AL-15, pour cela nous allons caractériser l'influence de cette dernière sur des éprouvettes prélevées selon deux directions (figure II.26) :

- dans le sens d'extrusion noté (ED)
- dans le sens transverse à l'extrusion noté (TD).

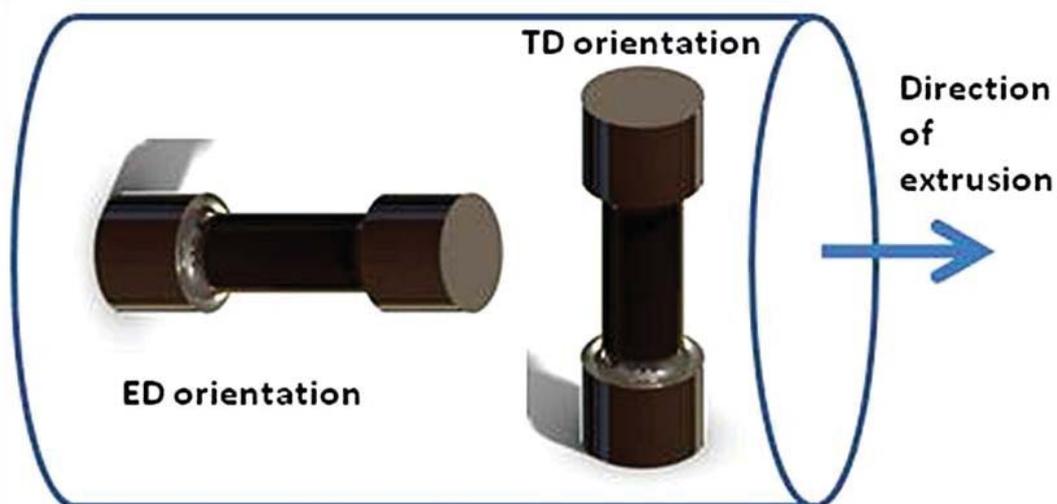


Figure II.26: Orientation des éprouvettes par rapport à la direction d'extrusion de la barre de Glidcop AL-15

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Les microstructures observées sur les surfaces parallèles (ED) et perpendiculaire (TD) à la direction d'extrusion, sont représentées sur la Figure II.27.

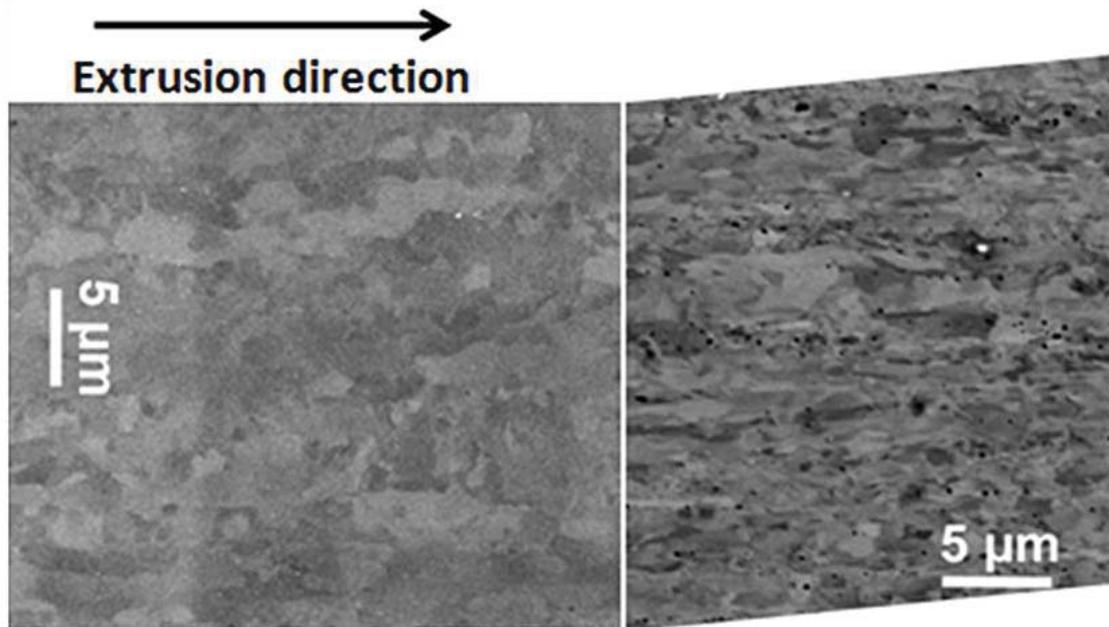


Figure II.27: Image MEB de la microstructure du Glidcop AL-15 dans le sens de l'extrusion ED et dans la direction transverse TD

Le matériau présentait une texture morphologie avec des grains allongés dans la direction d'extrusion. La taille des grains du Glidcop AL-15 se situe entre 5 et 15 μm dans un plan parallèle à la direction d'extrusion, et entre 0,3 et 0,9 μm dans un plan perpendiculaire à la direction d'extrusion, comme il a déjà été indiqué dans le chapitre 1.

La figure II.28 montre la texture cristallographique du Glidcop AL-15 déterminée par l'indexation EBSD collectée sur les surfaces parallèles (ED) et perpendiculaire (TD).

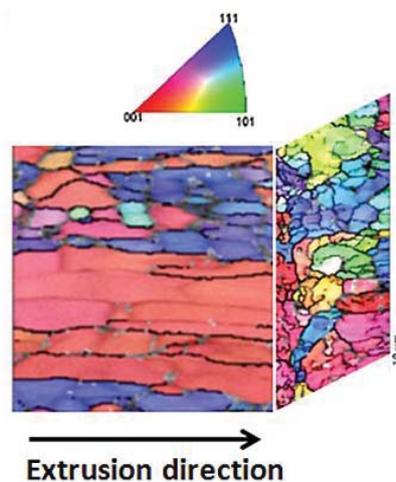


Figure II.28: Texture morphologique du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

3.1. Essais de traction

Nous avons réalisé des essais de traction sur le Glidcop AL-15 (ED) et (TD). Ces essais sont réalisés à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et à température ambiante. Les courbes obtenues sont reportées sur la Figure II.29a et II.29b.

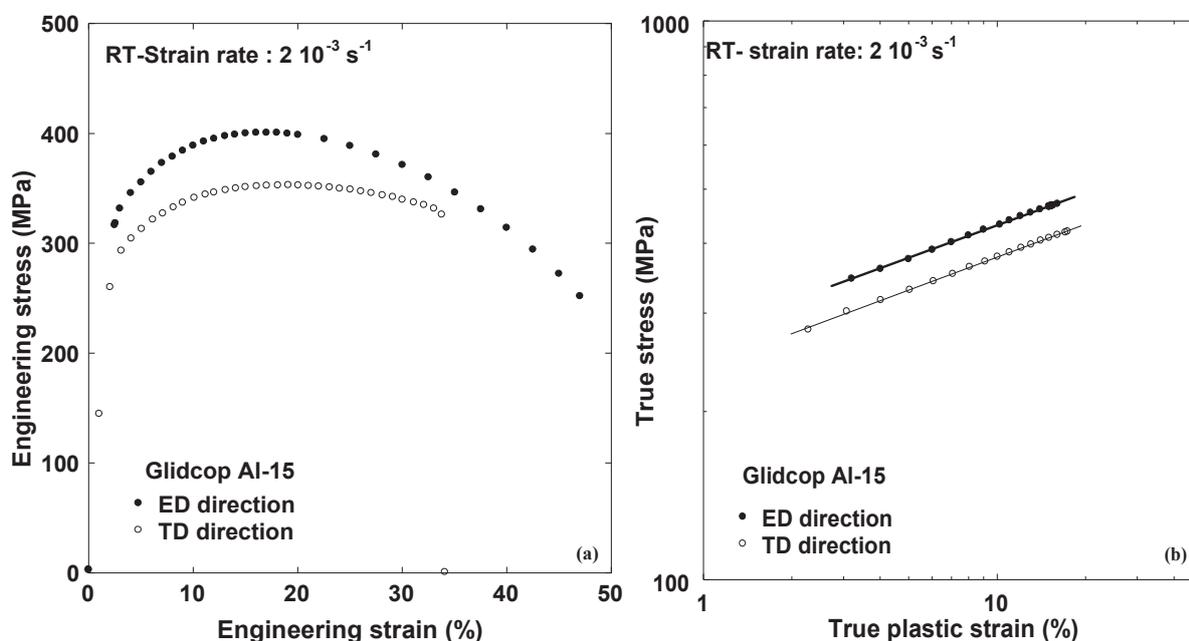


Figure II.29: Courbe du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD ($\dot{\epsilon}=2 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$, $T=20^{\circ}\text{C}$), a) de traction b) de consolidation.

Le tableau II.5 résume les propriétés de traction à la température ambiante du Glidcop AL-15 mené dans les deux directions ED et TD. Nous pouvons voir clairement que les caractéristiques mécaniques sont très différentes dans les deux directions. La limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à la rupture sont plus faibles pour l'éprouvette testée dans la direction TD que pour l'éprouvette ED.

Tableau II.5: Caractéristiques mécaniques du Glidcop AL-15 ED et TD

Orientation	E (GPa)	Y. S. (MPa)	UTS (MPa)	A (%)	A_u (%)	R.A. (%)	n	K (MPa)	Area under curve (J)
ED	100	325	401	47	14	68.7	0.19	275	127
TD	100	275	352	34	19	36.7	0.19	241	87

Le Glidcop AL-15 présente donc de meilleures caractéristiques dans la direction d'extrusion ED que dans la direction transversale TD, même si les propriétés dans le sens TD restent à un niveau élevé. L'énergie à rupture qui correspond à l'aire sous la courbe de traction est plus élevée aussi dans le sens ED ce qui y est en accord avec les résultats d'Alexander *et al.* [18]

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

sur la ténacité. Ils ont constaté que Glidcop AL-15 a une ténacité plus importante dans la direction d'extrusion que dans la direction transversale.

3.2. Faciès de rupture

Les faciès de rupture à la température ambiante et à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ sont représentés sur la figure II.29. On peut y observer une différence importante à l'échelle macroscopique entre les deux directions. À faible grossissement, la surface de rupture de l'éprouvette TD est plutôt plane et caractérisée par une morphologie laminée (Figure II.29a). Cette structure est due au procédé de fabrication du Glidcop AL-15 par extrusion. En revanche, à fort grossissement, il est noté que la surface de rupture contenait des cupules ce qui est typique d'une rupture ductile (Figure II.29c). Ceci suggère que les fissures sont formées par nucléation et coalescence de microcavités. La propagation de la fissure est donc influencée par la morphologie stratifiée de la microstructure qui donne un chemin préférentiel mais sans changer le mécanisme de rupture.

En revanche, macroscopiquement, la surface de rupture de l'éprouvette ED à une forme hélicoïdale conique (Figure II.30b). A plus fort grossissement, la surface de rupture est recouverte par une distribution uniforme de microcavités (Figure II.30d). Il est toutefois difficile de dire si il y'a une différence dans la distribution des micro-vides entre le faciès de l'éprouvette ED et TD.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

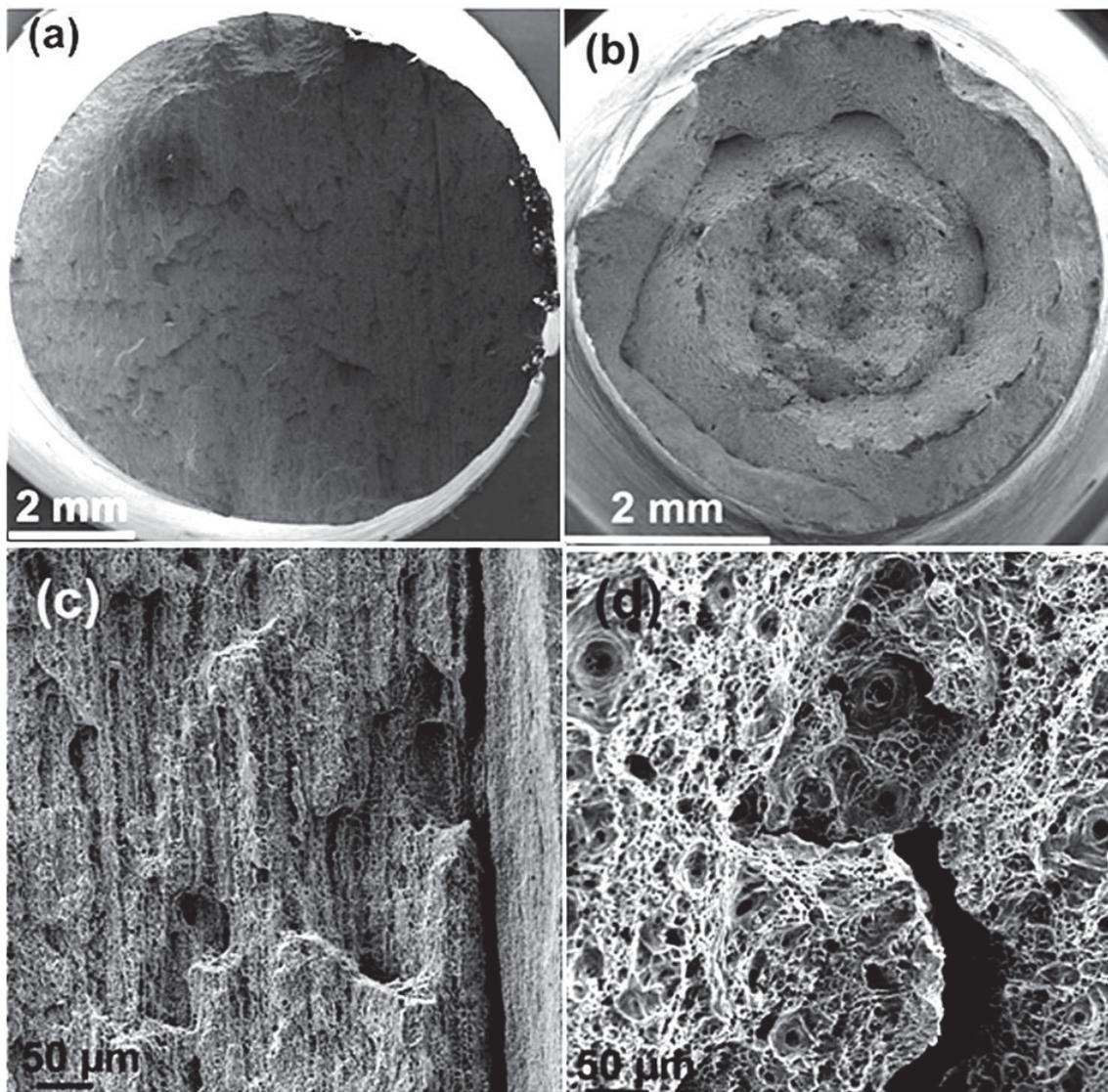


Figure II.30: Images MEB du faciès de rupture : (a et c) Glidcop AL-15 TD et (b et d) Glidcop AL-15 ED
($T_{\text{ambiante}} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$)

3.3. Essais de fatigue

Nous avons réalisé des essais de fatigue sur le Glidcop AL-15 (ED) et (TD) à température ambiante et à $T=300^{\circ}\text{C}$, sous une vitesse de déformation $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et à trois variations de déformation total imposés $\Delta\epsilon_t = 1\%, 0.8\%$ et 0.6% . Les courbes obtenues sont reportées sur les figures II.31 et II.32.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

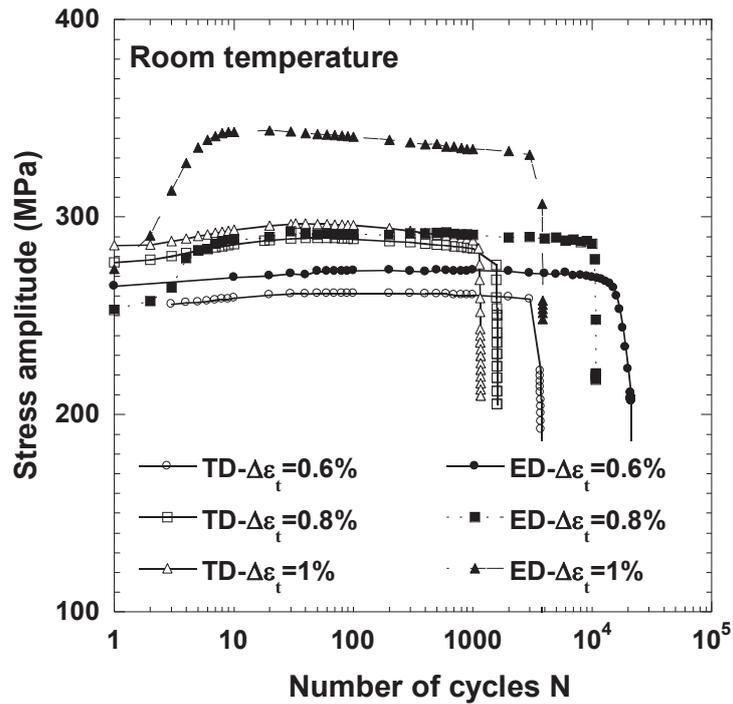


Figure II.31: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles du Glidcop AL-15 ED et TD (T ambiante, $\dot{\varepsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$).

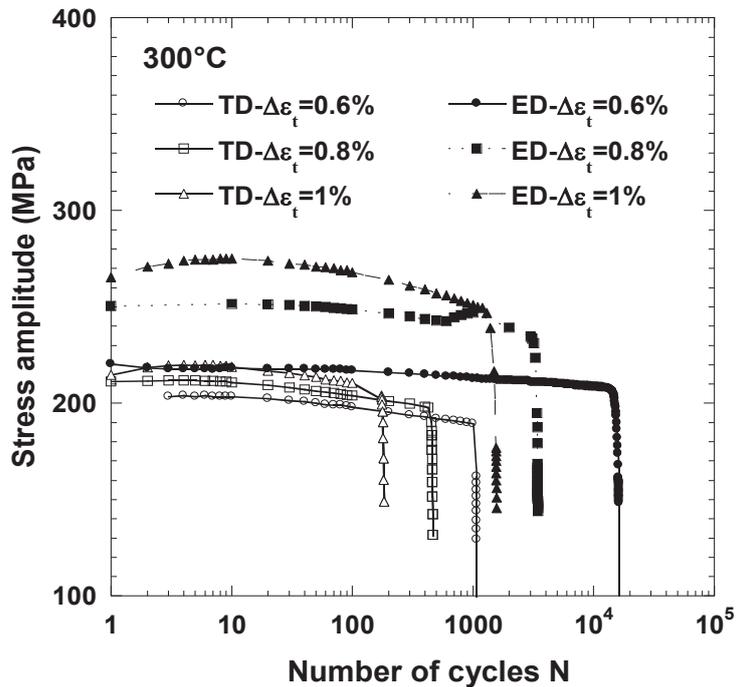


Figure II.32: Courbe d'accommodation cyclique en fonction du nombre de cycles du Glidcop AL-15 ED et TD ($T = 300^\circ\text{C}$, $\dot{\varepsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$).

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Le tableau II.6 regroupe les caractéristiques mécaniques en fatigue obtenues pour les essais à température ambiante.

D'après ces courbes, on peut constater que le Glidcop AL-15 ED à une meilleure tenue en fatigue à température ambiante même s'il subit des contraintes plus élevées pour le même taux de déformation imposé.

Tableau II.6: Caractéristiques mécaniques en fatigue à température ambiante du Glidcop AL-15 ED et TD.

Direction	E (GPa)	σ_a (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	N_f N_{25}
LD	102	325	1	0.4	0.6	1600
TD	101	293	1	0.4	0.6	1100
LD	101	290	0.8	0.2	0.6	10700
TD	99	285	0.8	0.25	0.55	1600
LD	100	272	0.6	0.09	0.51	21300
TD	98	260	0.6	0.12	0.48	3700

En revanche, la tenue en fatigue du Glidcop AL-15 TD à T=300°C se trouve fortement affectée avec des contraintes inférieures à celles appliquées pour le Glidcop AL-15 ED comme le montre les résultats du tableau II.7. Nos résultats en fatigue sont conformes à ceux trouvés en traction. Le Glidcop AL-15 ED présente ainsi des caractéristiques plus élevées que le Glidcop AL-15 TD.

Tableau II.7: Caractéristiques mécaniques en fatigue à T=300°C du Glidcop AL-15 ED et TD.

Direction	E (GPa)	σ_a (MPa)	$\Delta\varepsilon_t$ (%)	$\Delta\varepsilon_p$ (%)	$\Delta\varepsilon_e$ (%)	N_f N_{25}
LD	93	275	1	0.4	0.6	1500
TD	94	213	1	0.54	0.46	180
LD	94	250	0.8	0.24	0.56	3450
TD	92	210	0.8	0.36	0.44	460
LD	92	220	0.6	0.14	0.46	12800
TD	92	192	0.6	0.29	0.31	1000

Ceci est confirmé par les courbes de Manson-Coffin ou courbe de résistance à la fatigue. Celles-ci sont reportées dans les figures II.33a et II.33b. En terme de déformation plastique le Glidcop AL-15 TD se déforme beaucoup plus que le Glidcop AL-15 ED ce qui explique la différence en terme de durées de vie.

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

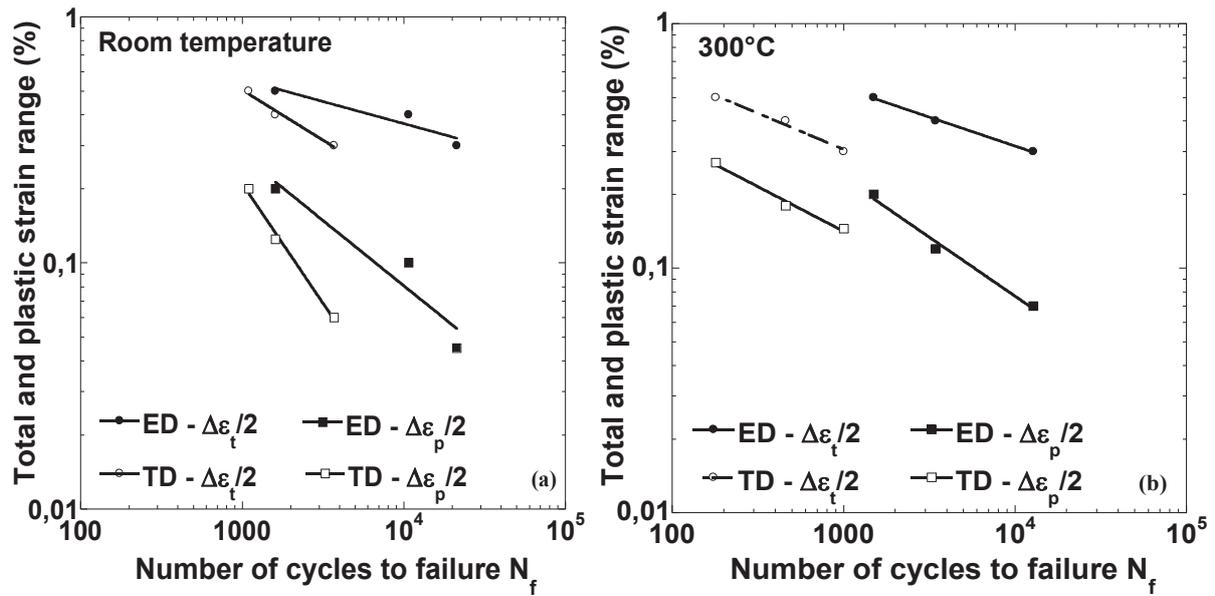


Figure II.33: Courbes de résistance à la fatigue du Glidcop AL-15 ED et TD en fonction des déformations plastiques : a) à température ambiante, b) à $T=300^{\circ}\text{C}$

Le tableau II.8 reporte les valeurs des coefficients obtenues.

Tableau II.8: Propriétés d'érouissage cyclique du Glidcop AL-15 ED et TD température ambiante et à 300°C .

Glidcop AL-15	T ($^{\circ}\text{C}$)	ε'_f (%)	c
TD	20	174.28	-0.97
ED	20	10.75	-0.53
TD	300	1.76	-0.36
ED	300	6.54	-0.48

Chapitre II : Effet du brasage et effet d'anisotropie

Conclusion

La présente étude, dédiée à la caractérisation expérimentale du comportement anisotrope supposé en traction et en fatigue du Glidcop AL-15 extrudé est a permis de montrer que:

- La texture du Glidcop AL-15 d'une barre extrudée, produite par le process, affecte son comportement mécanique.
- La résistance mécanique du Glidcop AL-15 ED est plus élevée à température ambiante et à 300°C comparé à celle du Glidcop AL-15 TD que ce soit en chargement monotone ou cyclique.
- La durée de vie en fatigue du Glidcop AL-15 ED est plus élevée par rapport au Glidcop AL-15 TD même dans le cas où des contraintes plus faibles sont appliquées sur ce dernier.
- Les faciès de rupture du Glidcop AL-15 dans les deux directions (ED et TD) présentent des différences majeures sur l'aspect macroscopique.

Dans le chapitre III des essais interrompus en fatigue seront menés sur des éprouvettes prélevées dans les deux directions. L'analyse des éprouvettes au MEB nous éclairera un peu plus sur cette différence et sur les mécanismes d'endommagement qui entrent en compétition.

Chapitre III: Mécanismes d'endommagement

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Sommaire

Introduction	65
Rappel bibliographique	66
1. Mode de déformation du cuivre	66
1.1 Déformation plastique dans les matériaux CFC	66
1.1.1 Introduction	66
1.1.2 Mécanismes de déformation plastique en plasticité monotone	66
1.1.3 Evolution de la microstructure	67
1.2 Consolidation cyclique des métaux et alliages C.F.C.	68
1.3 Amorçage de fissure dans les BGP	70
1.4 Formation des intrusions et des extrusions.	71
2 Déformation cyclique et formation des BGP dans les alliages à précipités	72
2.1 Introduction	72
2.2 Comportement des alliages à précipités non cisillables.	73
3 Partie expérimentale	73
3.1 Introduction	73
3.2 Essais de fatigue du cuivre OFHC	73
3.3 Observation MEB (Cu-OFHC)	76
3.4 Essai de fatigue interrompu du Glidcop AL-15 ED et TD :	77
3.5 Observation MEB:	79
4 Analyse comparative de l'endommagement	82
5 Structure de dislocations	84
5.1 Préparation des lames minces	84
5.2 Structures de dislocation du Cu-OFHC	84
5.3 Structures de dislocations du Glidcop AL-15	85
5.4 Boucles d'hystérésis	88

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Introduction

Dans le souci de comprendre les mécanismes d'endommagement des deux matériaux étudiés dans ce projet doctoral (Cu-OFHC et Glidcop AL-15), des essais de fatigue oligocyclique isotherme ont été menés et réalisés à différentes températures. Une analyse de la réponse cyclique des deux matériaux sera présentée et discutée. L'analyse post mortem des éprouvettes sollicitées nous éclairera sur les modes d'endommagement de chaque matériau.

Afin d'évaluer et d'observer les différents mécanismes d'endommagements du Glidcop AL-15 dans les directions parallèle (ED) et perpendiculaire (TD) à la barre de Glidcop AL-15, des essais de fatigue interrompus ont été mis en œuvre. Les essais sont interrompus à des fractions de durée de vie bien spécifiques (réf 0%, 5%, 50%, 75% et 100% de la durée de vie). Entre chaque arrêt, l'éprouvette est retirée de la machine, puis observée au MEB en prenant la précaution d'analyser à chaque fois la même zone. L'objectif de cette étude est d'identifier la nature de l'amorçage de microfissures, d'une part, et de suivre leurs évolutions, d'autre part.

Enfin à l'aide de la microscopie à transmission, nous pourrons comparer l'évolution des structures de dislocations dans les grains du cuivre pur (Cu-OFHC) et ceux du cuivre-ODS (Glidcop AL-15) pour expliquer les mécanismes de plasticité cyclique.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Rappel bibliographique

1. Mode de déformation du cuivre

Comme pour tous les métaux et alliages en solution solide de structure cubique à faces centrées (CFC), l'énergie de faute d'empilement est l'un des paramètres déterminants pour les mécanismes de déformation. Une faible énergie de faute d'empilement favorise le mouvement de dislocations partielles et inhibe donc le glissement dévié ; la déformation a alors tendance à devenir planaire. Une forte énergie de faute d'empilement, en revanche, favorise le glissement dévié et attribue un degré de liberté supplémentaire aux dislocations vis.

Le cuivre pur a une énergie de faute d'empilement assez élevée, de l'ordre de 50 mJ.m^{-2} . Le glissement des dislocations dévié est alors favorisé.

1.1 Déformation plastique dans les matériaux CFC

1.1.1 Introduction

La déformation plastique conduit à l'écroutissage du matériau, donc à son durcissement. Cet écroutissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En effet, la déformation entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau.

1.1.2 Mécanismes de déformation plastique en plasticité monotone

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une force mécanique extérieure, une déformation plastique dans certains grains se produit si la contrainte locale dépasse la limite d'élasticité. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maclage mécanique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend nombreux paramètres métallurgiques et de sollicitation mécanique du matériau.

Dans les matériaux de structure CFC, la déformation plastique s'effectue essentiellement par glissement des dislocations parfaites sur les plans denses $\{111\}$ et dans les directions denses $\langle 110 \rangle$ comme représentée sur la figure III.1. Ce mécanisme est majoritaire dans les matériaux à forte et moyenne énergie de faute d'empilement.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

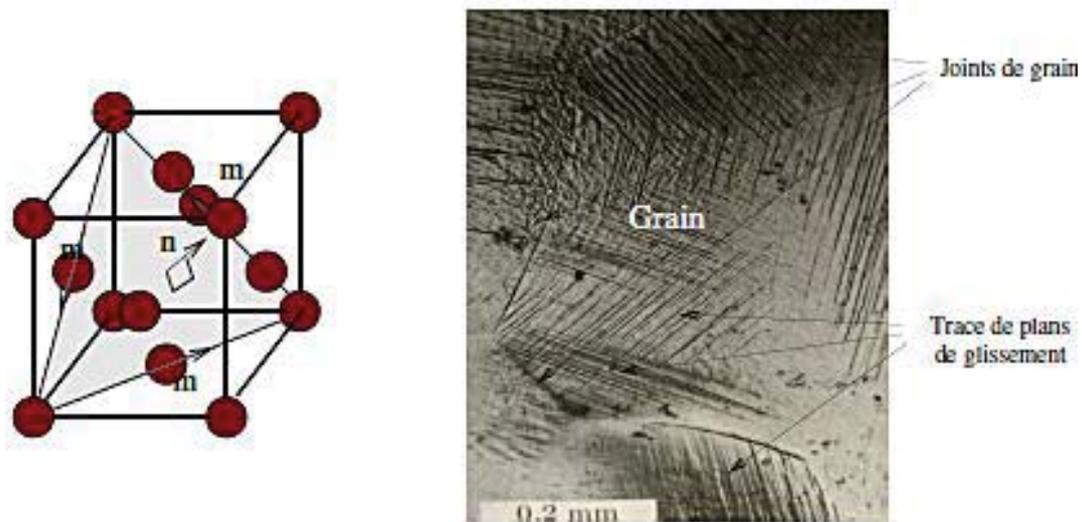


Figure III.1: Les plans denses du cuivre et les traces des plans de glissement au court de sa déformation [1]

1.1.3 Evolution de la microstructure

Des observations ont montré que l'évolution de la microstructure est commune à différents métaux et alliages de moyenne et de forte énergie de faute d'empilement (Al, Cu, Ni, Ni-Co), déformés selon des modes différents. Lors d'une déformation, la microstructure évolue en fonction de la valeur de la déformation. Au cours du premier stade de déformation des sous-structures de dislocations apparaissent à l'intérieur des grains, dépendant de leur orientation cristallographique [2]. La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations (Figure III.2).

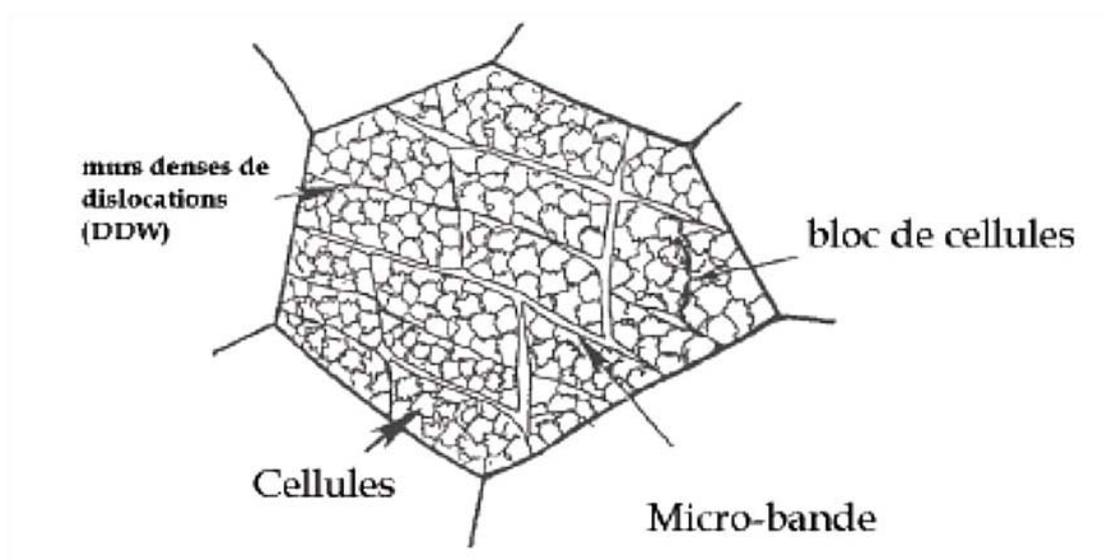


Figure III.2: Blocs de cellules et murs denses de dislocations [2]

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Quand la valeur de la déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints. Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [2].

1.2 Consolidation cyclique des métaux et alliages C.F.C.

1.2.1 Comportement mécanique

L'étude de la consolidation cyclique revient à examiner l'évolution de la contrainte maximale atteinte en fin de chaque demi-cycle en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de déformation. Il est souvent possible de distinguer deux stades de consolidation : un stade initial d'évolution rapide de la contrainte (durcissement pour les métaux recuits) et un stade de saturation où la contrainte reste constante ou quasi-constante. L'étude de la forme des boucles d'hystérésis permet parfois une caractérisation plus fine du comportement mécanique.

[3-6]. Dans les métaux purs et les alliages peu dilués, la contrainte se stabilise, bien avant rupture, après des déformations plastiques cumulées. Pour le stade de saturation, caractéristique des métaux purs, la valeur de la contrainte de saturation dépend de l'amplitude de la déformation et de la température [7].

La figure III.3 représente la courbe d'érouissage cyclique d'un cuivre monocristallin et ses différents stades de consolidation. Il est classique de distinguer trois régimes (A, B et C) auxquels sont associées des structures de dislocations particulières. Dans le régime A, la déformation demandée est faible et les dislocations tendent à s'arranger en structures polarisées séparées par des canaux : c'est la structure en matrice ou veine-canal. Quand la déformation demandée augmente, cette structure devient instable et on note la formation de Bandes Persistantes de Glissement (BGP) dont la fraction volumique s'adapte à l'amplitude de déformation imposée. Dans les régimes A et B, le glissement simple suffit à accommoder la déformation plastique. Pour des déformations demandées plus élevées, du glissement multiple apparaît et la structure en cellules se forme (régime C).

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

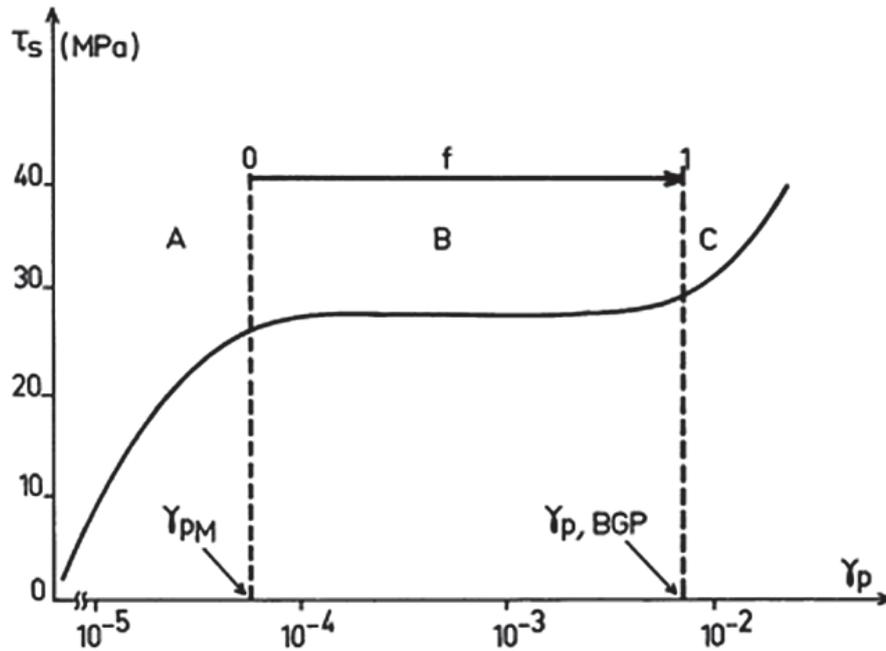


Figure III.3: Courbe d'écrouissage cyclique typique d'un monocristal de cuivre. Le stade de saturation (B) est celui où la déformation se localise dans les BGP dont la fraction volumique croît avec la déformation plastique imposée [8]

Le cuivre pur monocristallin ou polycristallin recuit a fait l'objet de très nombreux travaux, notamment par : [Mughrabi, Basinski, Saxena, Polak, Rasmussen, Pedersen, Figueroa, Laird, Winde Wang, Lee, Mendez...etc]. Le cuivre écroui a été en revanche peu étudié.

Les figures III.4 et III.5 présentent les courbes d'écrouissage cyclique de monocristaux et de polycristaux de cuivre établies par différents auteurs. Ces diagrammes montrent que si l'existence d'un plateau est clairement établie pour les monocristaux, il n'en est pas de même pour les polycristaux. Ceci ne signifie pas pour autant que la formation de BGP dans les polycristaux ne se produit pas.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

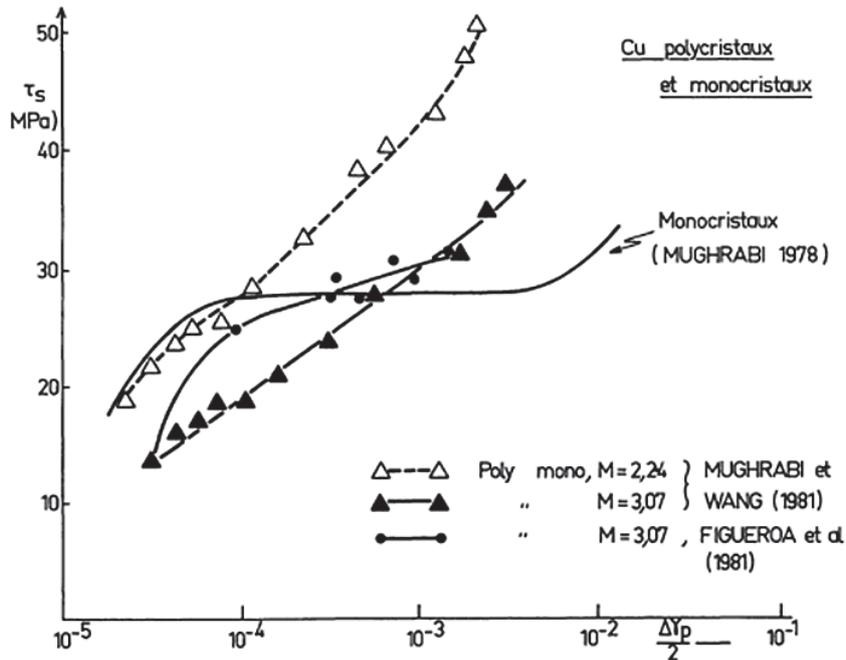


Figure III.4: Courbes d'érouissage cyclique du cuivre mono et polycristallin [8].

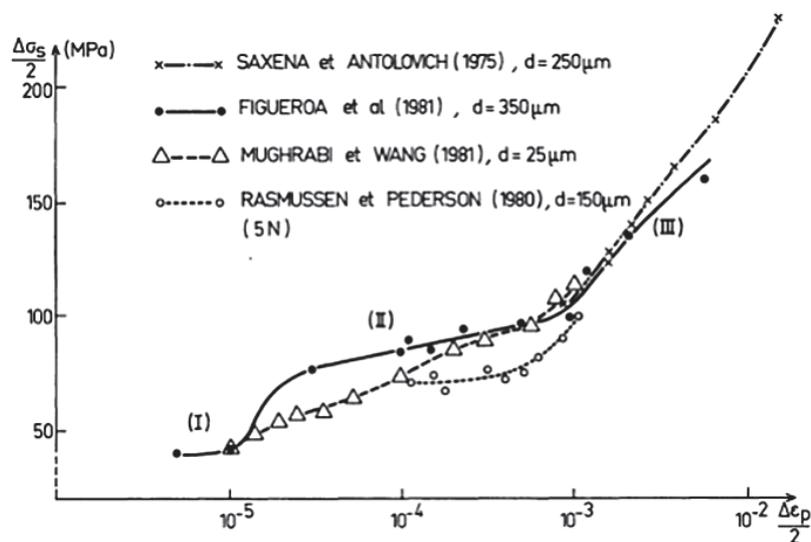


Figure III.5: Courbes d'érouissage cyclique du cuivre polycristallin [8].

1.3 Amorçage de fissure dans les BGP

En 1956, Thompson *et al* réalisent des essais de fatigue sur des polycristaux de cuivre en procédant à des polissages électrolytiques réguliers [9]. Les observations répétées des traces des BGP dans la même zone, même après un retour à une surface polie, montrent que leur origine provient des BGP émergeant à la surface.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Basinski et al ont effectué le même type d'essais cette fois sur des monocristaux de cuivre [10]. Ils ont mesuré, à l'intérieur des BGP, des déformations plastiques 30 fois supérieures à la déformation plastique moyenne, mettant en exergue les effets de localisation de déformation plastique sous chargement de fatigue. De manière analogue aux observations de Thompson, après polissage, les BGP réapparaissent aux mêmes positions. Ma et Laird ont observé des amorçages de fissures dans les creux des marches d'intrusion/extrusion (Figure III.6) en surface de monocristaux de cuivre [11].

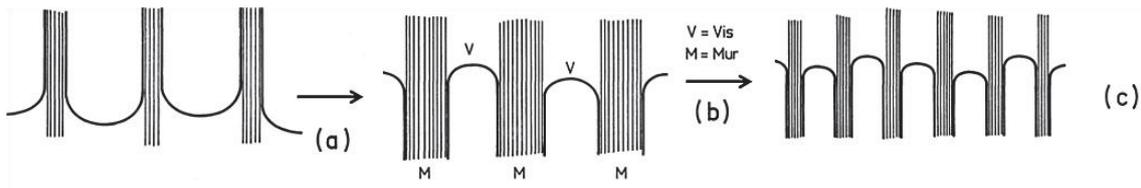


Figure III.6: Schéma de l'évolution microstructurale au cours de l'écroutissage cyclique, la contrainte croît de (a) jusqu'à (c) [11]

Brown et al [12] propose une approche simplifiée de l'évolution microstructurale au cours du durcissement cyclique. A l'intérieur des canaux, les dislocations vis peuvent glisser facilement et s'annihiler par glissement dévié. Ceci constitue une cause d'irréversibilité puisqu'une dislocation vis donnée a une probabilité importante de ne jamais retourner à son lieu de création. Lors de leur mouvement, les dislocations vis déposent des segments coins dans les amas denses, contribuant ainsi à leur densification (Figure III.7). La partie externe des veines de la matrice est « durcie » par ses interactions avec les dislocations se déplaçant dans les canaux. La partie interne se trouve alors dans l'impossibilité d'évoluer car elle n'échange plus de dislocations avec l'extérieur. C'est donc l'effondrement interne des veines de la matrice qui conduirait à la formation des BGP dont les murs devraient correspondre à la partie externe des veines.

1.4 Formation des intrusions et des extrusions.

La formation d'extrusions à la surface d'échantillons déformés par fatigue a été tout d'abord mise en évidence sur des alliages Al-Cu [13, 14]. Des rubans minces de métal, issus des bandes de glissement, apparaissent et conduisent à la formation d'extrusions de 0,1 μm d'épaisseur environ et de quelques μm de hauteur (Figure III.7 d'après [15]). Ce phénomène est constaté sur la plupart des matériaux cristallins sollicités en fatigue : le cuivre et les

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

métaux C.F.C. purs, des solutions solides et des alliages à précipités. Enfin, associées aux extrusions, on trouve souvent des intrusions.

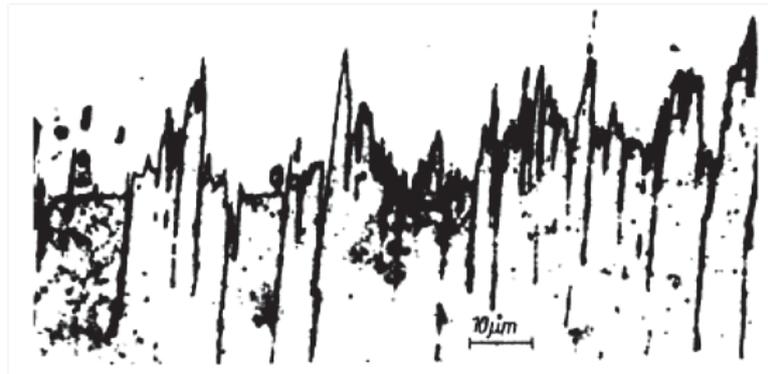


Figure III.7: Observations sur une coupe inclinée d'intrusions et d'extrusions à partir de BGP dans un monocristal de cuivre [15]

Le rôle de concentrateur de contrainte joué par l'intrusion sur l'amorçage d'une fissure de fatigue a été clairement mis en évidence par *Ma et Laird*. [11] comme le montre la figure III.8.

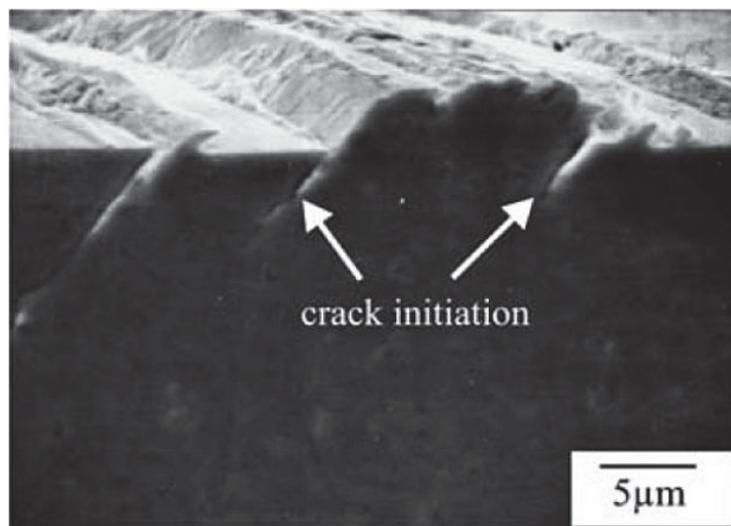


Figure III.8: Amorçage de fissure à la base d'une extrusion de surface dans un monocristal de cuivre [11]

2 Déformation cyclique et formation des BGP dans les alliages à précipités

2.1 Introduction

Le comportement mécanique d'alliages contenant des précipités et sollicités en fatigue dépend des paramètres qui régissent le mode d'interaction dislocation-précipité, c'est-à-dire la taille et la densité des précipités, ainsi que des structures cristallines respectives de la matrice et du précipité. Le comportement en fatigue de tels alliages peut être analysé en considérant d'une

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

part les alliages contenant des précipités cisailables par les dislocations et d'autre part ceux contenant des précipités non cisailables [16].

2.2 Comportement des alliages à précipités non cisailables.

Le comportement mécanique des alliages à précipités non cisailables est lié à la taille et à la fraction volumique des précipités. Pour de faibles fractions volumiques, quelques %, comme par exemple dans le cas du cuivre à dispersoïdes d' Al_2O_3 [17] ou de SiO_2 [18], les matériaux se comportent comme des métaux purs. On observe un stade de durcissement, parfois prolongé, suivi par la saturation pour une contrainte critique associée à la formation de BGP. Au début du cyclage, la densité de dislocations augmente (mécanisme de contournement des précipités), et le durcissement cyclique prend place. Lorsque le processus de contournement s'est étendu à l'ensemble du cristal, l'état de saturation est atteint. Il correspond à une microstructure caractérisée par des enchevêtrements de dislocations entourant les précipités [19].

3 Partie expérimentale

3.1 Introduction

Dans cette partie, l'attention sera portée sur les mécanismes d'endommagement par fatigue des matériaux constitutifs du Crotch absorbeur : le cuivre OFHC recuit, le cuivre OFHC écroui et le Glidcop AL-15. Il s'agira donc de comparer les mécanismes d'endommagement de la matrice (cuivre) et de la matrice avec les fines particules d'oxyde Al_2O_3 . Les surfaces des éprouvettes post mortem sont observées dans le but de trouver des signes d'accommodation et de localisation de la sollicitation cyclique et leurs bords sont examinés à la recherche de fissures microscopiques.

3.2 Essais de fatigue du cuivre OFHC

Seul le comportement cyclique du cuivre OFHC recuit et écroui est décrit dans cette partie pour différentes variations de déformation totale imposée à température ambiante et à 300°C . Les courbes d'accommodation cyclique de cuivre OFHC à température ambiante et à 300°C en fonction du nombre de cycles sont reportées en échelle logarithmique dans les Figures III.9, III.10, III.11 et III.12.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

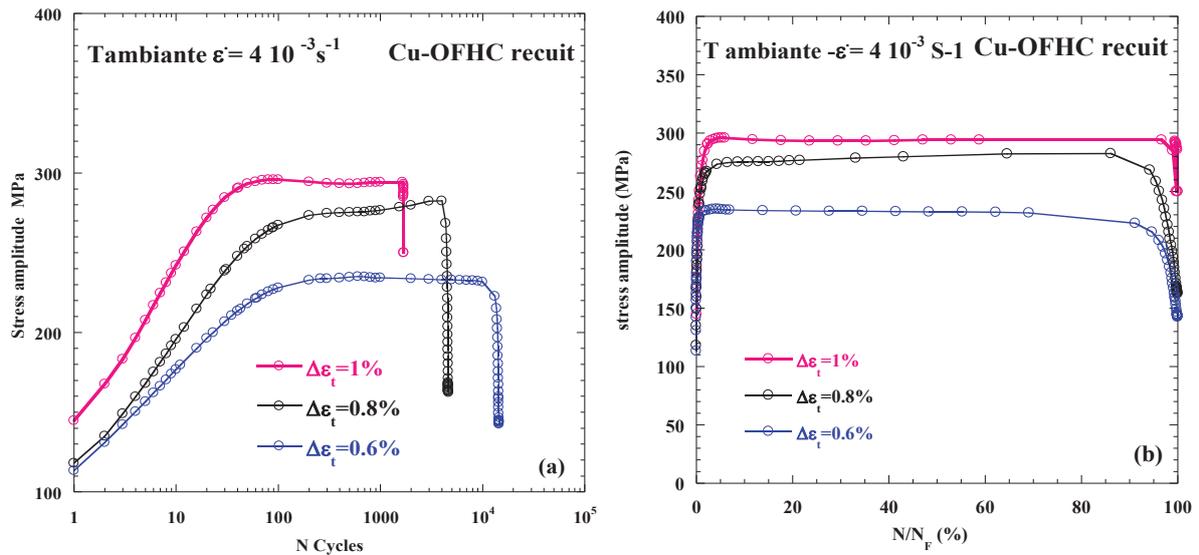


Figure III.9: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C de CU-OFHC recuit a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

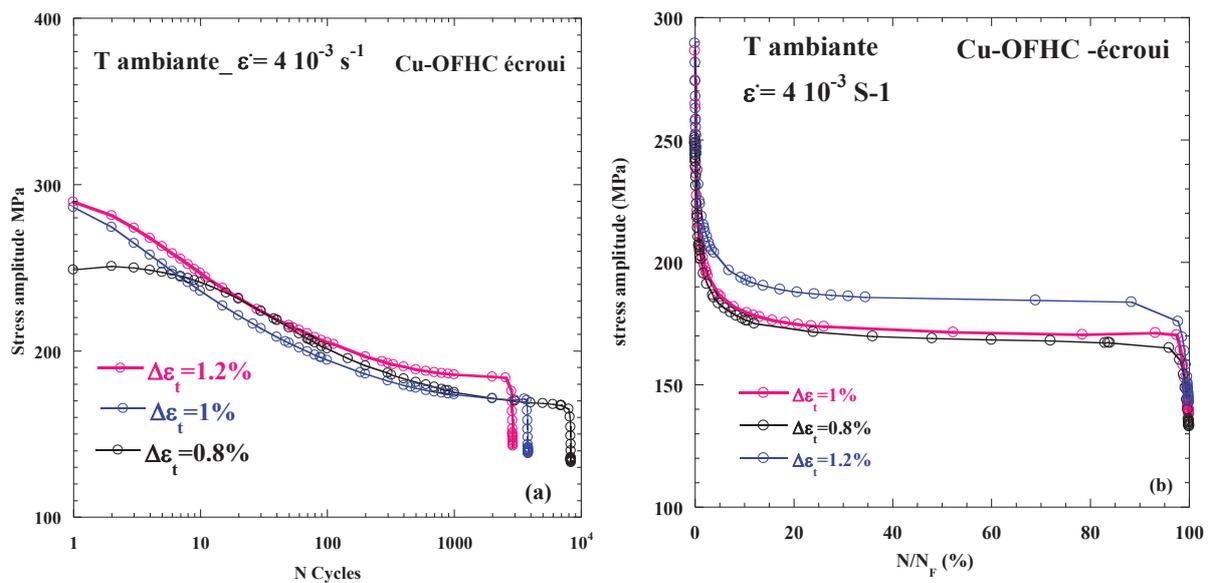


Figure III.10: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C du Cu-OFHC écroui en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

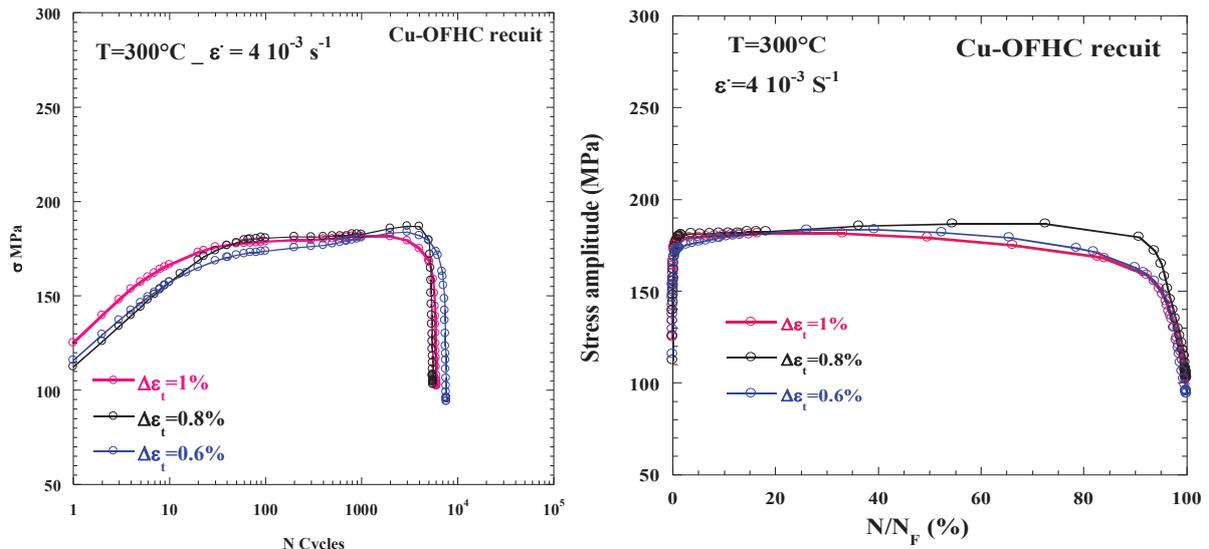


Figure III.11: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^{\circ}\text{C}$ de CU-OFHC recuit en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

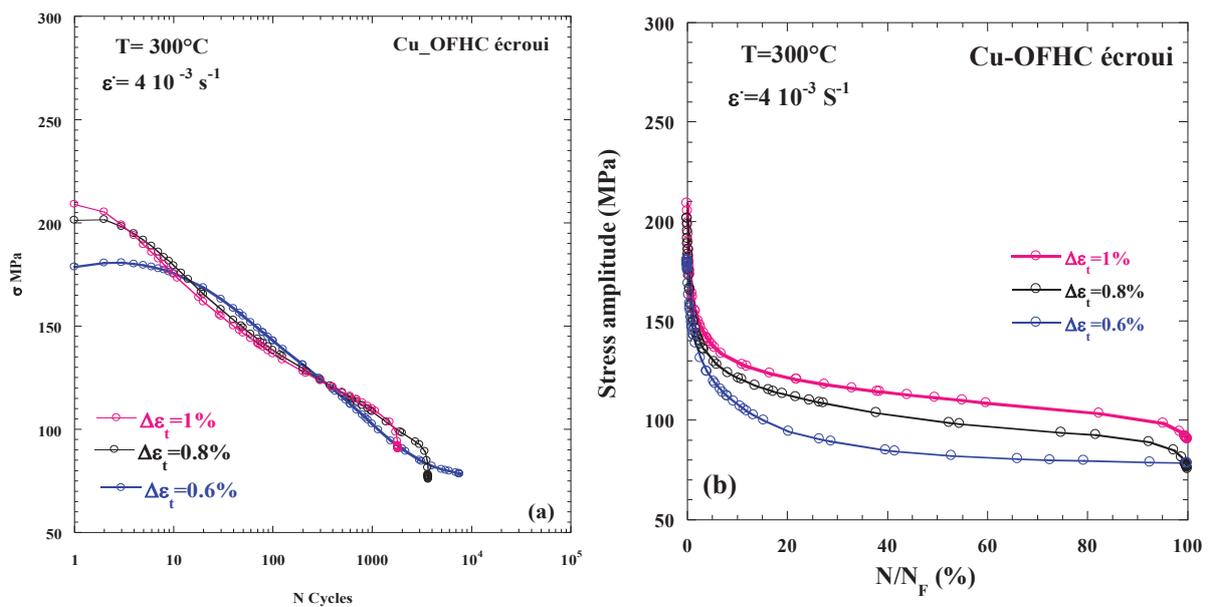


Figure III.12: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^{\circ}\text{C}$ de CU-OFHC écroui a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

Le cuivre OFHC recuit présente un durcissement très soutenu au tout début de l'essai et se stabilise ensuite. Une chute de contrainte est observée avant la rupture. L'accommodation cyclique occupe environ 5% de la durée de vie, pendant lesquels le matériau durcit de 150 MPa selon les cas. Durant 85% de la durée de vie, le matériau a un comportement quasi stabilisé. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide et occupe moins de 2% de la durée de vie. Contrairement au premier, le cuivre OFHC écroui (état de réception sans traitement thermique), présente un adoucissement permanent. Cet adoucissement occupe la

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

quasi majorité de sa durée de vie. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure qui facilite le mouvement des dislocations.

3.3 Observation MEB (Cu-OFHC)

La morphologie des bandes de glissement persistantes observées dans les grains du Cuivre OFHC écroui ressemble à ce qui a pu être observé à la surface de grains de Cuivre OFHC recuit. La sollicitation cyclique a provoqué la plastification du matériau, et donc l'émergence de BGP sous la forme d'extrusions-intrusions. Les intrusions-extrusions provoquent des concentrations de contraintes et donc constituent des sites d'amorçage de fissure. Néanmoins, comme le montrent sur les figures III.13 et III.14, l'amorçage des fissures est transgranulaire et intergranulaire.

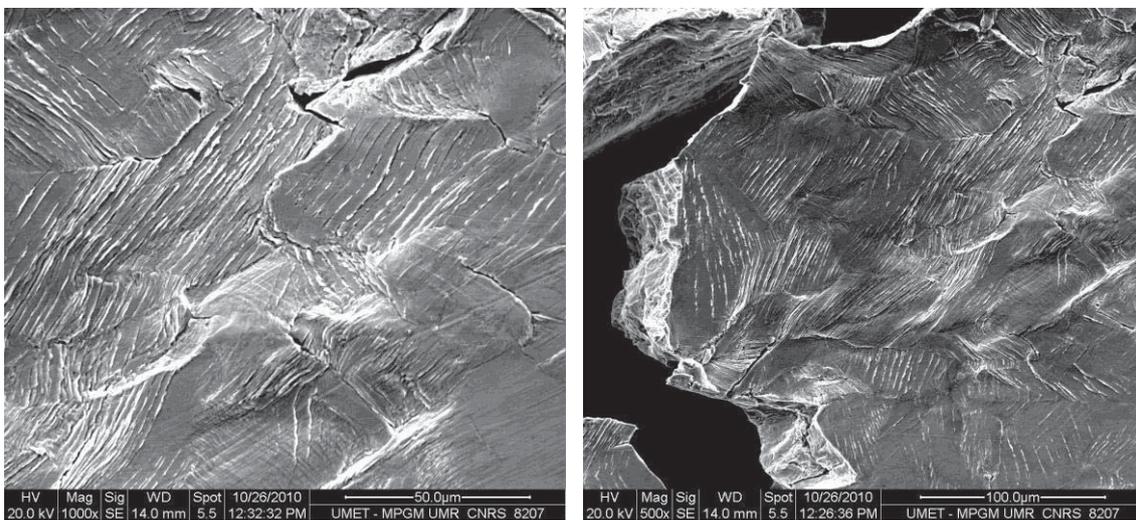


Figure III.13: Images MEB d'intrusion extrusion du Cu-OFHC recuit $\Delta\epsilon_f=0.8\%$, $T=20^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$

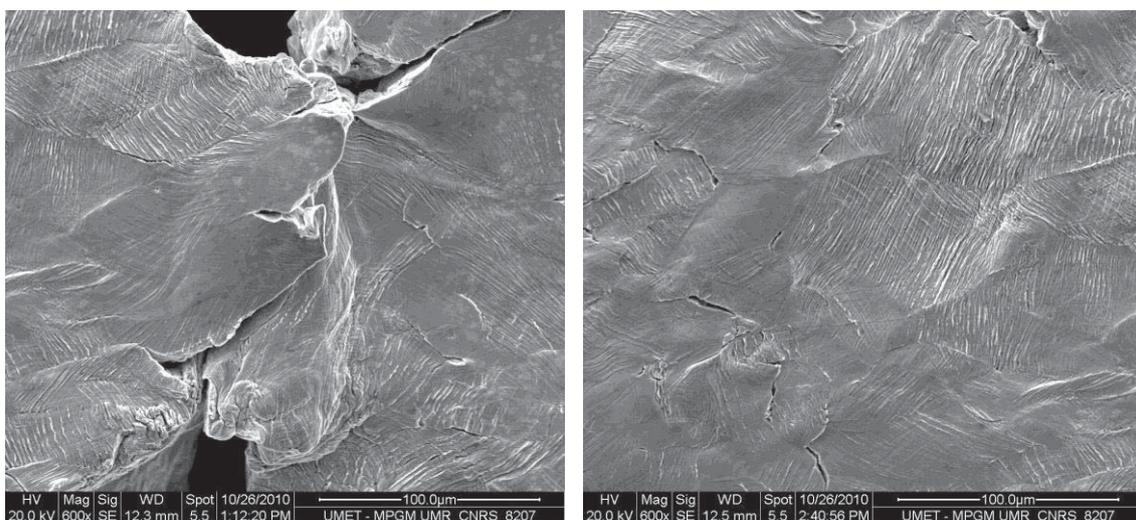


Figure III.14: Images MEB d'intrusion extrusion du Cu-OFHC écroui $\Delta\epsilon_f=0.8\%$, $T=20^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Dans le domaine des très faibles déformations l'amorçage des fissures dans les polycristaux de Cu a lieu essentiellement le long des intrusions-extrusions dans les BGP à l'intérieur des grains, comme c'est le cas pour les monocristaux du cuivre. Nos résultats sont en parfait accord avec ceux *Mendez et al* [20-21].

3.4 Essai de fatigue interrompu du Glidcop AL-15 ED et TD :

Afin d'évaluer et d'observer les différents mécanismes d'endommagements du Glidcop AL-15 dans les deux directions ED et TD, des essais de fatigue interrompus sont mis en œuvre. Pour cela deux éprouvettes sont polies et testées à température ambiante à une vitesse de déformation de $4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$ et à un taux de déformation imposé de $\Delta\epsilon_t=1\%$. Les essais sont interrompus à des fractions de durée de vie bien spécifiques qui sont numéroté sur la figure III.15 et III.16. Entre chaque arrêt l'éprouvette est démontée de la machine, puis observée au MEB on prenant la précaution d'analyser à chaque fois la même zone de l'éprouvette.

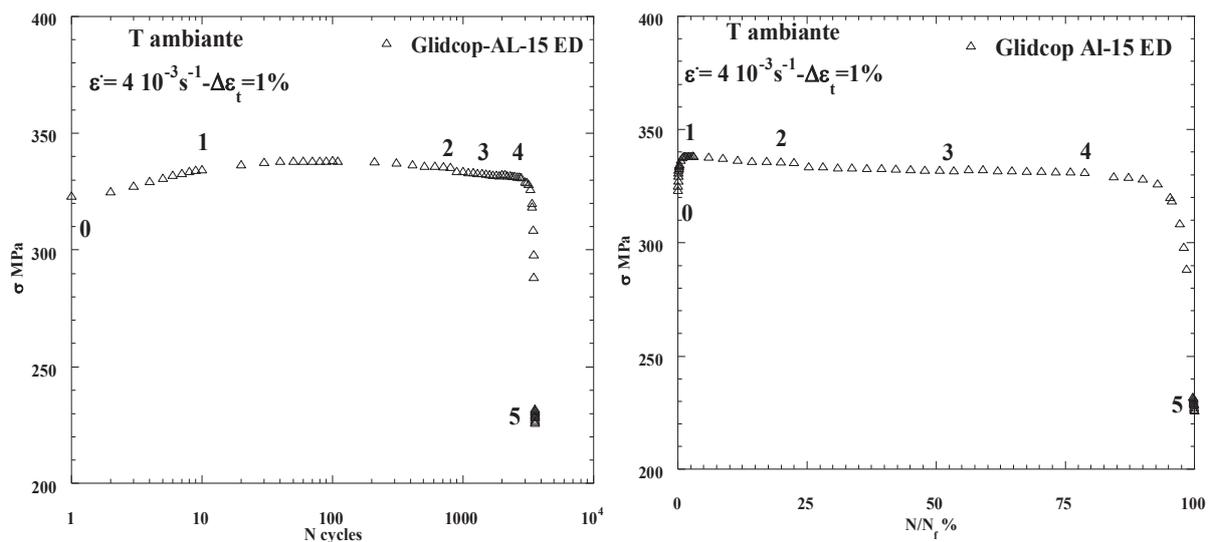


Figure III.15: Essais de fatigue interrompus du Glidcop AL-15 ED $\Delta\epsilon_t=1\%$, $T=20^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

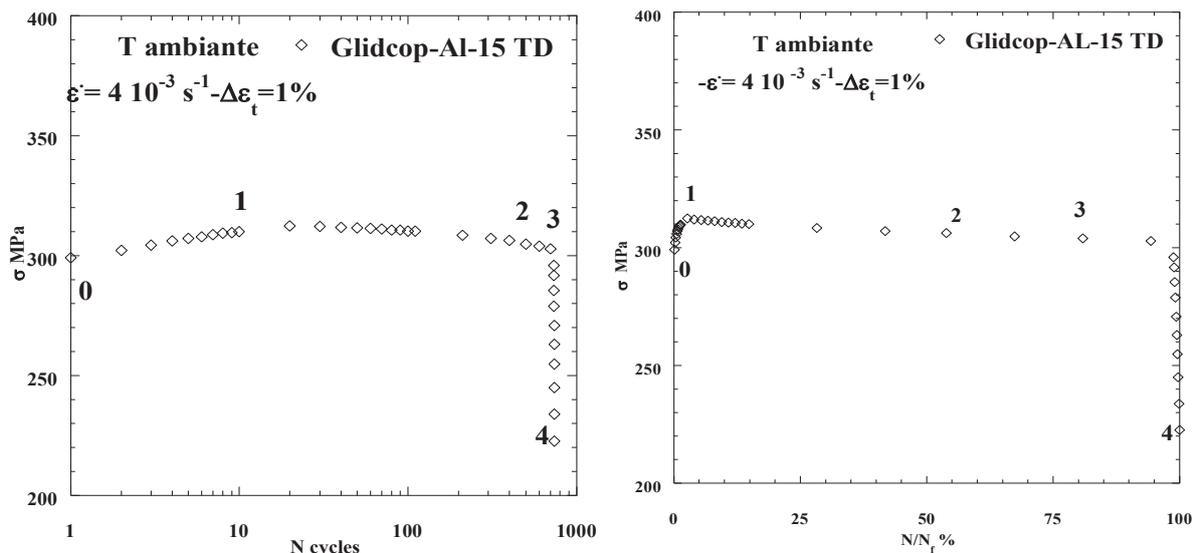


Figure III.16: Essais de fatigue interrompus du Glidcop AL-15 TD $\Delta\epsilon_t=1\%$, $T=20^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}_t=4 \cdot 10^{-3} \text{ S}^{-1}$

Les tableaux III.1 et III.2 regroupent les positions d'arrêt de l'essai et le nombre de cycles correspondant pour chaque essai.

Tableau III.1: Positions d'arrêt pour l'essai mené sur le Glidcop AL-15 ED

position	N cycles	N/N_f %
0	0	0
1	10	0.28
2	800	22.5
3	1900	50
4	2800	79
5	3553	100

Tableau III.2: Positions d'arrêt pour l'essai mené sur le Glidcop AL-15 TD

position	N cycles	N/N_f %
0	0	0
1	10	1.3
2	400	54
3	600	81
4	742	100

L'objectif de cette partie de notre étude est d'observer l'amorçage de microfissures, d'une part, et de suivre leurs évolutions, d'autre part et enfin comparer les deux comportements du Glidcop AL -15 dans les deux sens de prélèvement.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

3.5 Observation MEB:

Afin de détecter l'amorçage de fissures et de suivre les évolutions de celles-ci, de nombreuses observations au MEB du fût de l'éprouvette ont été effectuées à différentes étapes du cyclage. Lors des dix premiers cycles, phase qui correspond à la partie d'accommodation du Glidcop AL-15, aucun amorçage de fissures n'a été détecté.

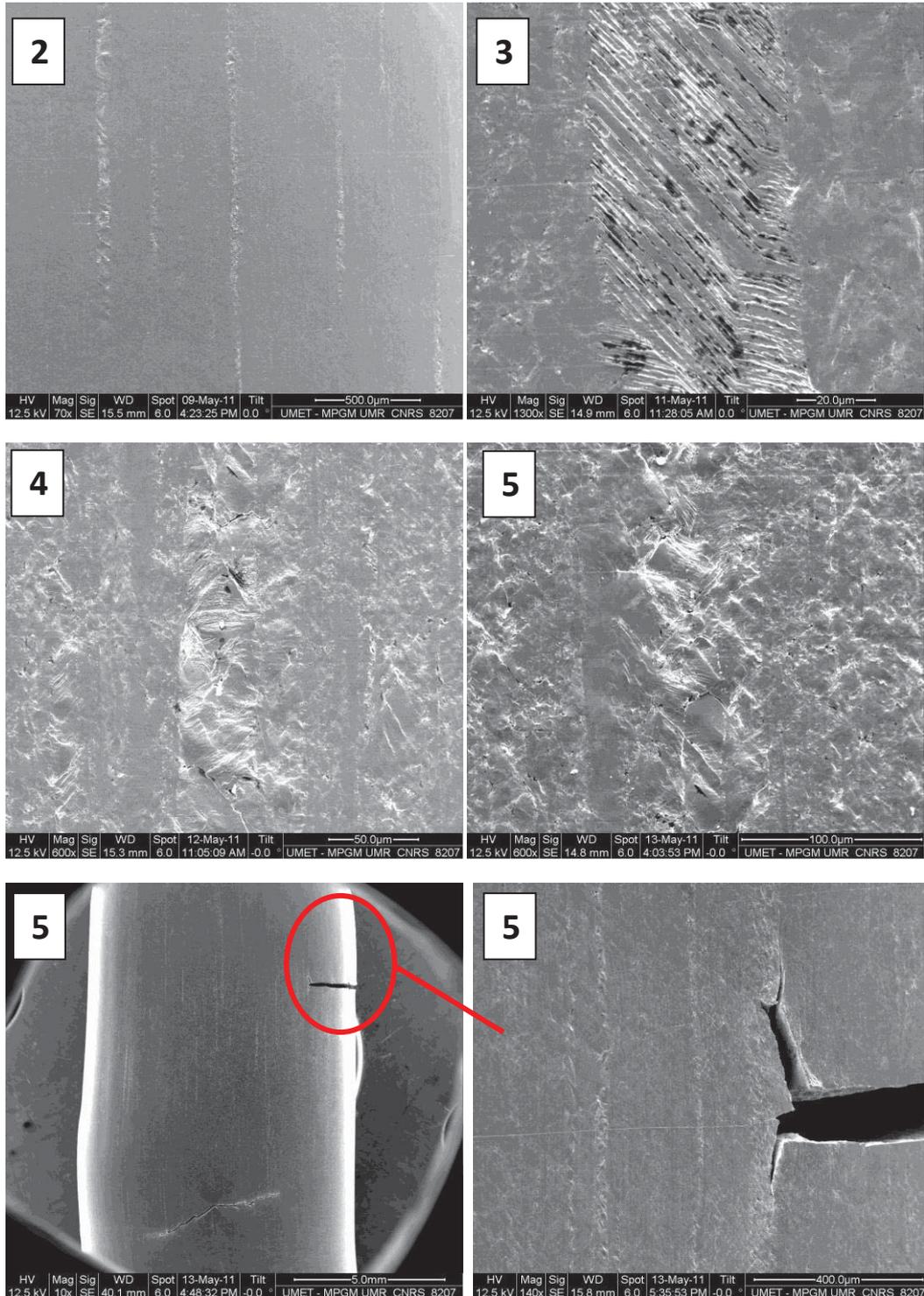


Figure III.17: Images MEB du fût de l'éprouvette du Glidcop AL-15 ED dans les différentes positions d'arrêt de l'essai interrompu

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Comme pour le cuivre OFHC le Glidcop AL-15 ED s'endommage de la même manière, nous distinguons clairement l'apparition de bande de glissements persistante (figure III.17) dans le sens de la sollicitation. La seule différence notable est que ces BGP se forment sur certaines zones spécifiques et nous retrouvons l'aspect stratifié du Glidcop AL-15 (figure III.17-2 et III.17-3) dû au procédé de fabrication.

Le faciès de rupture typique des éprouvettes de Glidcop prélevées dans le sens parallèle à la barre (ED) est représenté (figure III.18). Cette vue à faible grossissement montre de nombreux sites d'amorçage (A), une zone accidentée avec des vallées très encaissées (B) et enfin une zone plane (C) des lignes d'arrêt recouvertes de stries visibles à l'œil. Ces dernières sont très espacées, ce qui témoigne de l'avancée rapide de la fissure juste avant la rupture finale. La présence de stries de fatigue a également mise en évidence à plus fort grandissement.

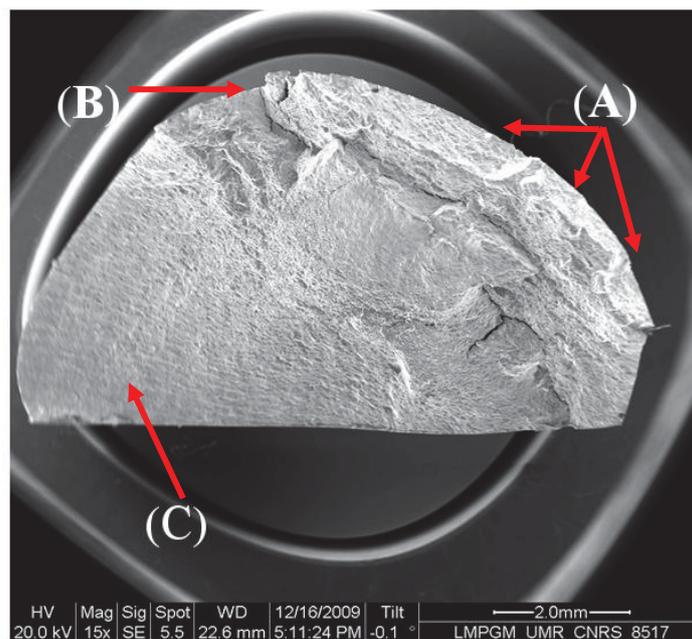


Figure III.18: image MEB du faciès de rupture du Glidcop AL-15 ED

En ce qui concerne les éprouvettes de Glidcop AL-15 prélevées dans le sens perpendiculaire à la barre (TD) est représenté, les BGP ont été également observées mais dans des bandes de grains perpendiculaires à la sollicitation (figure III.19). Nous retrouvons toujours l'aspect

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

stratifié du Glidcop AL-15. Les microfissures s'amorcent le long de ces BGP puis il y a coalescence ce qui explique l'allure du faciès de rupture.

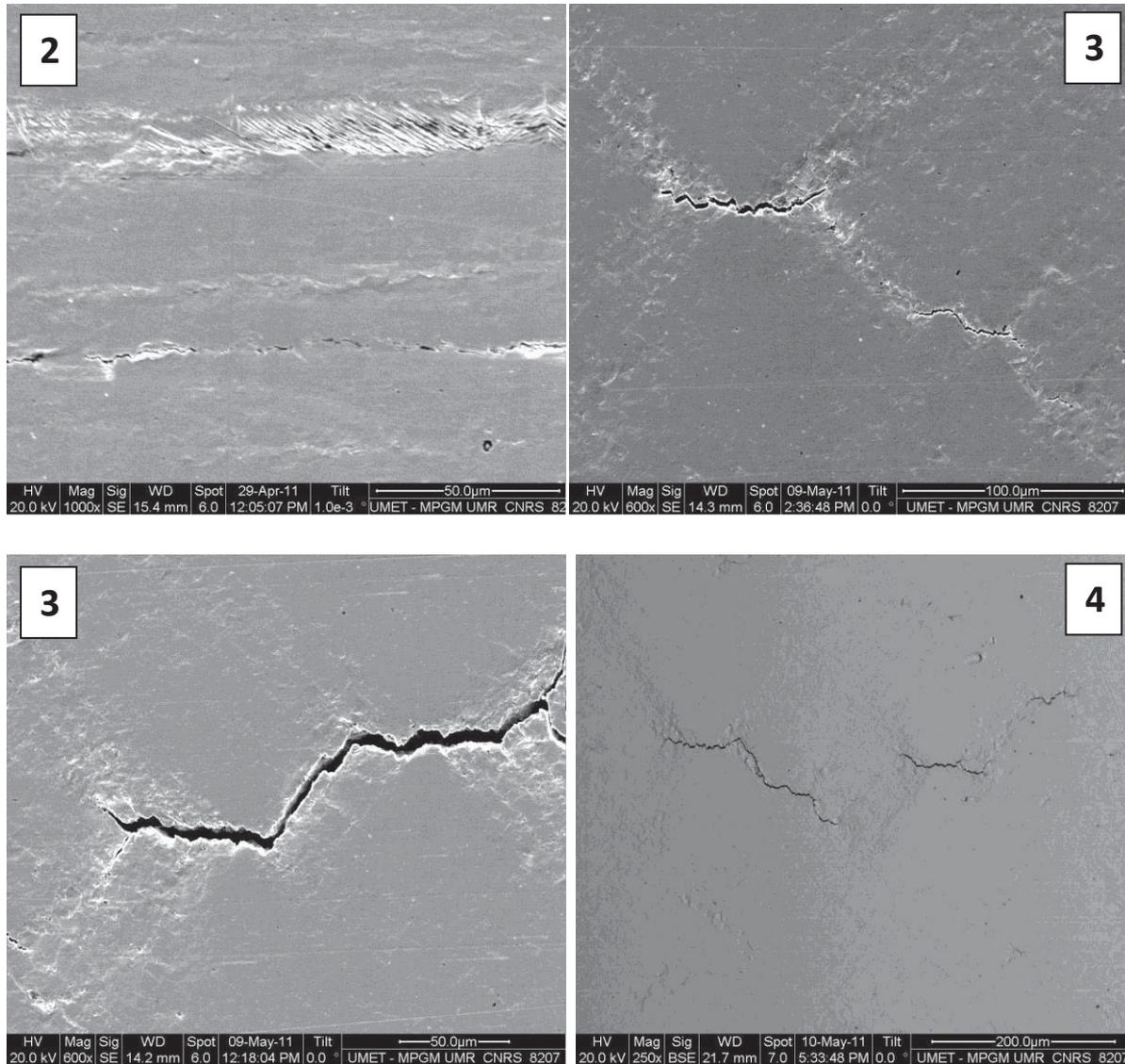


Figure III.19: Images MEB du fût de l'éprouvette du Glidcop AL-15 TD après différentes fractions de la durée de vie

Le faciès de rupture semble plutôt plat et se caractérise par une morphologie stratifiée similaire à celle observée sur les faciès des essais de traction monotone. À forts grossissements, des stries de fatigue recouvrent de façon homogène la totalité de la surface (Figure III.20).

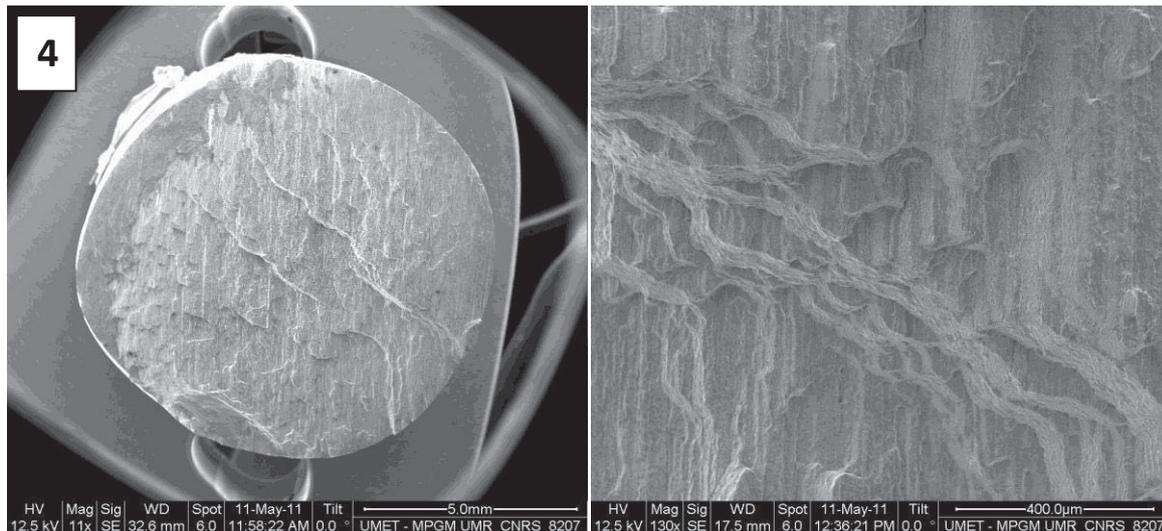


Figure III.20: Images MEB du faciès de rupture du Glidcop AL-15 TD

4 Analyse comparative de l'endommagement

Les mêmes mécanismes régissent l'endommagement du cuivre OFHC et le Glidcop AL-15. Par contre, le procédé d'extrusion joue un rôle prépondérant. Lorsque l'on considère la texture morphologique du Glidcop AL-15, il s'avère que le chemin de glissement des dislocations est plus grand dans la direction TD que dans la direction ED. En effet, dans le premier cas, les grains sont allongés, tandis que dans le second ils sont petits et ronds. Le résultat du durcissement par la taille des grains est efficace dans la direction ED dans laquelle le mouvement de dislocations rencontre plus fréquemment des barrières microstructurales qui sont les joints de grain qui agissent comme des obstacles.

Toutefois, l'amorçage des fissures par coalescence des microfissures est favorisé lorsque le matériau est testé dans la direction TD.

Comme le montrent les figures III.21 et III.22, la principale différence réside dans la nature de la contrainte à l'interface des bandes de grains.

Pour le Glidcop Al-15 sollicité selon la direction TD, l'interface subit une contrainte normale très élevée.

Pour le Glidcop Al-15 sollicité selon la direction ED, l'interface n'est pas sollicitée. Des fissures amorcées dans des grains plastifiés mais séparées par des bandes de grains inactives rencontrent une interface qui agit comme une barrière à la propagation. La fissure se propage alors le long de l'interface (Fig. III.21).

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Pour le Glidcop Al-15 sollicité selon la direction TD, l'interface est sollicitée en traction. Des fissures amorcées dans des grains plastifiés mais séparées par des bandes de grains inactives pourront coalescer par simple traversés de cette bande (Fig. III.22).

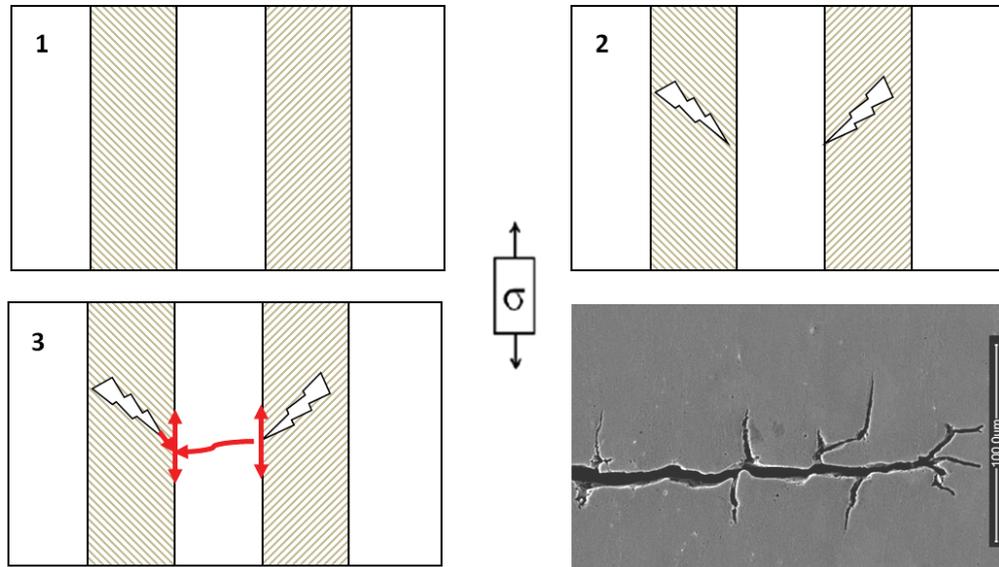


Figure III.21: Représentation schématique de l'endommagement du Glidcop AL-15 ED

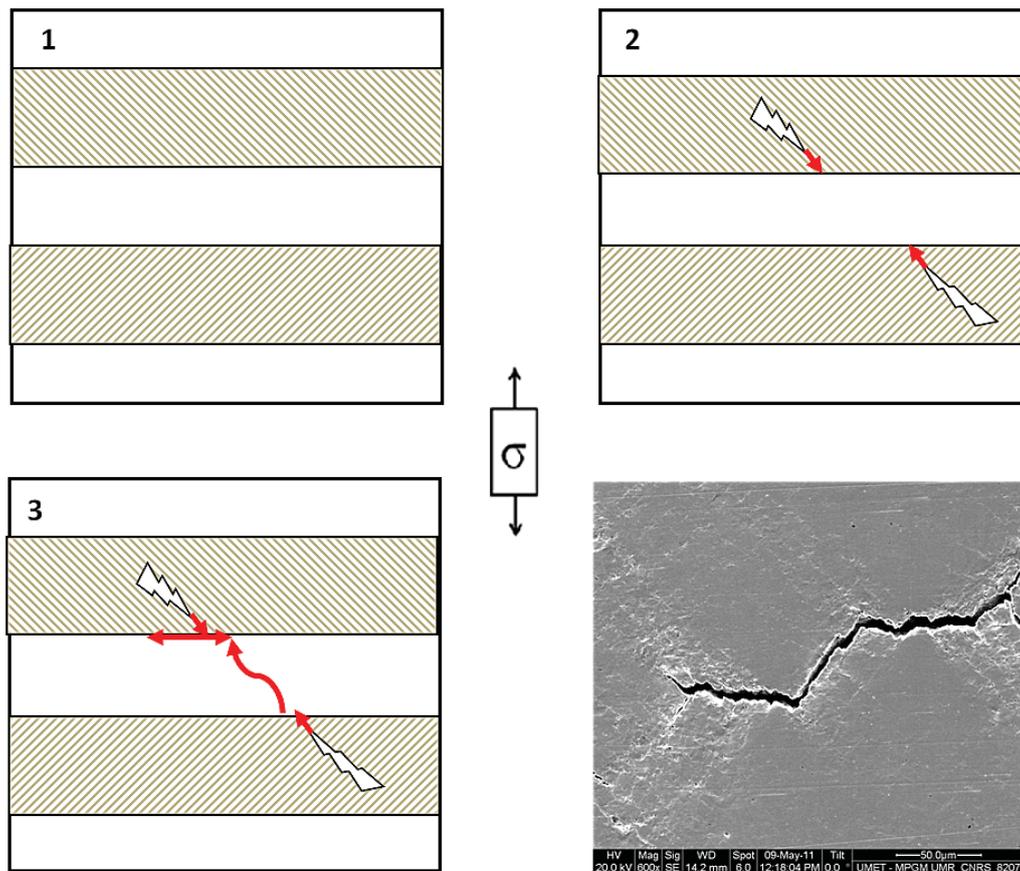


Figure III.22: Représentation schématique de l'endommagement du Glidcop AL-15 TD

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

5 Structure de dislocations

5.1 Préparation des lames minces

Des tranches ont été prélevées par tronçonnage à la scie diamantée lente dans les éprouvettes fatiguées. Celles-ci ont été amincies par polissage mécanique jusqu'à une épaisseur de 150 μm . Puis, des disques de 3 mm de diamètre ont été extraits à l'aide d'un emporte pièces. Pour réaliser l'amincissement final, le TENUPOL-3 *Struers* a été utilisé avec la solution électrolytique pour le cuivre de chez *Struers électrolyte D*. Les conditions et les réglages de l'appareil sont résumés dans le tableau III.3.

Tableau III.3: Condition de polissage électrolytique des lames mince

Amp meter range	Flowrate	Photo sensibility	Voltage	Tension	Time	température
0.5 A	6	10	10/30V	15 V	infini	Ambiante

5.2 Structures de dislocation du Cu-OFHC

Les structures de dislocations des éprouvettes rompues par fatigue sont caractérisées par des murs dipolaires et des cellules formées ou en cours de formation. Il semblerait que les cellules de dislocations se forment à partir des murs dipolaires par encombrement des canaux, ce qui explique la forme allongée de certaines des cellules [23]. Dans d'autres endroits du matériau, et notamment pour les essais à 300°C, les cellules sont plutôt équiaxes et plus fortement désorientées. (Figures III 23 et III 24).

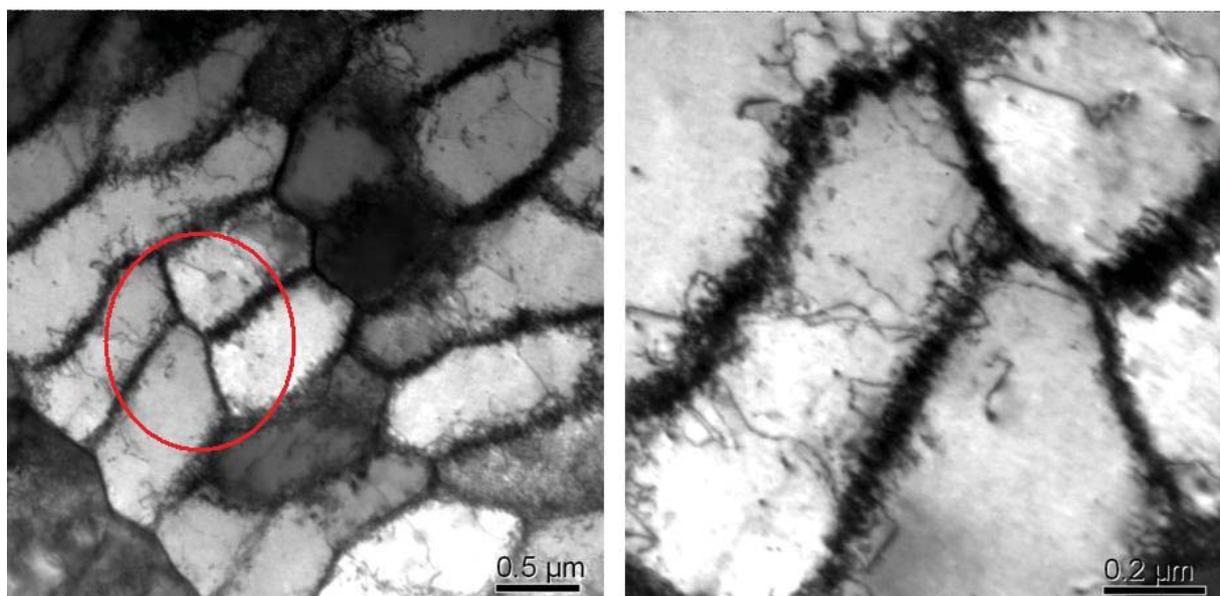


Figure III.23: Images MET d'un échantillon du Cu-OFHC fatigué à $\Delta\varepsilon_t=1\%$, $T=20^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, montrant la transitions murs \rightarrow cellules de dislocation.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

La présence marquée de murs ou de cellules formées à partir des murs et la faible désorientation des cellules de dislocations indiquent que le glissement multiple est peu fréquent.

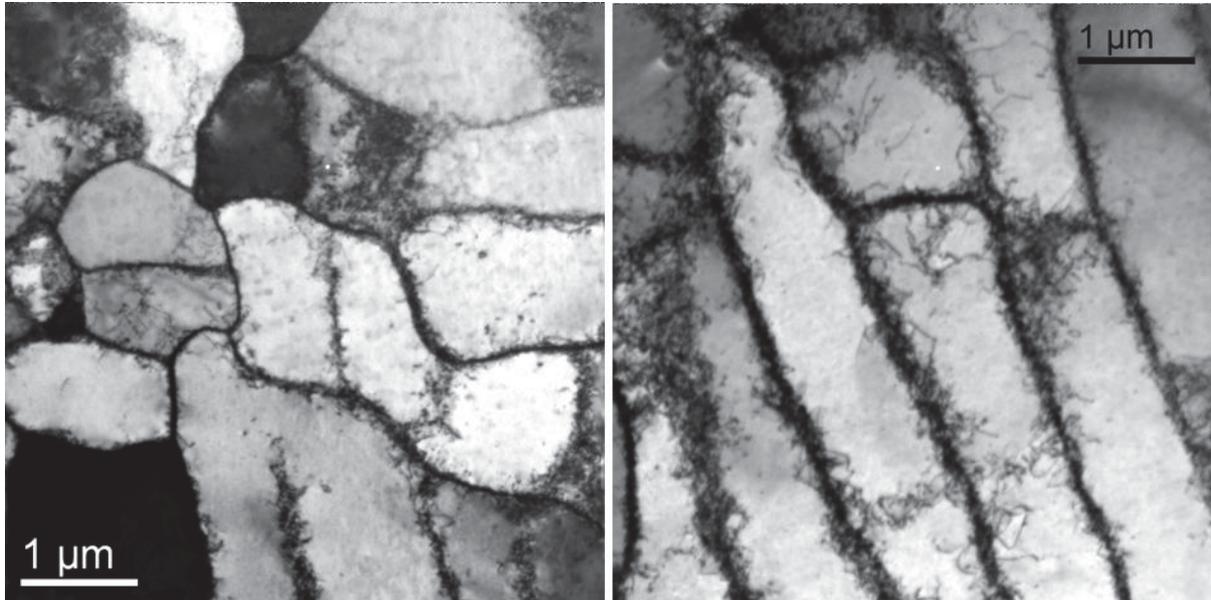


Figure III.24: Images MET d'un échantillon du Cu-OFHC fatigué à $\Delta\varepsilon_t=1\%$, $T=300^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, montrant les cellules équiaxes et les murs dipolaires de dislocations

5.3 Structures de dislocations du Glidcop AL-15

Le Glidcop AL-15 se comporte comme la matrice de cuivre OFHC et il n'y a pas de différence notable à signaler que ce soit dans le sens de l'extrusion ED ou dans le sens TD. Nous retrouvons au final les mêmes structures de dislocations. La plupart des cellules sont étroites et allongées, mais certaines zones de l'échantillon contiennent des murs de dislocations et des cellules très longues (figure III.25 et III.26)

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

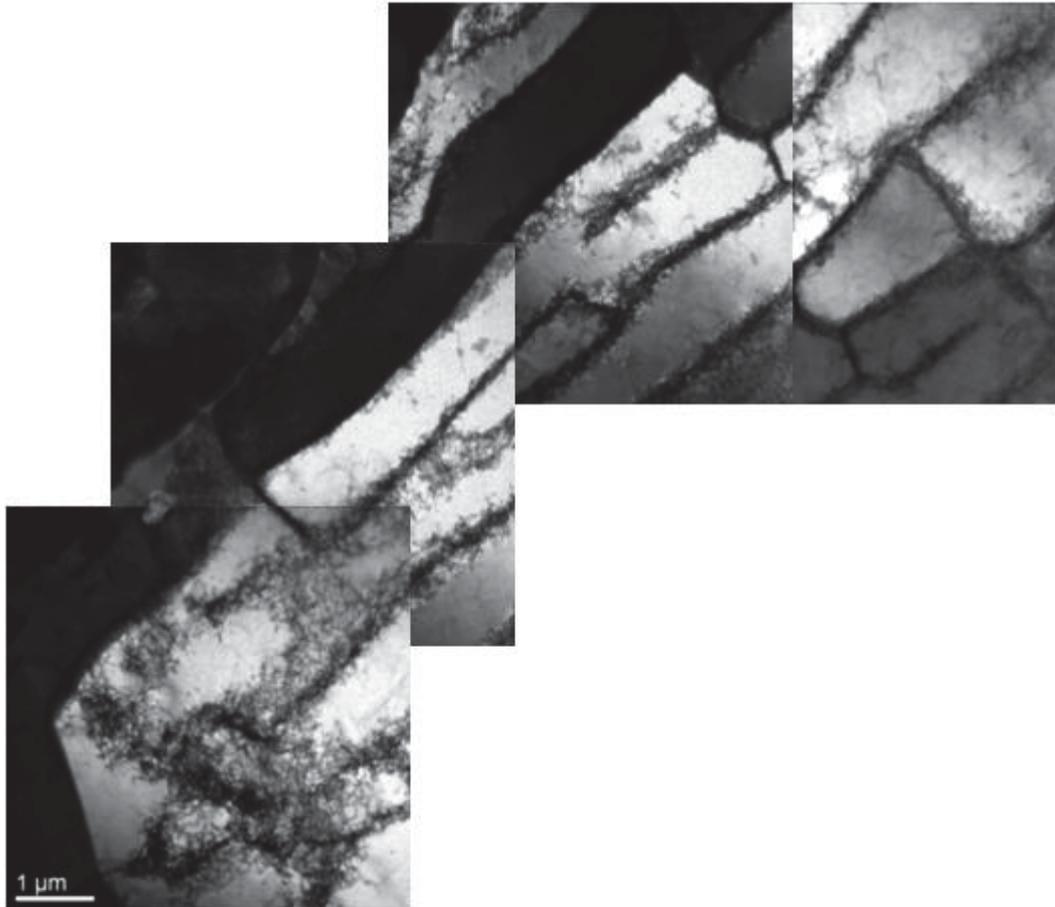


Figure III.25: Image MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 ED fatigué à ($\Delta\epsilon_t = 0.6\%$, $T = 20^\circ\text{C}$, $4 \cdot 10^{-3} \text{S}^{-1}$), montrant les cellules de dislocation.

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

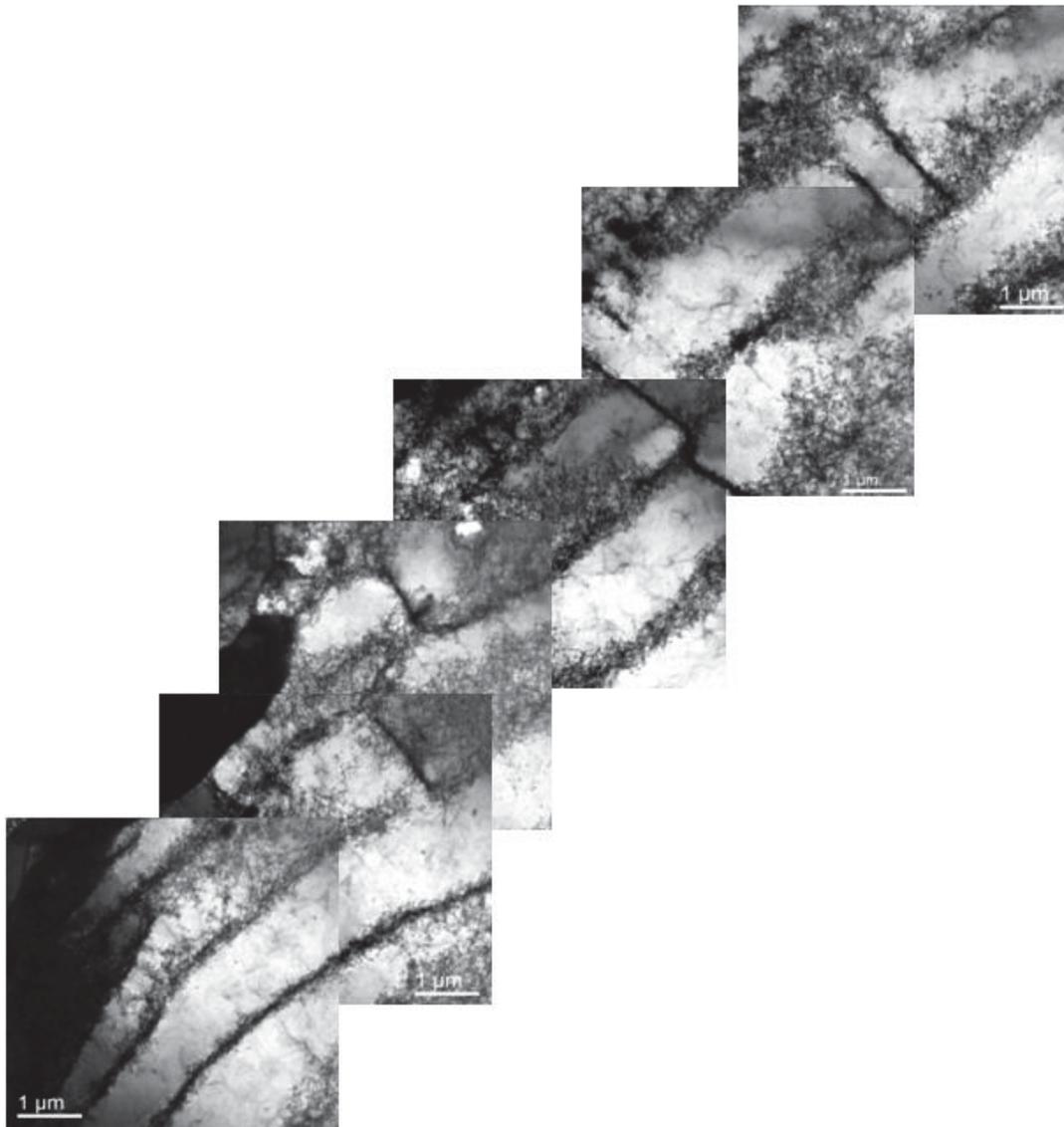


Figure III.26: Images MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 ED rompu par fatigue à $\Delta\varepsilon_t = 0.6\%$ - $T = 20^\circ\text{C}$ - $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ montrant la structure murs-canaux, avec les canaux très encombrés de dislocations

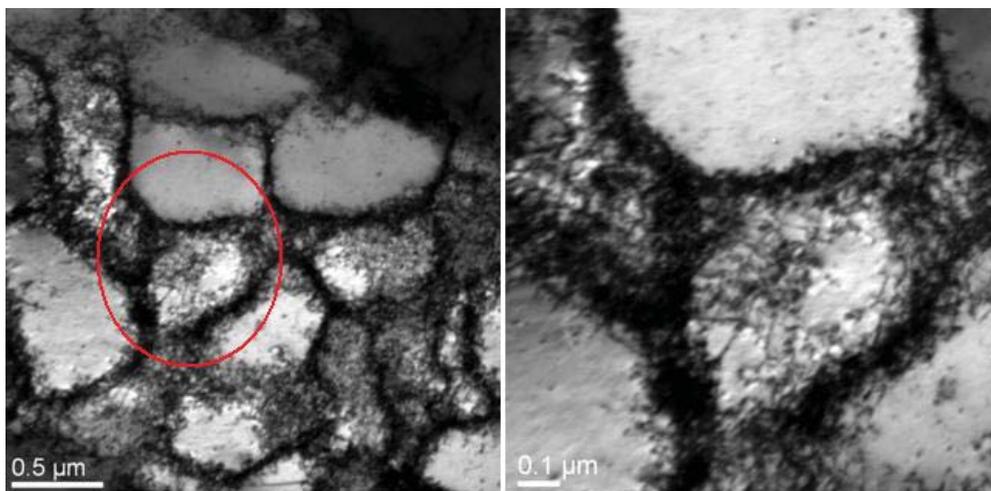


Figure III.27: Images MET d'un échantillon du Glidcop AL-15 TD rompu par fatigue à $\Delta\varepsilon_t = 0\%$ - $T = 300^\circ\text{C}$ - $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ montrant les cellules de dislocation en cours de formation

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

5.4 Boucles d'hystérésis

L'analyse du premier cycle et de la boucle d'hystérésis à mi-durée de vie (évolution au cours du cyclage) nous apportera de nouveaux éléments qui nous aiderons dans la compréhension de la différence du comportement entre la matrice du cuivre et le Glidcop AL-15. La figure III 28 et III 29 (a) représentent l'évolution de la première boucle d'hystérésis et celle à mi-durée de vie du cuivre OFHC (a) recuit, (b) écroui et du Glidcop AL-15 ED. En revanche la figure III 29 (b) illustre la comparaison des boucles à mi-durée de vie des trois matériaux.

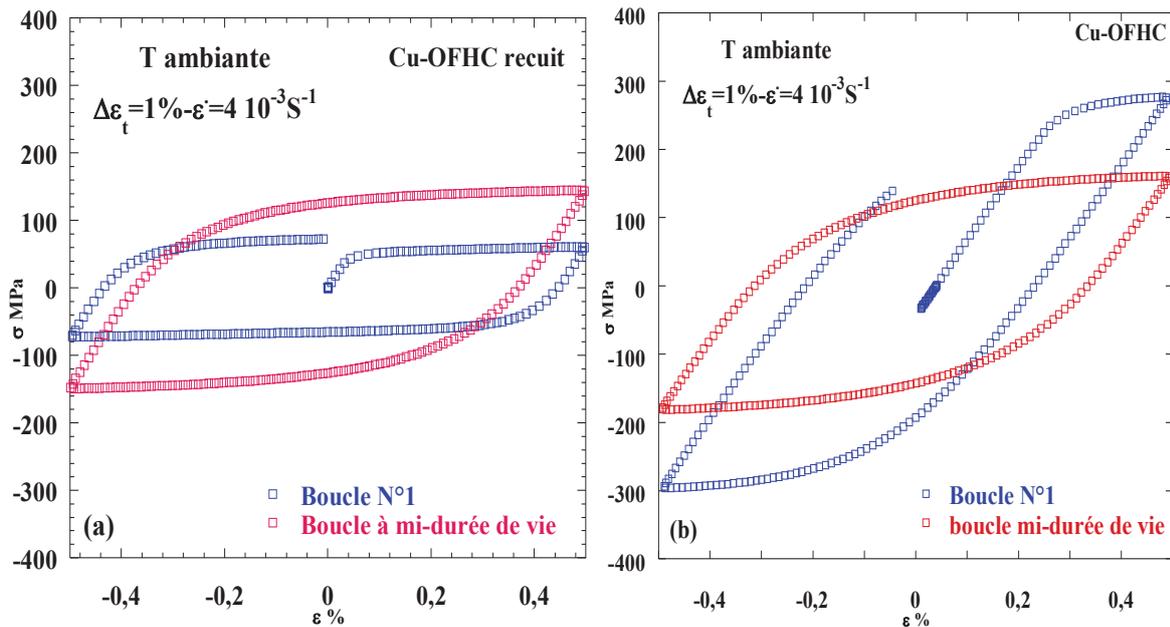


Figure III.28: Evolution des boucles d'hystérésis du CU-OFHC :a) recuit ;b) écroui

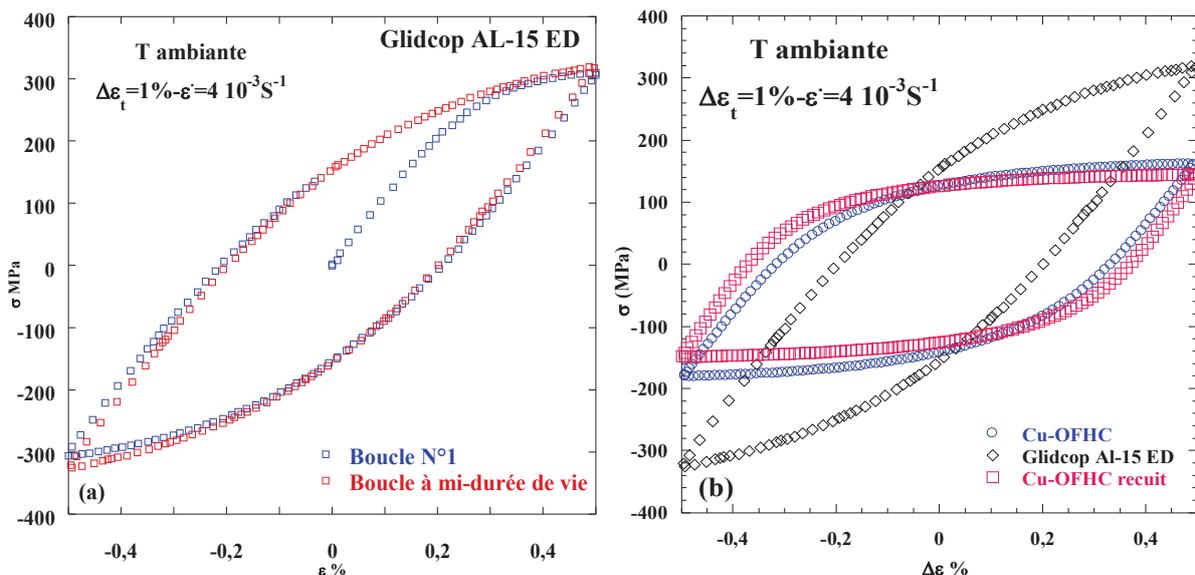


Figure III.29: Evolution des boucles d'hystérésis : a) du Glidcop AL-15 ED ;b) comparaison des 3 matériaux

Chapitre III : Mécanismes d'endommagement

Dans le cas du Glidcop AL-15, au début de l'essai de fatigue, la densité de dislocations augmente par un mécanisme de contournement des précipités (Figure III.30). Lorsque le processus de contournement s'est étendu à l'ensemble du grain, l'état de saturation est atteint. Il correspond à une microstructure caractérisée par des enchevêtrements de dislocations entourant les fines précipités d' Al_2O_3 .

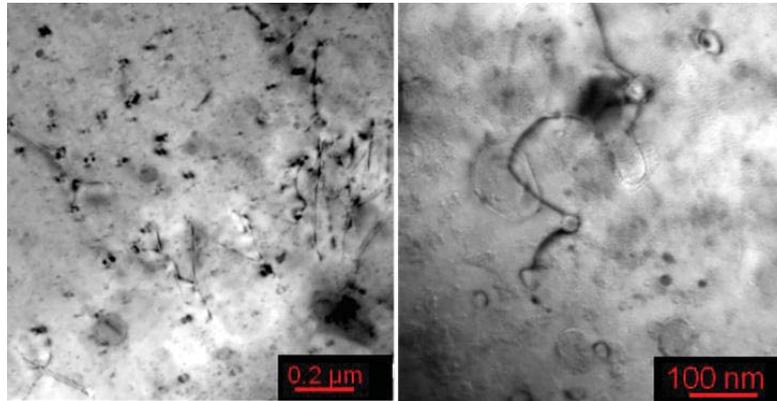


Figure III.30: Images MET montrant le mouvement de dislocation bloqué par les fine dispersions d'alumine du Glidcop AL-15

Le durcissement cyclique où les niveaux de contrainte augmentent et les déformations plastiques diminuent, cas du cuivre OFHC recuit (Figure III.27) peut être expliqué par :

- l'existence d'une matrice très pauvre en dislocations avant fatigue
- la production de dislocations,
- les interactions entre dislocations mobiles
- la mise en place d'une structure de dislocations, murs-canaux puis cellules.

L'adoucissement cyclique où les niveaux de contrainte diminuent et les déformations plastiques augmentent, cas du cuivre OFHC écroui (Figure III.28) peut être expliqué par :

- l'existence d'une matrice contenant une densité de dislocations élevée avant fatigue
- le mouvement difficile de ces dislocations préexistantes
- l'annihilation de dislocations et par suite la diminution de la densité de ces dislocations
- le glissement accru de ces dislocations et leur réarrangement.

La présence des particules d' Al_2O_3 permet en outre l'amélioration des caractéristiques mécaniques comparées au cuivre OFHC. Elles agissent comme de solides obstacles au mouvement des dislocations (Figure III.30) mais ne modifient pas de manière évidente le mode de glissement

Chapitre IV :

Comportement en fatigue oligocyclique

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Sommaire

Introduction	90
1 Protocole expérimental.....	90
2 Fatigue isotherme	91
2.1 Comportement cyclique isotherme	91
2.1.1 Glidcop AL-15-ED.....	91
2.1.2 Glidcop AL-15-TD.....	96
2.1.3 Le cuivre OFHC	98
3 Comparaison avec la littérature.....	102
3.1 Prédiction de la durée de vie en fatigue	103
4 Effet de l'environnement.....	105
5 Effet du temps de maintien.....	107
6 Oxydation.....	109
Conclusion.....	110

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est de comprendre le comportement en fatigue de chacun des matériaux constitutifs du Crotch absorbeur :

- le Glidcop AL-15, matériau qui reçoit les rayons X et donc qui s'endommage et conduit à la ruine du Crotch absorbeur
- le cuivre –OFHC recuit qui constitue la matrice du Glidcop AL-15, et le cuivre-OFHC dans l'état de réception (écroui) qui possède une limite d'élasticité rivalisant avec le Glidcop AL-15

Ce sont les performances du Glidcop AL-15 à haute température qui doivent être atteintes techniquement, et donc le comportement à haute température du Glidcop AL-15 sera étudié en détail. Chacun des matériaux pris séparément sera testé en fatigue, les résultats obtenus pour ces différents matériaux seront présentés.

1 Protocole expérimental

Les essais sont réalisés en contrôlant la déformation de l'éprouvette. Les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre fixé sur des tiges de renvoi placées à l'extérieur du four. Ce dispositif (détaillé dans le chapitre II) nous permet d'avoir la durée de vie du matériau car aucun amorçage précoce ne se produit puisque les couteaux de l'extensomètre ne sont pas en contact direct avec l'éprouvette. Les essais sont contrôlés en déformation totale imposée. Le signal imposé est triangulaire avec un rapport des déformations $R_{\epsilon} = -1$ et les vitesses de déformation sont 10^{-2} s^{-1} , 4.10^{-3} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} .

Les échantillons ont été chauffés dans un four conventionnel ou un four à lampes halogènes. La température de l'éprouvette est mesurée grâce à un thermocouple enroulé autour de la surface utile de l'éprouvette. Le comportement du Glidcop AL-15 est étudié en régime isotherme. Trois températures sont choisies : température ambiante, 300°C et 600°C. Ces températures correspondent à peu près aux limites basse, moyenne et haute du cycle de fatigue thermique reçu par le Crotch absorbeur.

La surface des éprouvettes est finement polie avec du papier SiC et terminée avec un polissage électrolytique (voir procédure au chapitre I).

La durée de vie est déterminée comme étant le nombre de cycles nécessaire pour que l'amplitude de contrainte chute de 25% par rapport à la variation de contrainte stabilisée $\Delta\sigma_a$.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

2 Fatigue isotherme

2.1 Comportement cyclique isotherme

2.1.1 Glidcop AL-15-ED

Les courbes d'accommodation cyclique du Glidcop AL-15-ED à température ambiante, 300°C et 600°C en fonction du nombre de cycles sont reportées en échelle logarithmique sur les Figures IV.1, IV.2 et IV.3 (a) tandis que les courbes de comportement cyclique en fonction de la fraction de la durée de vie sont reportées en échelle linéaire dans les Figures IV.1, IV.2 et IV.3 (b) respectivement.

A déformation totale imposée cyclique, la réponse du Glidcop AL-15-ED présente un durcissement modéré au tout début de l'essai et puis une phase de stabilisation. Une chute de contrainte est observée avant la rupture. L'accommodation cyclique occupe environ 5% de la durée de vie, pendant lesquels le matériau se durcit. Durant la majeure partie de sa durée de vie, le matériau a un comportement quasi stabilisé. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide et occupe moins de 2% de la durée de vie.

A température ambiante, la vitesse de déformation a peu d'incidence tant sur l'allure des courbes que sur la valeur des contraintes. En revanche, à 300°C, les essais réalisés à 10^{-4}s^{-1} présentent des valeurs de contraintes beaucoup plus faibles que pour les essais à plus forte vitesse de déformation.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

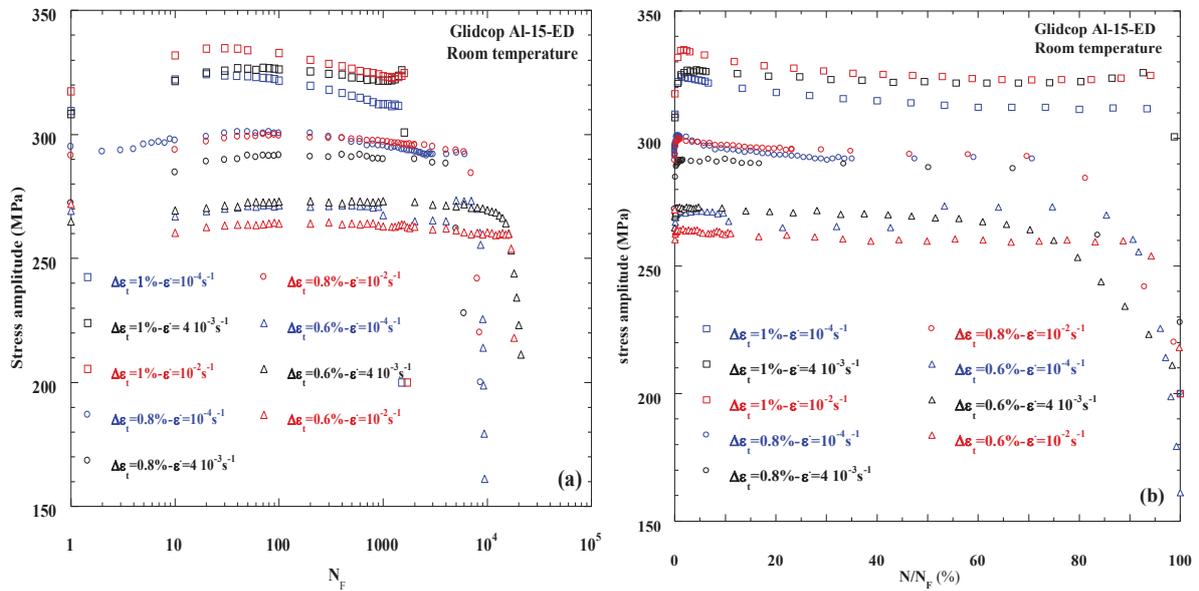


Figure IV.1: Courbes d'accommodation cyclique à température ambiante du Glidcop AL-15-ED : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

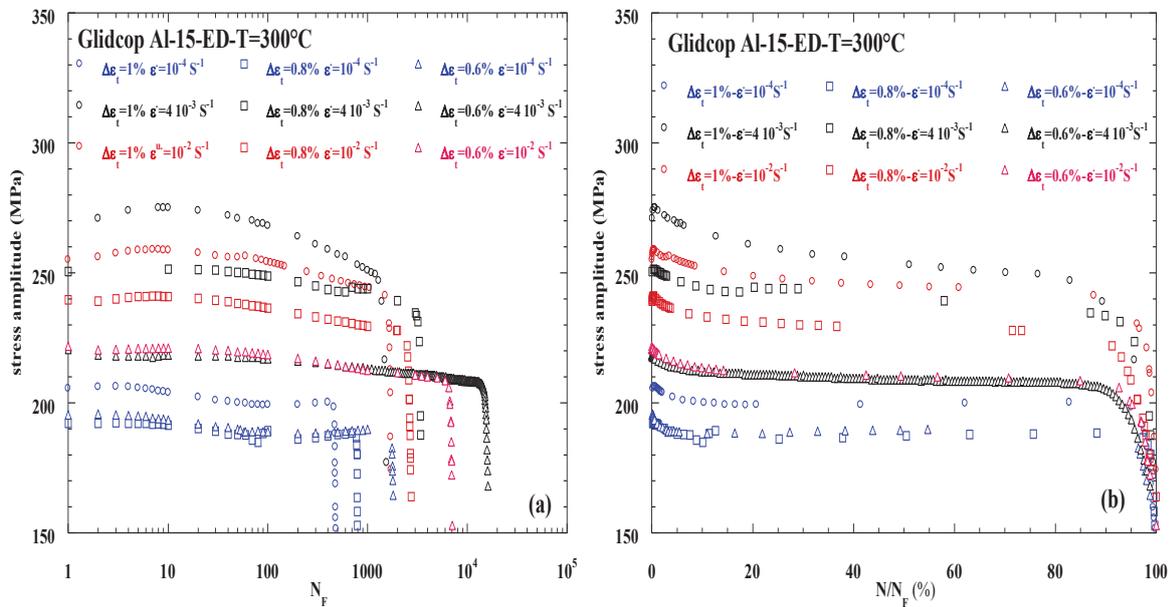


Figure IV.2: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^\circ C$ du Glidcop AL-15-ED: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

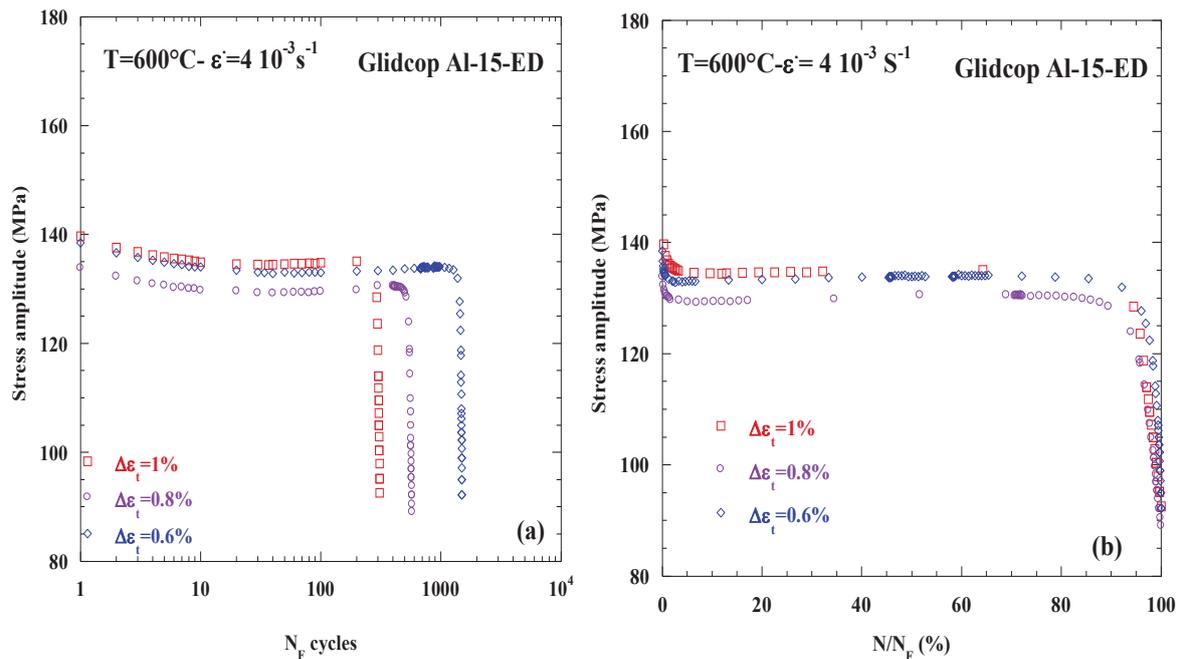


Figure IV.3 : Courbes d'accommodation cyclique à $T=600^{\circ}\text{C}$ du Glidcop AL-15-ED: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

a- Résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue, évolution de la durée de vie en fonction des déformations, dite courbes de Manson- Coffin sont reportées dans la Figure IV.4. L'amplitude de déformation plastique $\Delta\epsilon_p/2$ est mesurée sur les boucles d'hystérésis stabilisées des essais de caractérisation du Glidcop AL-15-ED.

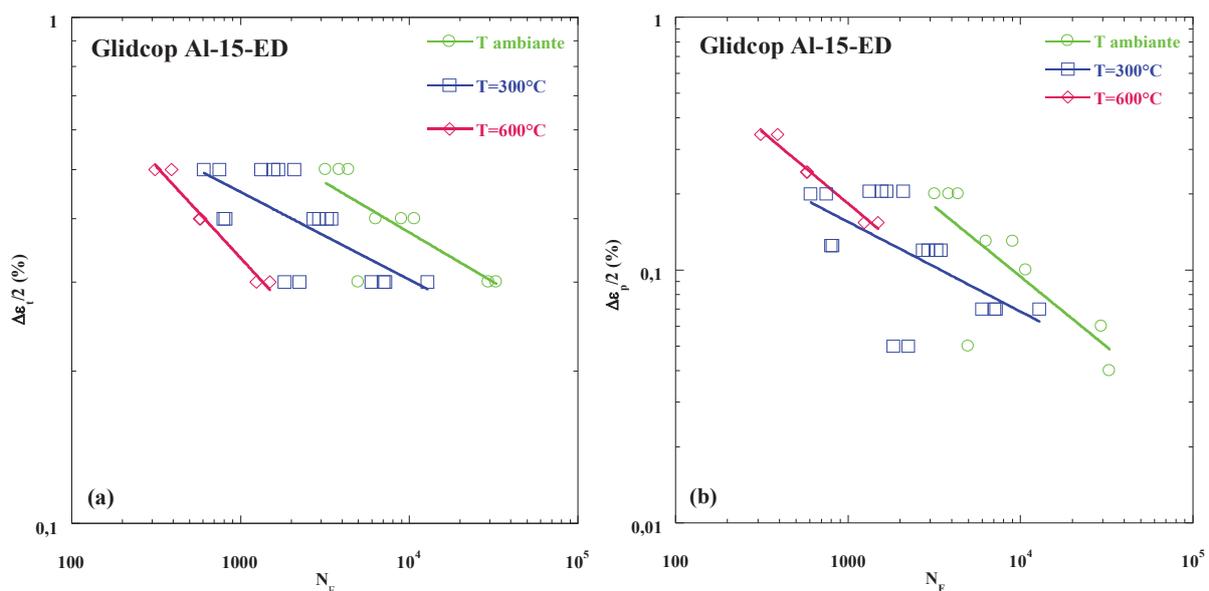


Figure IV.4: Ecrouissage cyclique à différentes température du Glidcop AL-15-ED ; a) fonction de l'amplitude de la déformation totale ; b) fonction de l'amplitude de la déformation plastique.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

L'effet de température est clairement visible sur ces courbes. Plus la température est élevée, plus faible est la durée de vie en fatigue. Cet effet est particulièrement visible sur le diagramme $\Delta\varepsilon_t = f(N_r)$ mais moins sur le diagramme $\Delta\varepsilon_p = f(N_r)$. Sur cette dernière courbe, la différence est moins flagrante entre les essais réalisés à 300°C et ceux réalisés à 600°C. Deux raisons peuvent expliquer cette faible différence : (i) la gamme des variations de déformation plastique n'est pas tout à fait la même (ii) les mécanismes de plasticité et d'endommagement sont différents, faisant intervenir à 600°C de la montée de dislocations et des mécanismes type fluage. Les valeurs des coefficients de Manson-Coffin sont reportées dans les Tableaux IV.1 et IV.2 en fonction de $\Delta\varepsilon_t/2$ et $\Delta\varepsilon_p/2$ respectivement.

Tableau IV.1: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de la l'amplitude de la déformation totale du Glidcop AL-15-ED

	T ambiante	T=300°C	T=600°C
ε'_f	23	1.49	4.08
C	-0.19	-0.17	-0.36

Tableau IV.2: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation plastique du Glidcop AL-15-ED

	T ambiante	T=300°C	T=600°C
ε'_f	15.72	1.8	9.43
C	-0.55	-0.35	-0.57

La courbe de résistance à la fatigue représentant la durée de vie en fonction de l'amplitude de contrainte stabilisée à mi-durée de vie, encore appelée pseudo-Wöhler, sont reportées Figure IV.5. Les valeurs des coefficients de la courbe pseudo-Wöhler sont précisées dans le tableau IV.3.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

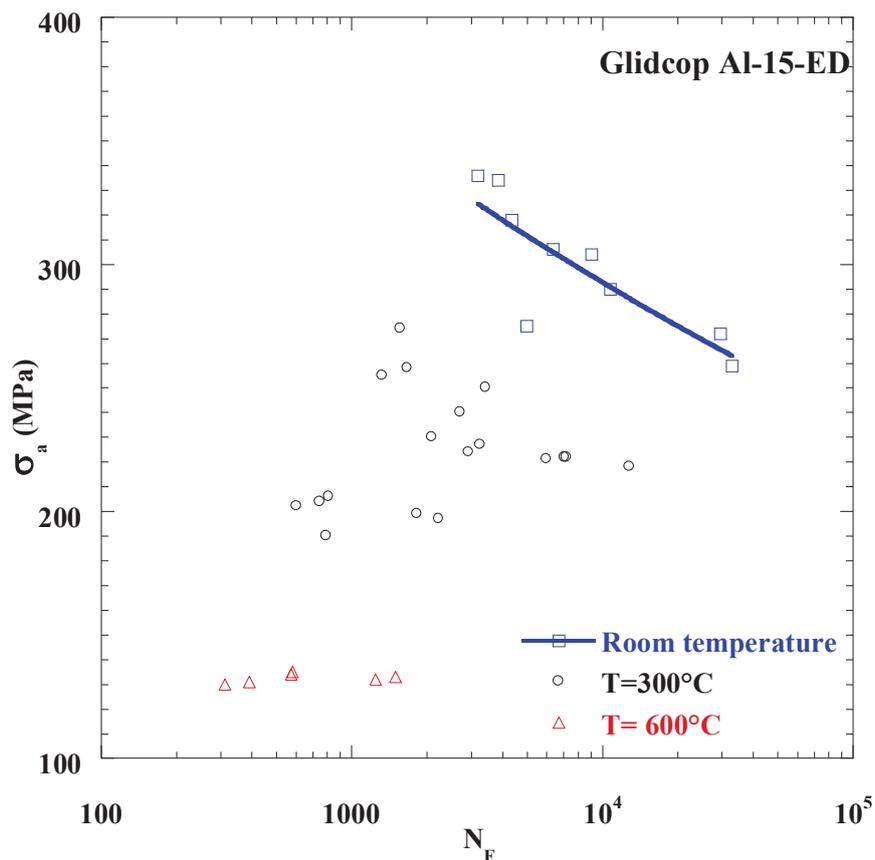


Figure IV.5: Courbes de résistance à la fatigue à différentes températures du Glidcop AL-15-ED en fonction de la contrainte stabilisée.

Tableau IV.3: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Glidcop AL-15-ED.

	T ambiante	T=300°C	T=600°C
<i>K</i>	670.9	-	-
<i>C</i>	-0.09	-	-

Une forte dispersion est relevée pour les essais à 300 °C même si l'on observe deux familles de comportement. A 600°C, une même valeur de contrainte est associée à différentes valeurs de durée, traduisant le même effet qu'exposé précédemment.

En revanche pour les essais à température ambiante tous les points expérimentaux suivent une bonne tendance linéaire.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

2.1.2 Glidcop AL-15-TD

Nous avons réalisé des essais de fatigue sur le Glidcop AL-15-TD à températures ambiante et à $T=300^{\circ}\text{C}$, sous une vitesse de déformation $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et trois variations de déformation totale imposés $\Delta\varepsilon_t = 1\%, 0.8\%$ et 0.6% . Les courbes d'accommodation cyclique à température ambiante et 300°C en fonction du nombre de cycles sont reportées en échelle logarithmique sur les Figure IV.6 et IV.7 (a) tandis que les courbes de comportement cyclique en fonction de la fraction de la durée de vie sont reportées en échelle linéaire dans les Figures IV.6 et IV.7 (b) respectivement.

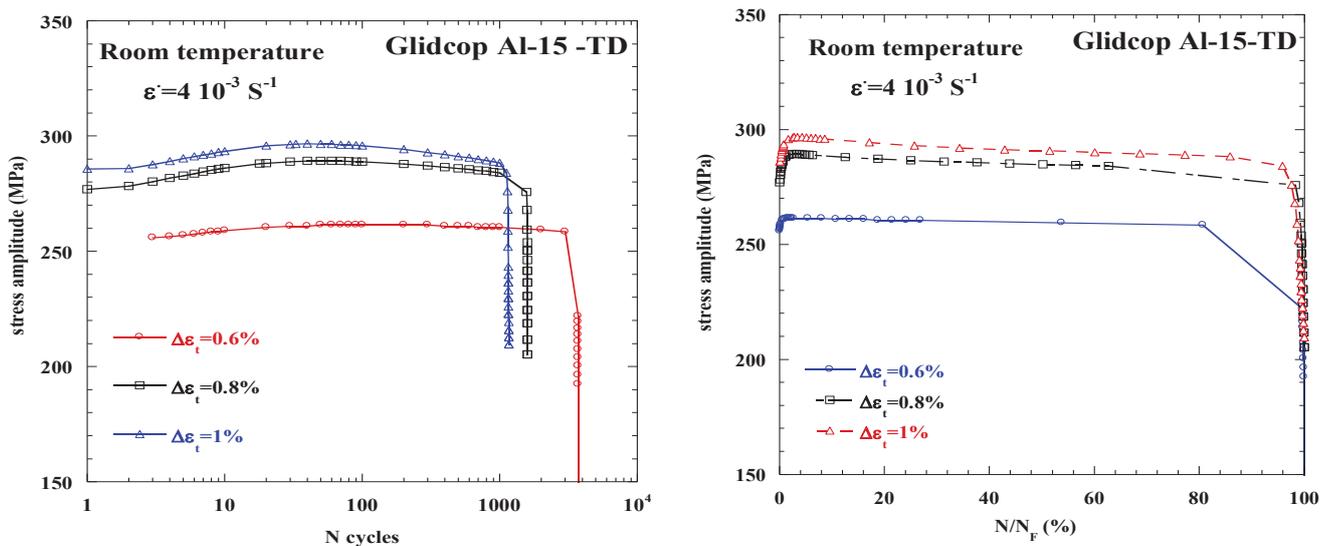


Figure IV.6: Courbes d'accommodation cyclique à Température ambiante du Glidcop AL-15-TD: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie

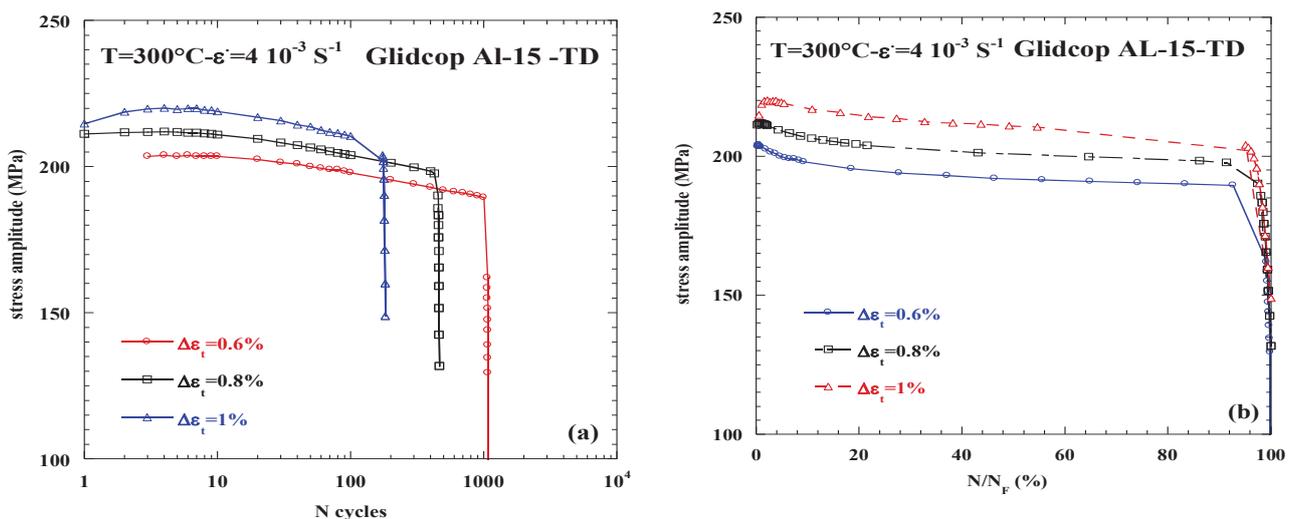


Figure IV.7: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^{\circ}\text{C}$ du Glidcop AL-15-TD: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de fraction de la durée de vie

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

L'effet de la température est de réduire la valeur de la contrainte cyclique (à variation de déformation imposée identique) et de réduire la durée de la phase de durcissement cyclique.

a- Résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue, évolution de la durée de vie en fonction des déformations, dite courbe de Manson- Coffin sont reportées dans la Figure IV.8(a). L'amplitude de déformation plastique $\Delta\varepsilon_p/2$ est mesurée sur les boucles d'hystérésis stabilisées des essais de caractérisation du Glidcop AL-15-TD. La courbe de résistance à la fatigue en fonction de la contrainte stabilisée ou de l'amplitude des contraintes à mi-durée de vie, ou pseudo-Wöhler, sont reportées Figure IV.8(b).

L'effet de température est clairement visible sur ces courbes. Plus la température est élevée, plus faible est la durée de vie en fatigue. Cet effet est particulièrement visible sur le diagramme $\Delta\varepsilon_t = f(N_r)$ mais moins sur le diagramme $\Delta\varepsilon_p = f(N_r)$. Sur cette dernière courbe la gamme de déformation plastique varie selon la température d'essai.

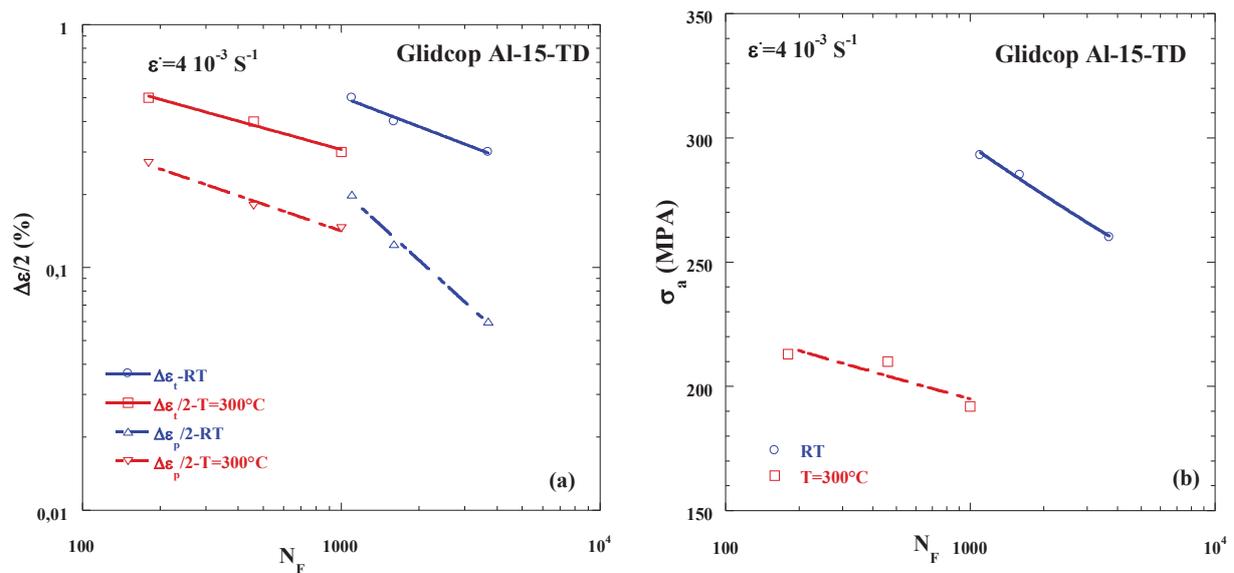


Figure IV.8: Ecrouissage cyclique à différentes températures du du Glidcop AL-15-TD: a) de la déformation imposée, b) en fonction de la contrainte stabilisée.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Les valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de $\Delta\varepsilon_p/2$ et ceux de la courbe pseudo-Wöhler sont reportées dans les Tableaux IV.4 et IV.5 respectivement.

Tableau IV.4: Les valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation plastique du Glidcop AL-15-TD

	T ambiante	T=300°C
ε'_f	174.28	1.76
c	-0.97	-0.36

Tableau IV.5: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Glidcop AL-15-ED

	T ambiante	T=300°C
K	594	293
C	-0.1	-0.6

2.1.3 Le cuivre OFHC

Le cuivre OFHC recuit présente un durcissement très soutenu durant les 5 premiers pourcents de la durée de vie et se stabilise ensuite, puis une chute de contrainte est observée avant la rupture. La période de stabilisation de la contrainte représente 85% de la durée de vie. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide et occupe moins de 2% de la durée de vie (Figure IV.9(b)). Contrairement au cuivre recuit, le cuivre OFHC écroui présente un adoucissement très marqué durant les 10 premiers pourcents de la durée avant d'atteindre une période stabilisation. (Figure IV.10(a)).

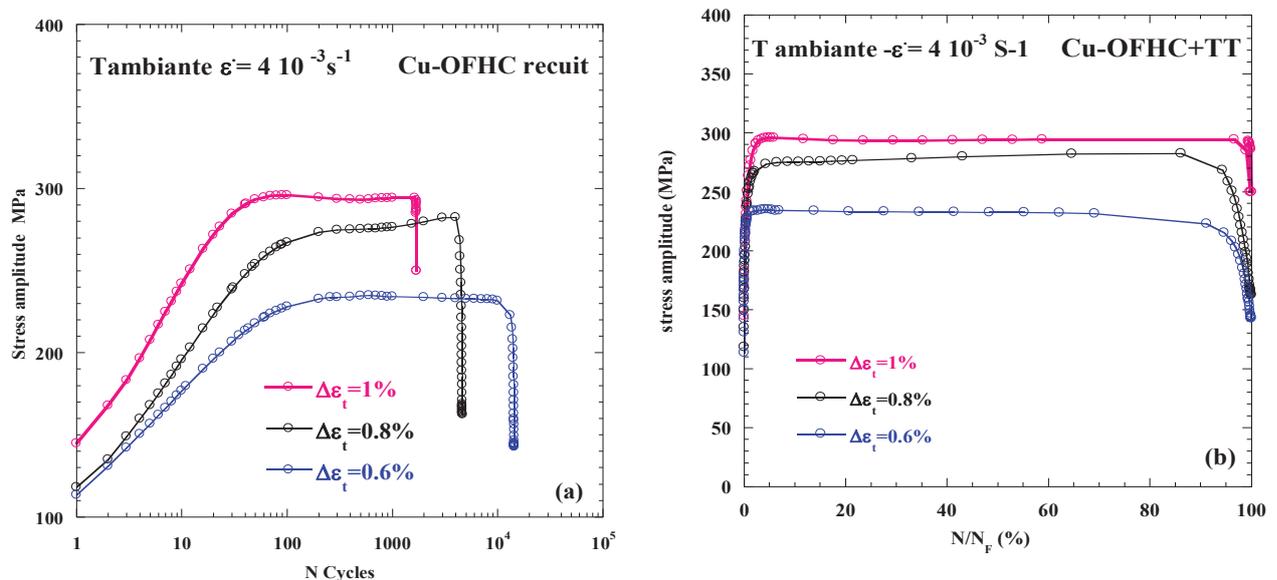


Figure IV.9: Courbes d'accommodation cyclique à T=20°C de CU-OFHC recuit : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

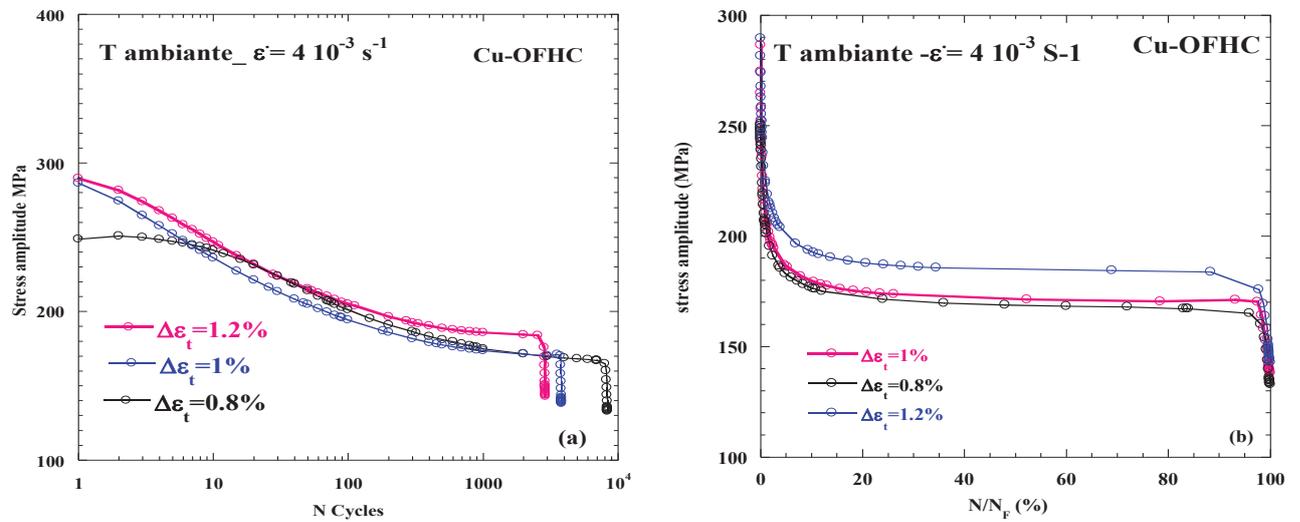


Figure IV.10: Courbes d'accommodation cyclique à température ambiante de CU-OFHC: a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

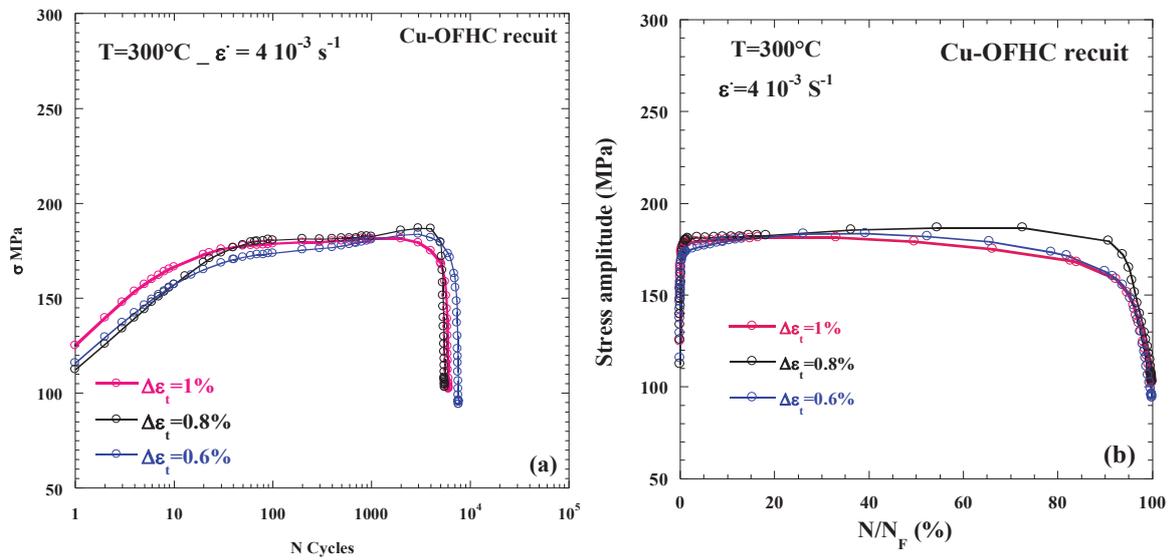


Figure IV.11: Courbes d'accommodation cyclique à T=300°C de CU-OFHC recuit : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

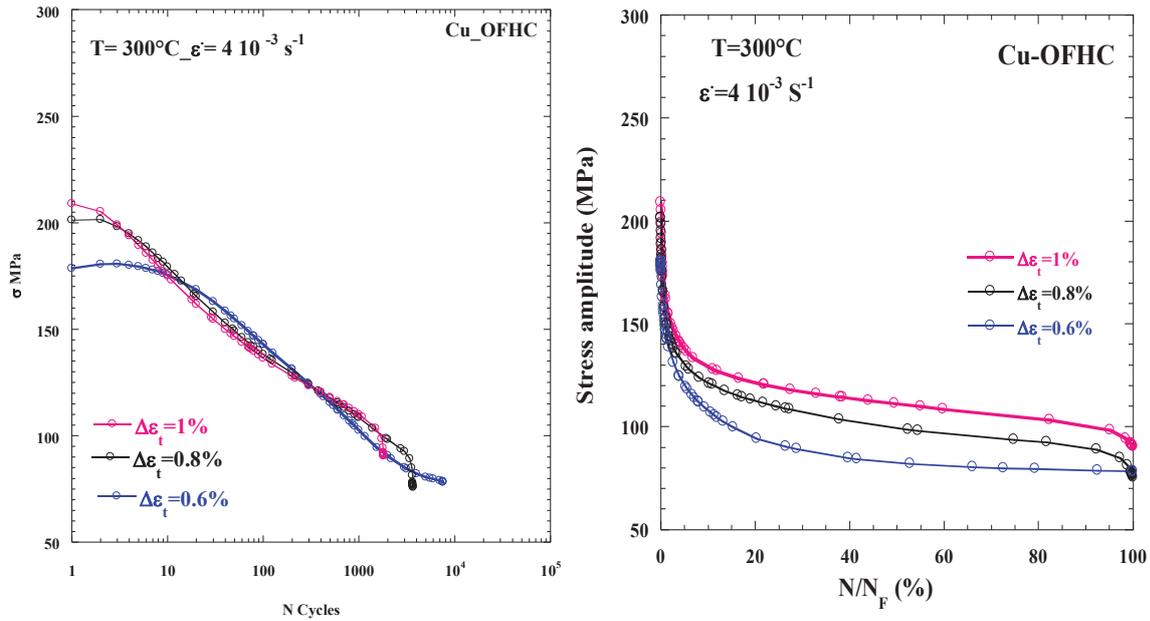


Figure IV.12: Courbes d'accommodation cyclique à $T=300^{\circ}\text{C}$ de CU-OFHC écroui : a) en fonction du nombre de cycles, b) en fonction de la fraction de la durée de vie (%)

a- Résistance à la fatigue

Les courbes de résistance à la fatigue, évolution de la durée de vie en fonction de l'amplitude de déformation totale $\Delta\epsilon_t/2$ sont reportées dans la Figure IV.13 (a). La courbe de résistance à la fatigue en fonction de la contrainte stabilisée ou de l'amplitude des contraintes à mi-durée de vie, ou pseudo-Wöhler, sont reportées Figure IV.13(b).

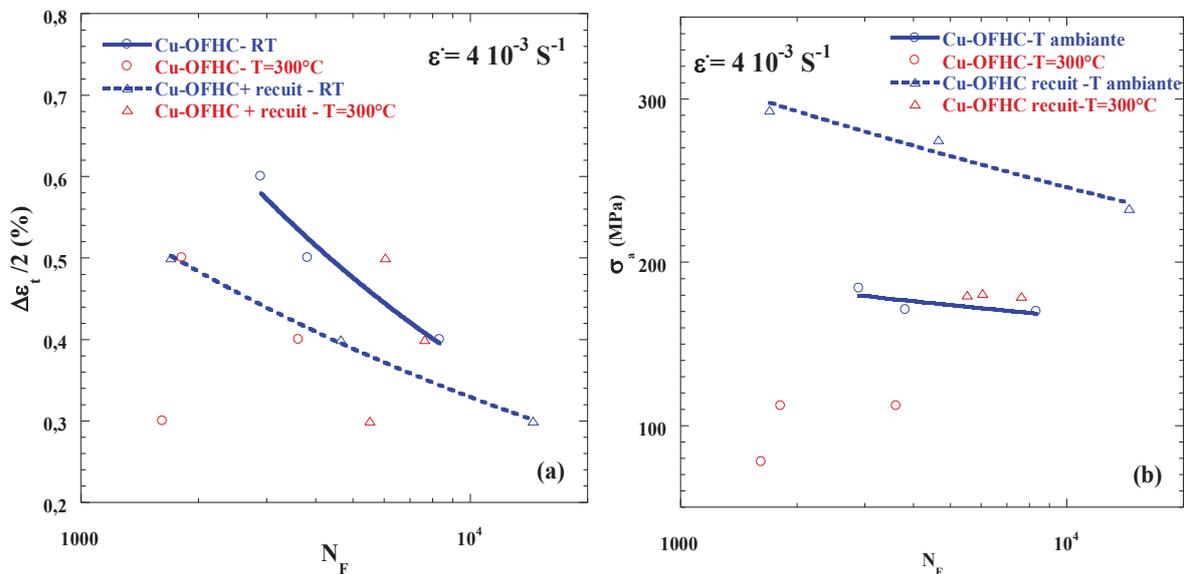


Figure IV.13: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température du Cu-OFHC : a) de la déformation totale imposée, b) en fonction de la contrainte stabilisée.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Les valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de $\Delta\varepsilon_f/2$ et ceux de la courbe pseudo-Wöhler du Cu-OFHC + recuit et Cu-OFHC écroui sont reportées dans les Tableaux IV.6 et IV.7 respectivement.

Tableau IV.6: Valeurs des coefficients de Manson-Coffin en fonction de l'amplitude de la déformation totale du Cu-OFHC à température ambiante.

	Cu-OFHC	Cu-OFHC + recuit
ε'_f	10.44	2.97
c	-0.36	-0.23

Tableau IV.7: Valeurs des coefficients de pseudo-Wöhler du Cu-OFHC à température ambiante.

	Cu-OFHC	Cu-OFHC + recuit
K	290.5	663.5
C	-0.06	-0.1

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

3 Comparaison avec la littérature

Zinkle [1] a examiné les propriétés thermiques et mécaniques des alliages de cuivre utilisés pour des composants structurels qui reçoivent des flux de chaleur élevés. Le cuivre renforcé par nanoparticules d'alumine, $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$, possède la meilleure combinaison de conductivité thermique et de caractéristiques mécaniques à température ambiante.

Après une exposition prolongée à des températures supérieures à 400°C , les alliages ODS cuivre $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ sont résistants à l'adoucissement en raison de leurs très faibles tailles de particules d'oxyde et de leurs écrouissages (entre 30% et 80%) comme le montre la figure IV.14. La plupart de ces données ont été obtenues sur Glidcop AL-15 et Al-20.

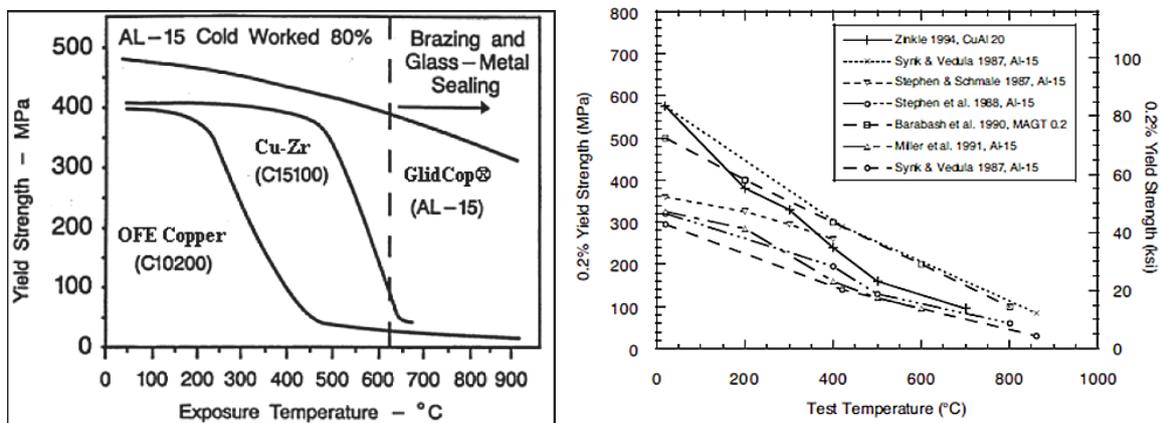


Figure IV.14: Influence de la température sur la limite d'élasticité de $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ [2-8].

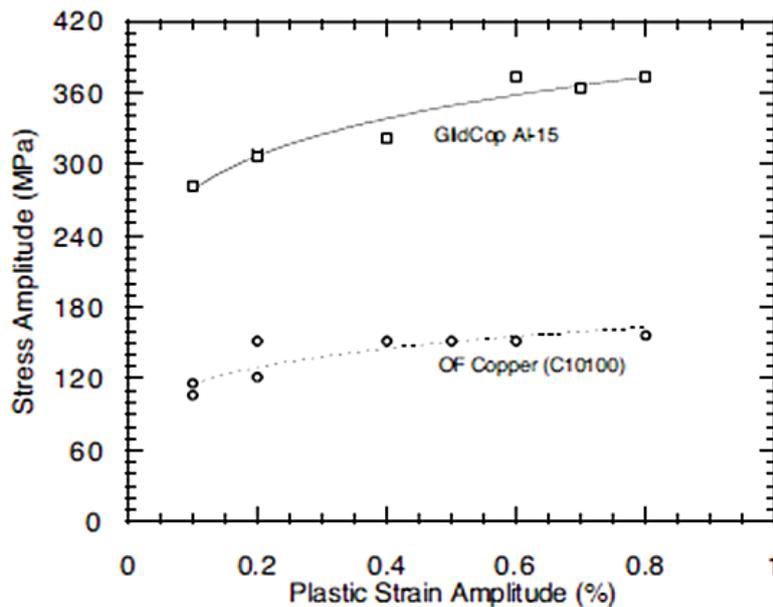


Figure IV.15: Courbes cycliques de contrainte-déformation des alliages de cuivre à température ambiante [9,10].

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Les résultats de nombreux essais cycliques réalisés sur le cuivre OFHC et le Glidcop AL-15 à température ambiante sont tracés dans la figure IV.13. Nos résultats sont en parfait accord avec ceux de la littérature.

Tous les travaux antérieurs sur le comportement en fatigue du Glidcop montrent également que cet alliage est stable à température ambiante et à température moyenne (Figure IV.16).

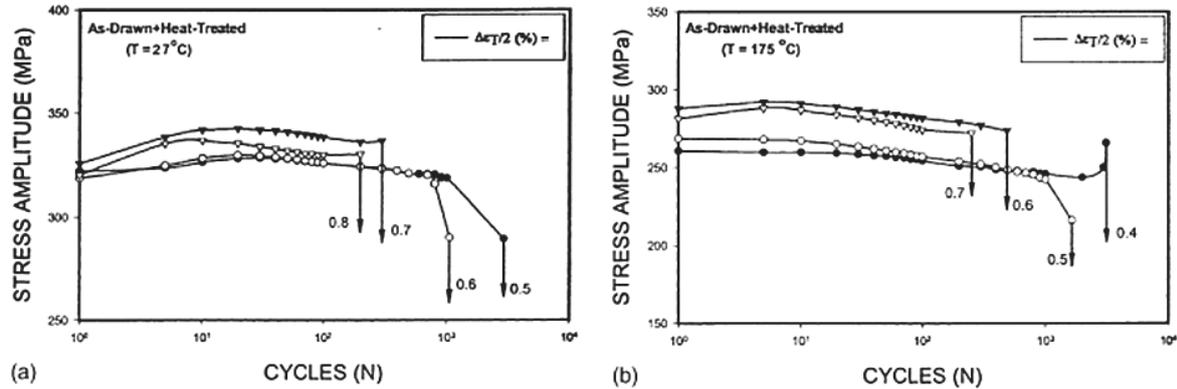


Figure IV.16: Courbes d'accommodation cyclique du Glidcop AL-15 itéré + recuit en fonction du nombre de cycles: a) à température ambiante, b) à T=175°C [11].

3.1 Prédiction de la durée de vie en fatigue

D'après les résultats de *Nix et Gibeling* sur un alliage de cuivre ODS les valeurs du coefficient de ductilité en fatigue ϵ'_f est d'environ -0.56 et C l'exposant de ductilité en fatigue est de -0.6 [11] ce qui est en parfait accord avec nos résultats.

Les figures IV.15 et IV.16 représentent la comparaison entre les courbes de résistance à la fatigue du cuivre OFHC + recuit, cuivre OFHC écroui, le Glidcop AL-15 ED et le Glidcop AL-17 TD.

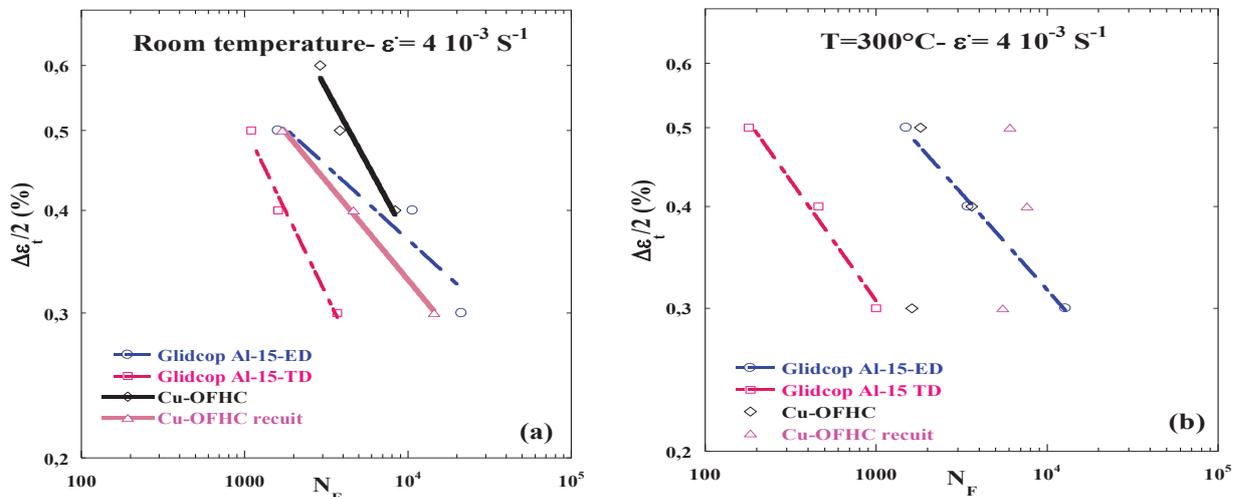


Figure IV.17: Courbes de résistance à la fatigue à différentes températures des quatre matériaux : a) de la déformation totale imposée, b) de la déformation plastique.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

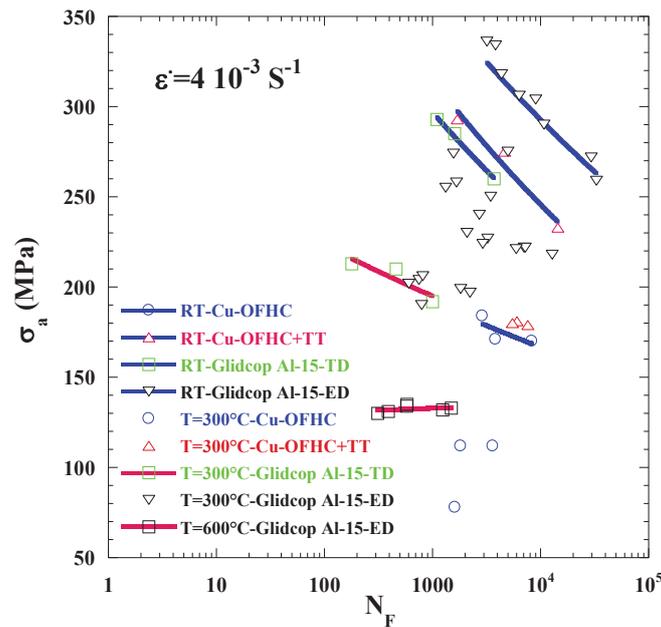


Figure IV.18: Courbes de résistance à la fatigue à différentes température des quatre matériaux en fonction de la contrainte stabilisée

Les résultats de la littérature portant sur une comparaison similaire à la nôtre sont reportés sur les figures suivantes. La figure IV.19(a) représente les courbes de Manson-coffin du Glidcop AL-15 et du cuivre OFHC à température ambiante. Ces résultats mettent en évidence une meilleure résistance à la fatigue à température ambiante du Cu OFHC à partir du critère de Manson-Coffin. Ils masquent les effets de la contrainte.

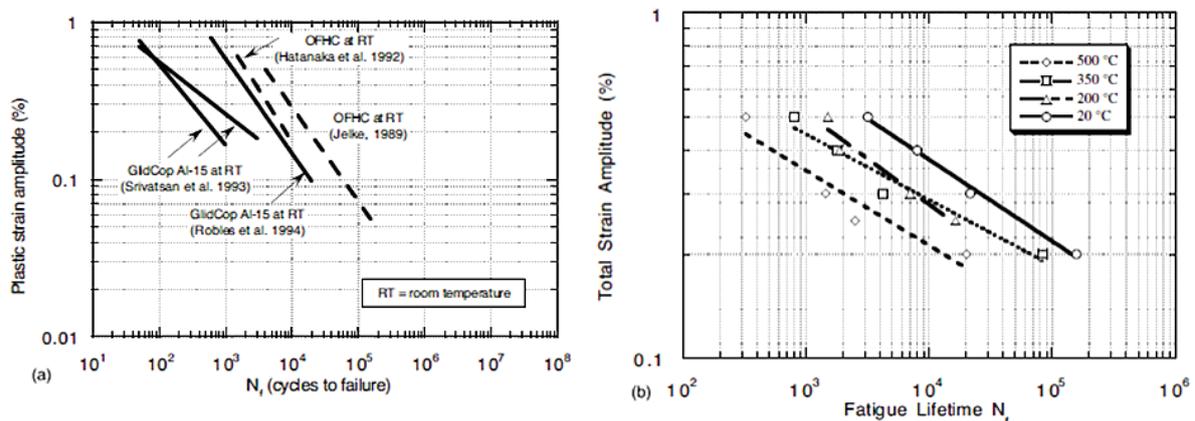


Figure IV.19: Courbes de résistance à la fatigue : a) du Glidcop AL-15 et du Cu-OFHC à température ambiante [13-16] b) Effet de température sur la durée de vie en fatigue du Glidcop AL-15 [17].

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

En revanche la figure IV.19 (b) représente les récents résultats d'expériences de flexion isothermes. Ces résultats mettent en évidence l'effet de la température sur la durée de vie qui est similaire avec ceux que nous avons trouvés.

Différents auteurs ont mesuré la durée de vie en fatigue de quelques alliages de cuivre parmi eux le Glidcop AL-15 à différentes températures. La figure IV.20 présente les résultats obtenus.

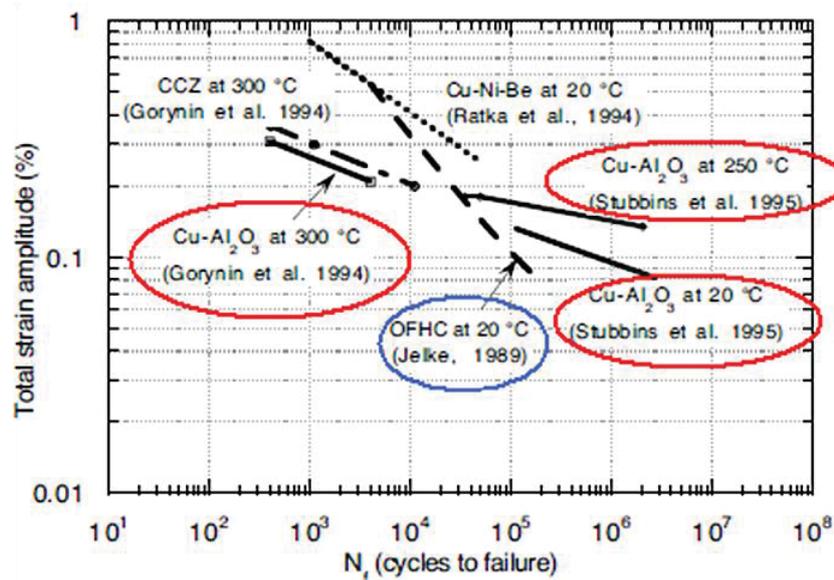


Figure IV.20: Durée de vie de quelque alliage de cuivre à différente température [15, 18, 19,20].

Ces résultats quantifient l'importance de l'effet de la température sur la diminution de la durée de vie en fatigue, ce qui rend la prédiction de la durée de vie en fatigue très compliquée surtout lorsque le chargement est à températures variables. En effet, les éprouvettes sont ici testées à température constante, ce qui est totalement différent du comportement du Crotch absorbeur qui reçoit un chargement thermique transitoire et instationnaire.

4 Effet de l'environnement

Le mouvement des dislocations dans les BGP engendre un approvisionnement en oxygène près de la surface. Cette *contamination* peut mener à la décohésion de la BGP avec la matrice et amorcer une fissure. L'oxydation joue donc un rôle important dans l'amorçage de fissure dans les BGP. Une atmosphère plus propice à l'oxydation est néfaste pour la durée de vie du matériau.

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Mendez et al. ont renforcé ces observations en procédant à des essais de fatigue sous vide sur des polycristaux de cuivre [21]. La durée de vie sous vide est beaucoup plus élevée que sous air.

Ces auteurs ont montré dans du cuivre sollicité en fatigue, que la fissuration sous air s'effectue dans les BGP à faible amplitude de déformation et dans les joints de grains, à haute amplitude. En revanche sous vide, l'amorçage des fissures s'effectue toujours aux joints de grains quel que soit le niveau de déformation imposé. La figure 92 regroupe la distribution des fissures secondaires à rupture du cuivre OFHC en fatigue sollicité sous air et sous vide.

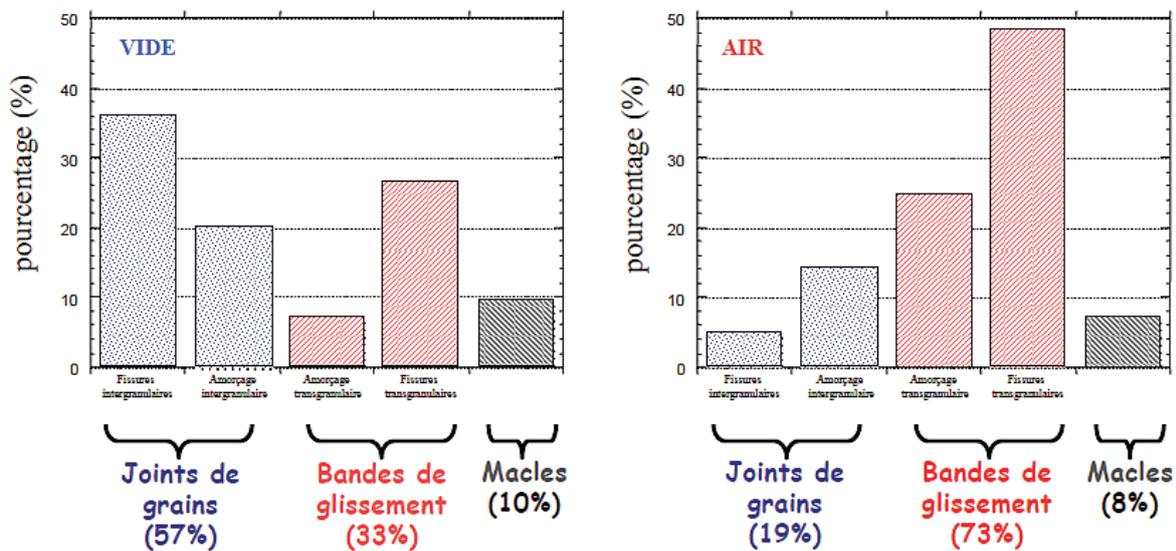


Figure IV.21: Distribution des fissures secondaires à rupture sous air et sous vide du cuivre OFHC [21]

Takahashi et al [22] ont montré que la durée de vie en fatigue du Glidcop AL-15 sous vide est plus grande que celle dans l'air. Sous vide il n'y a pas d'accélération de l'endommagement par oxydation. Un facteur de 2.5 est noté entre la durée de vie sous vide et sous air (figure IV.22).

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

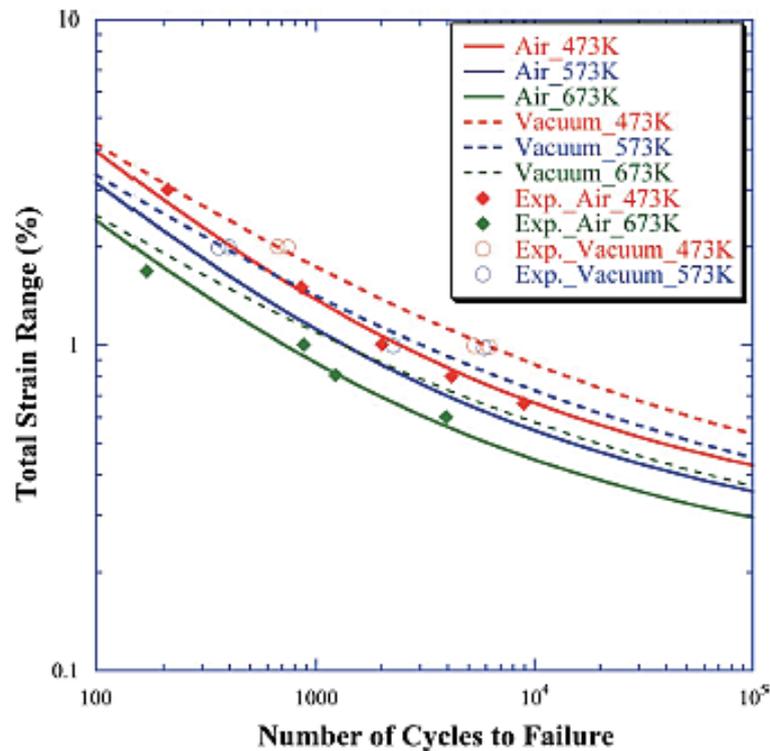


Figure IV.22: Résultats expérimentaux en fatigue du Glidcop AL-15 sous vide et sous air [22].

Dans notre thèse l'aspect de l'effet d'environnement n'a pas été abordé en profondeur, mais à l'aide d'essais de fatigue sous vide qui seront réalisés dans le futur proche, l'influence de l'environnement sur la durée de vie en fatigue pourra être étudiée.

Le Crotch absorbeur qui fait l'objet de cette thèse fonctionne sous un environnement d'ultravide (10^{-9} à 10^{-11} mbar). Donc, connaître la durée de vie du matériau constitutif, le Glidcop AL-15, sous ces conditions sera primordiale.

5 Effet du temps de maintien

A haute température lorsqu'on fait intervenir des temps de maintien, une chute des contraintes avec le temps est observée. Sur la figure IV.23 nous remarquons que le temps de maintien modifie la durée de vie du Glidcop AL-25 à température ambiante même avec un temps de 2 secondes [23].

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

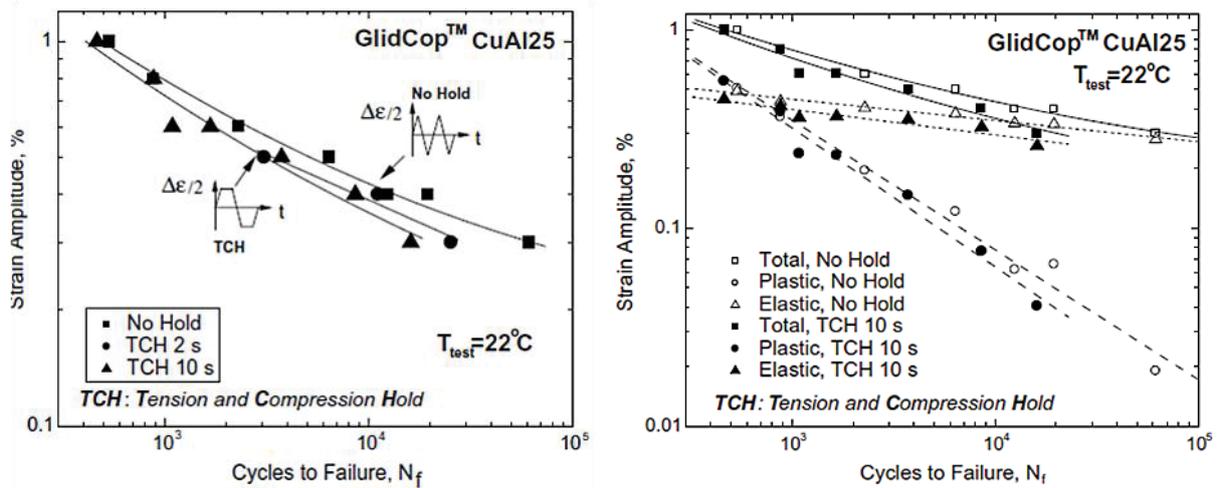


Figure IV.23: Effet du temps de maintien sur la résistance à la fatigue à température ambiante du Glidcop AL-25 [23].

Un temps de maintien de cinq minutes est utilisé pour les essais réalisés par la NASA sur un alliage de cuivre (1-1B) à 538°C. Ce temps de maintien de cinq minutes est soit en compression, ou soit en traction. La durée de vie se trouve très affectée par le temps de maintien en traction. Ces temps là sont avérés être beaucoup plus préjudiciables que ceux en compression car ils favorisent la propagation des fissures [24].

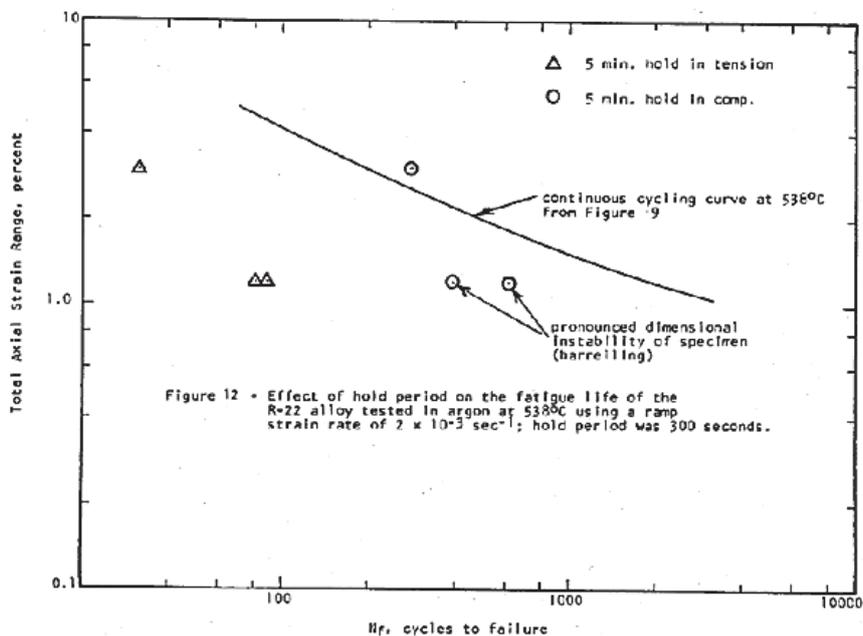


Figure IV.24: Effet du temps maintien en traction et en compression sur un alliage de cuivre [24].

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

6 Oxydation

Durant les essais de fatigue à hautes températures, nous avons remarqué la formation de deux couches d'oxyde (CuO et Cu_2O) sur la surface extérieure des éprouvettes du Glidcop AL -15. La durée de l'essai change en fonction de la vitesse et du taux de déformation imposés. Il s'avère alors, que l'effet combiné de l'oxydation et du temps, influent sur la durée de vie de l'éprouvette.



Figure IV.25: les couches d'oxyde qui se forme sur la surface des éprouvettes lors des essais à haute température.

Les durées des essais sont reportées sur le tableau IV.8.

Tableau IV.8: Durée des essais en fonction de la vitesse et de la variation de déformation total imposé.

		T : Ambiante		T=300°C		
$\Delta\epsilon_t$	$\dot{\epsilon}$	N_F	Temps h	$\dot{\epsilon}$	N_F	Temps h
1%	10^{-2}s^{-1}	1769	0.98	10^{-2}s^{-1}	1672	0.92
	4.10^{-3}s^{-1}	1606	2.23	4.10^{-3}s^{-1}	1567	2.17
	10^{-4}s^{-1}	1540	98.22	10^{-4}s^{-1}	749	41.61
0.8%	10^{-2}s^{-1}	8610	3.82	10^{-2}s^{-1}	2717	1.2
	4.10^{-3}s^{-1}	5976	6.64	4.10^{-3}s^{-1}	3449	3.83
	10^{-4}s^{-1}	8611	382.71	10^{-4}s^{-1}	793	35.24
0.6%	10^{-2}s^{-1}	18041	6.01	10^{-2}s^{-1}	7065	2.35
	4.10^{-3}s^{-1}	21341	17.78	4.10^{-3}s^{-1}	12868	10.72
	10^{-4}s^{-1}	9377	312.56	10^{-4}s^{-1}	1827	60.9

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

Conclusion

Nos résultats sur le Glidcop AL-15 et le cuivre OFHC sont en parfait accord avec ceux de la littérature.

La réponse du Glidcop AL-15 présente un durcissement modéré au tout début de l'essai et se stabilise ensuite. Une chute de contrainte est observée avant la rupture. La majeure partie de sa durée de vie est stable. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide.

Le cuivre OFHC + recuit présente un durcissement très soutenu durant les 5 premiers pourcents de la durée de vie et se stabilise ensuite, puis une chute de contrainte est observée avant la rupture. La période de stabilisation de la contrainte représente 85% de la durée de vie. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide.

Contrairement au cuivre recuit, le cuivre OFHC écroui présente un adoucissement très marqué durant les 10 premiers pourcents de la durée avant d'atteindre une période de stabilisation, puis une chute de contrainte observée avant la rupture. La période de stabilisation de la contrainte représente 85% de la durée de vie de même manière que le cuivre OFHC + recuit. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide.

Dans cette étude, le comportement et la tenue en fatigue oligocyclique d'éprouvettes de Glidcop AL-15 ont été étudiés en laboratoire avec des essais isothermes. Or l'objectif de cette étude est le dimensionnement de nouveaux Crotch absorbeurs en vue de connaître leurs durées de vie. La problématique réside donc à faire le passage d'une éprouvette d'essai à un composant structurel réel qui possède une géométrie complexe.

Il s'agit donc maintenant de :

- modéliser le comportement mécanique du Glidcop AL-15 en vue de réaliser un calcul de structure permettant de déterminer la réponse mécanique du Crotch Absorbeur.
- déterminer un critère de fatigue capable de prendre en compte l'effet de la température sur les durées de vie. La relation de Manson-Coffin et la courbe de pseudo-Wöhler ne permettent en effet pas un dimensionnement dans le cas des températures variables. Dans le prochain chapitre une approche énergétique sera proposée afin de prendre en compte l'effet de la température ainsi que les effets du temps de maintien.

Chapitre V :

Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Chapitre V : Essai caractérisation, modélisation et calcul de structure

Sommaire

Introduction	111
1 Essais mécaniques et stratégie d'identification :	112
1.1 Methodologie d'essai	112
2.1 Effet de la vitesse, de la température et effet du temps.....	115
2.2 Effet d'anisotropie:.....	120
2.3 Ecrouissage initial X_0 :	122
2.4 Conclusion sur le comportement du Glidcop AL-15	122
3 Modélisation :	123
3.1 Elastoviscoplasticité :	123
3.2 Critère de plasticité et fonction de charge:.....	124
3.3 Déformation irréversible:	125
3.4 La viscosité:	126
4 Choix du modèle pour notre étude :	126
4.1 Modèle de chaboche Plastique CNL :	128
4.2 Modèle de chaboche Viscoplastique CNL	129
4.3 Loi Sinh.....	130
4.4 Les paramètres à identifier	130
4.5 Méthodes d'identifications – Optimisations	130
4.6 Algorithmes génétiques.....	130
4.7 Résultats de la simulation	133
4.8 Resultants <i>CHABOCHE</i> plastique CNL	133
4.9 Comparaison simulation (plastique CNL) et résultats expérimentaux	134
4.10 Resultants <i>CHABOCHE</i> Viscoplastique (Norton- Hoff) CNL	135
4.11 Comparaison simulation (viscoplastique CNL) et résultats expérimentaux	137
4.12 Resultants <i>CHABOCHE</i> Viscoplastique (Sinh) CNL	138
4.13 Comparaison simulation (viscoplastique (Sinh CNL) et résultats	139
5 Résultats simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)	141
5.1 Le modèle géométrique complet.....	141
5.1.1 Propriétés matériaux et conditions aux limites.....	141
6 Résultats de la simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)	143
7 Critère de ruine :	145
7.1 Courbe de Coffin-Manson	146
Conclusion.....	150

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Introduction

Afin de prédire la durée de vie de l'absorbeur sous ces nouvelles conditions de fonctionnement, différents essais isothermes sont réalisés qui nous permet de construire et d'identifier les paramètres d'un modèle.

La constitution d'une base expérimentale robuste nous permet de caractériser le comportement du Glidcop AL-15 et du cuivre OFHC. Afin de nous permettre d'appréhender au mieux le comportement visqueux du Glidcop AL-15 à haute température, nous avons principalement réalisé des essais d'écrouissage cyclique. Ces derniers sont effectués à différentes températures afin de couvrir une gamme de sollicitation représentative du Crotch absorbeur. La loi de comportement choisie doit décrire avec précision l'évolution des déformations et des contraintes. La mise au point du modèles de comportement prenant mieux en compte l'ensemble des phénomènes visqueux agissant sur les matériaux et permettant, après implémentation numérique, d'aboutir à des calculs de structure prédictifs et d'une durée de compatible avec la réalité.

La loi de comportement choisie est ses paramètres identifier, des calculs éléments finis seront effectués sur la structure complète (le Crotch absorbeur). Ainsi pour résumer la démarche de modélisation du comportement mécanique d'un matériau consiste à :

- caractériser les conditions d'utilisation du matériau (conditions réelles de fonctionnement);
- caractériser le comportement mécanique du Glidcop AL-15 dans les conditions d'utilisation du matériau;
- choisir un modèle de comportement adéquat permettant de globaliser les phénomènes observés expérimentalement ;
- identifier au mieux les paramètres du modèle choisi;
- valider ce modèle en utilisant d'autres essais (différents de ceux utilisés pour l'identification) ;
- effectuer des calculs de structure.

Enfin un critère de ruine sera discuté afin de prédire la durée de vie.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

1. Essais mécaniques et stratégie d'identification

1.1 Méthodologie d'essai

Les essais de caractérisation ont été menés au MPGM sur deux machines : une servo-hydraulique Schenck de capacité 250 kN et sur une électro-mécanique Schenck-Trebel de capacité 63kN. Les essais sont conduits sous variation de déformation totale contrôlée. Les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre collé directement sur l'éprouvette pour les essais à température ambiante. Un autre extensomètre à chaud doté de tiges en céramiques est utilisé à haute température. Un four à trois lampes halogènes est utilisé, la température d'essai est régulée grâce à un thermocouple placé sur l'éprouvette. Nos éprouvettes sont cylindriques et possèdent un diamètre $\phi = 10$ mm et une longueur utile $L_0 = 15$ mm, les mêmes que celles utilisées pour les essais de fatigue oligocyclique. Quatre températures sont choisies 20, 300, 450 et 600°C. Ces températures correspondent aux conditions actuelles et futures de fonctionnement de notre absorbeur.

- $20^\circ\text{C} \approx 0.22 T/T_f^*$: Température de l'eau de refroidissement;
- $450^\circ\text{C} \approx 0.53 T/T_f$: Température actuelle de fonctionnement ($I=200$ mA)[†] ;
- $600^\circ\text{C} \approx 0.64 T/T_f$ Température future de fonctionnement ($I=300$ mA)[‡] ;
- $300^\circ\text{C} \approx 0.42 T/T_f$ Température intermédiaire (moitié de la valeur Max).

Des essais uniaxiaux d'écrouissage cyclique ou paliers successifs avec et sans temps de maintien sont menés à déformation contrôlée (figure V.1). Nous avons choisis 5 paliers de déformation totale allant de $\Delta\varepsilon_T = 0.4\%$ jusqu'à $\Delta\varepsilon_T = 1.2\%$ avec un incrément de 0.2% entre chaque palier de telle sorte à plastifier l'éprouvette à chaque incrémentation. Nous avons pu observer dans les chapitre II et IV que le Glidcop AL-15 se stabilise en moins de 10 cycles. Ainsi 12 cycles sont effectués pour chaque palier afin de caractériser la réponse stabilisée du matériau.

* T/T_f : Rapport entre la température d'essai et la température de fusion du matériau en °K.

† Intensité du faisceau actuel

‡ Intensité du faisceau future

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

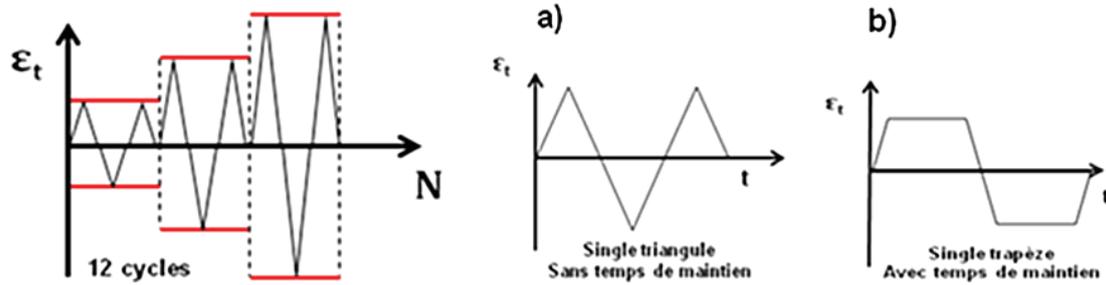


Figure V.1: Paliers successifs d'érouissage cyclique : a) sans temps de maintien, b) avec temps de maintien.

Une large plage de vitesses de déformation comprises entre 10^{-4} et 10^{-2} s^{-1} est balayée. Un temps de maintien de 300 s en traction et en compression est également appliqué ce qui permet la relaxation des contraintes et de balayer ainsi une gamme importante de vitesse de déformation viscoplastique, typiquement de 10^{-2} à 10^{-12} s^{-1} [1]. Cela permettra de caractériser la composante visqueuse du comportement du matériau. Le tableau V.1 regroupe toutes les conditions d'essais réalisées pour la caractérisation du comportement du Glidcop AL-15 pour les éprouvettes prélevées dans le sens long (ED) et le tableau V.2 dans le sens travers (TD) par rapport au sens de l'extrusion.

Tableau V.1: Essais de caractérisation réalisés sur le Glidcop AL-15 ED

	$\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$	$\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$	$\Delta\epsilon_t$ (%)
20°C	Avec et sans TM	Avec TM*	sans TM	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]
300°C	Avec et sans TM	Avec et sans TM	sans TM	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]
450°C	-	Avec et sans TM	-	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]
600°C	-	Avec et sans TM	sans TM	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Tableau V.2: Essais de caractérisation réalisés sur le Glidcop AL-15 TD

	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$\Delta\varepsilon_t$ (%)
20°C	Avec TM*	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]
300°C	Avec et sans TM	Avec et sans TM	[0.4%-1.2%]

Les boucles stabilisées obtenues servent alors de références pour l'identification de la loi de comportement qui sera choisie. Celles-ci sont représentées sur la figure V.2. Tous les résultats obtenus se trouvent par ailleurs en annexe.

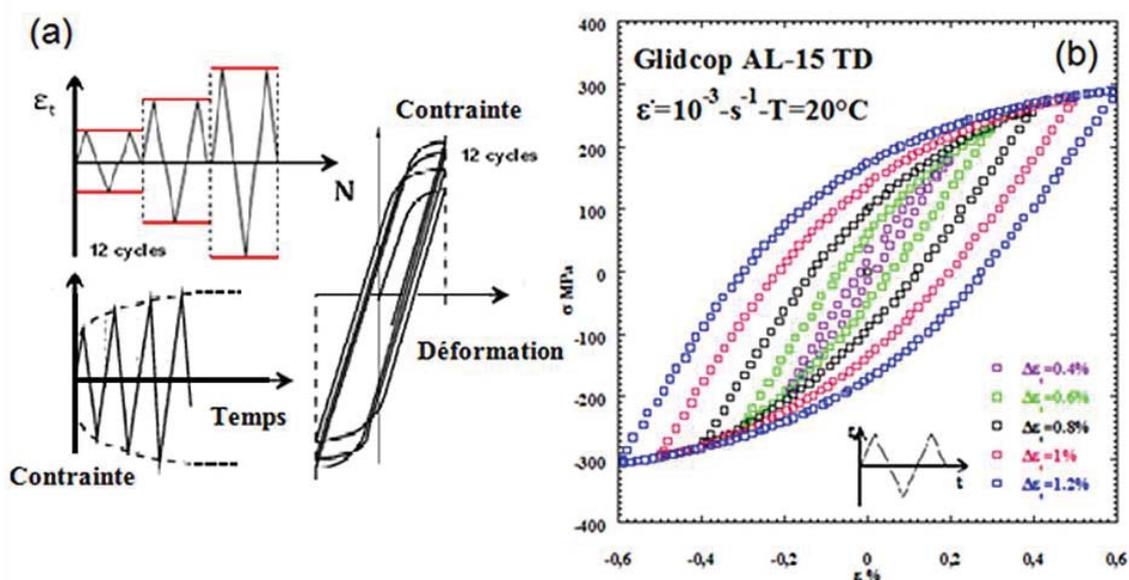


Figure V.2: a) les boucles stabilisées obtenues ; b) résultats d'essai sur le Glidcop AL-15 TD

2. Résultats de la campagne de caractérisation du comportement du Glidcop AL-15

2.1 Effet de la vitesse, de la température et effet du temps

L'effet de la vitesse est thermiquement activé : Cet effet se manifeste particulièrement avec l'augmentation de la température d'essai (Figure V.3b). En effet, plus la vitesse de déformation est élevée plus la contrainte augmente [2]. A basse température, le Glidcop AL-15 est peu sensible à la vitesse de déformation (figure V.3a). Le mécanisme prépondérant responsable de cet effet vitesse est l'activation thermique de la plasticité. A haute température, d'autres mécanismes interviennent tels que la viscoplasticité ou le fluage.

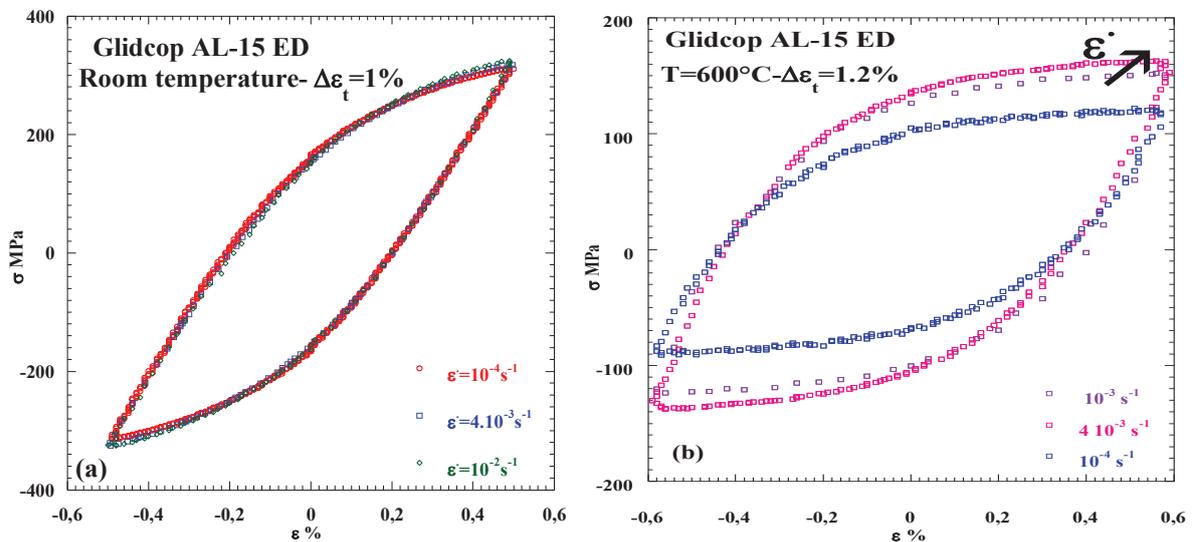


Figure V.3 : (a) Absence d'effet de la vitesse à température ambiante, (b) effet de la vitesse très prononcé à haute température sur le Glidcop AL-15 ED

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Le même effet est observé sur le Glidcop AL-15 TD reporté sur la figure V.4.

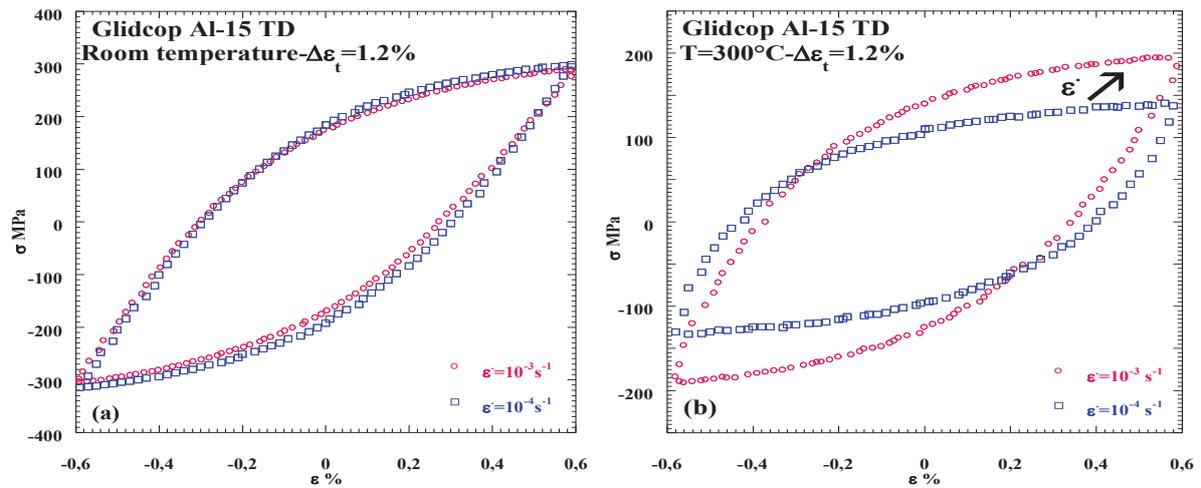


Figure V.4: (a) Peu d'effet de la vitesse à température ambiante, (b) effet de la vitesse très prononcé à haute température sur le Glidcop AL-15 TD

Nous avons également observé un effet de la température sur le comportement de notre matériau. Cet effet se manifeste clairement par une chute conséquente de l'amplitude de contrainte est relevée avec l'augmentation de la température (figure V.5).

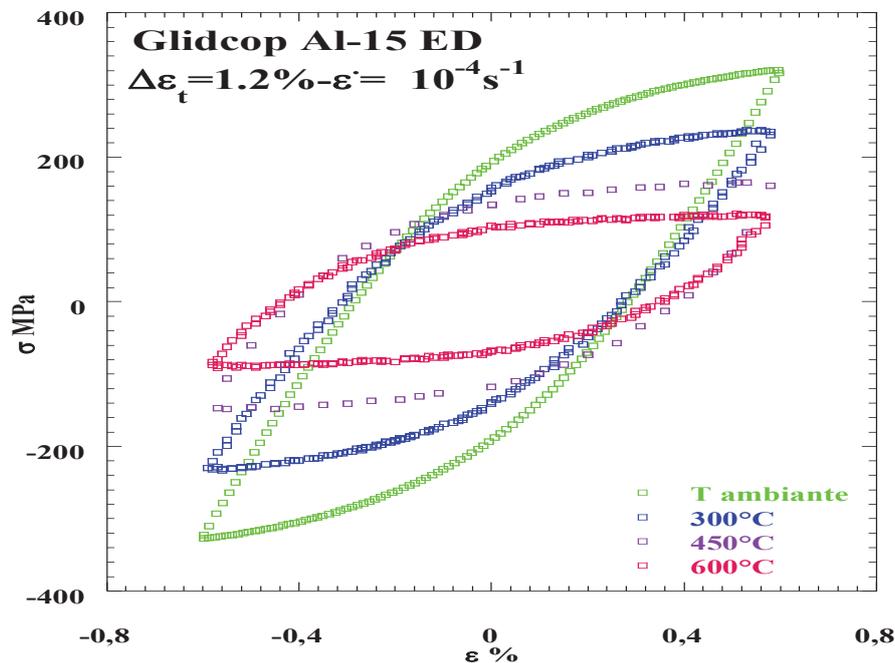


Figure V.5: Effet de la température sur le Glidcop AL-15 ED

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

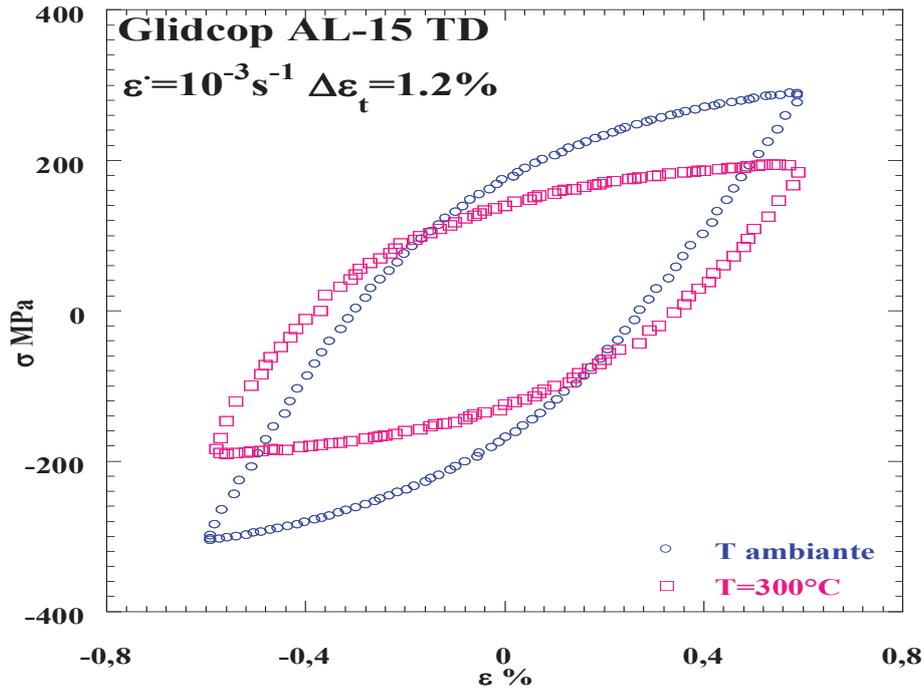


Figure V.6: Effet de la température sur le Glidcop AL-15 TD

La température réduit les valeurs de contrainte. La température agit fortement sur les mouvements de dislocations dont le mouvement de dislocation est thermiquement activé.

A haute température lorsqu'on fait intervenir des temps de maintien le comportement du Glidcop AL-15 fait apparaître une relaxation des contraintes donc une sensibilité au temps. Cet effet est couramment appelé restauration ou recouvrance.

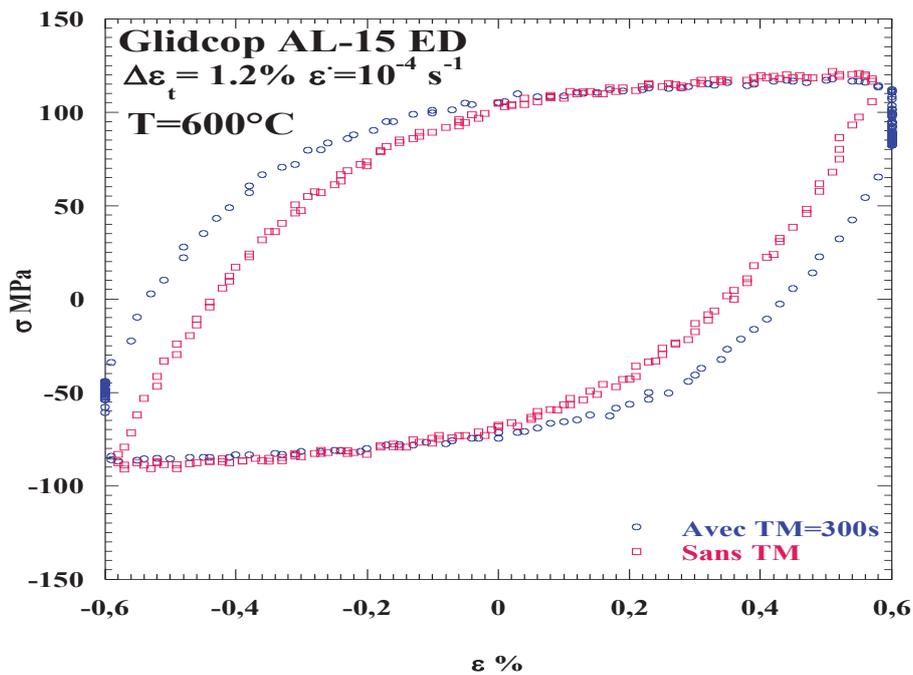


Figure V.7: Effet du temps de maintien sur le Glidcop AL-15 SL à T=600°C

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

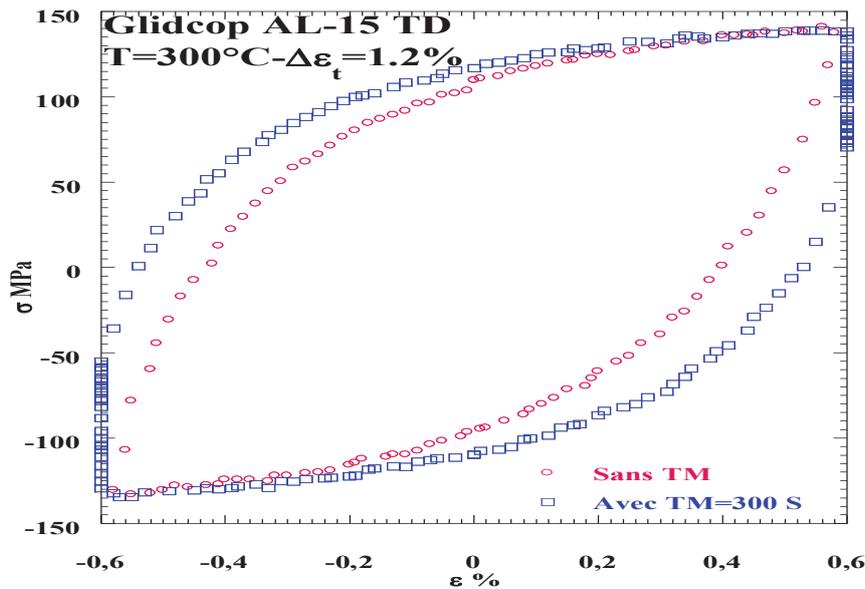


Figure V.8: Effet du temps de maintien sur le Glidcop AL-15 ST à T=300°C

La restauration est une diminution des contraintes avec le temps (fig V.9). Elle est thermiquement activée. Sur la figure V.8 nous remarquons que le temps de maintien modifie la concavité de la boucle d'hystérésis stabilisée. Avec le temps de maintien, nous augmentons en effet la déformation plastique de cette boucle.

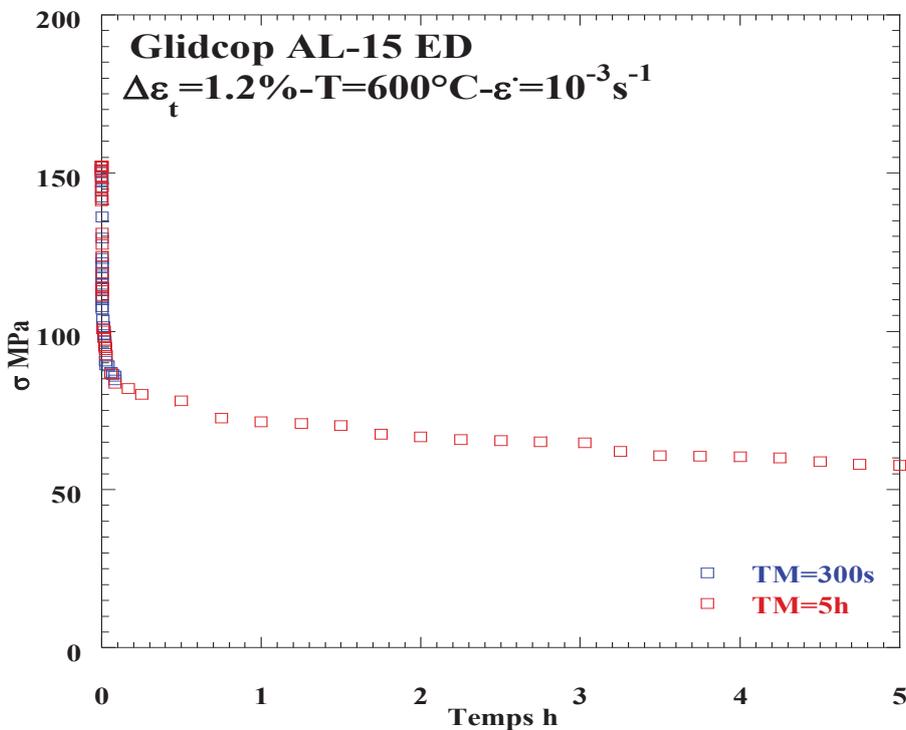


Figure V.9: Effet du temps de maintien sur la relaxation des contraintes

A haute température, lorsque les chargements font intervenir des temps de maintien, nous observons d'autres effets du temps qui peuvent être des effets de restauration. Ces effets

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

provoqués par des phénomènes d'agitation thermique, se traduisent macroscopiquement par une diminution avec le temps de l'érouissage produit initialement par la déformation.

Comme la relaxation des contraintes est essentiellement liée à des phénomènes visqueux et à de la restauration, le ratio entre contrainte maximale totale alors obtenue et contrainte relaxée permet d'estimer la part sensible au temps et celle qui en est indépendante, comme illustré sur la V.10.

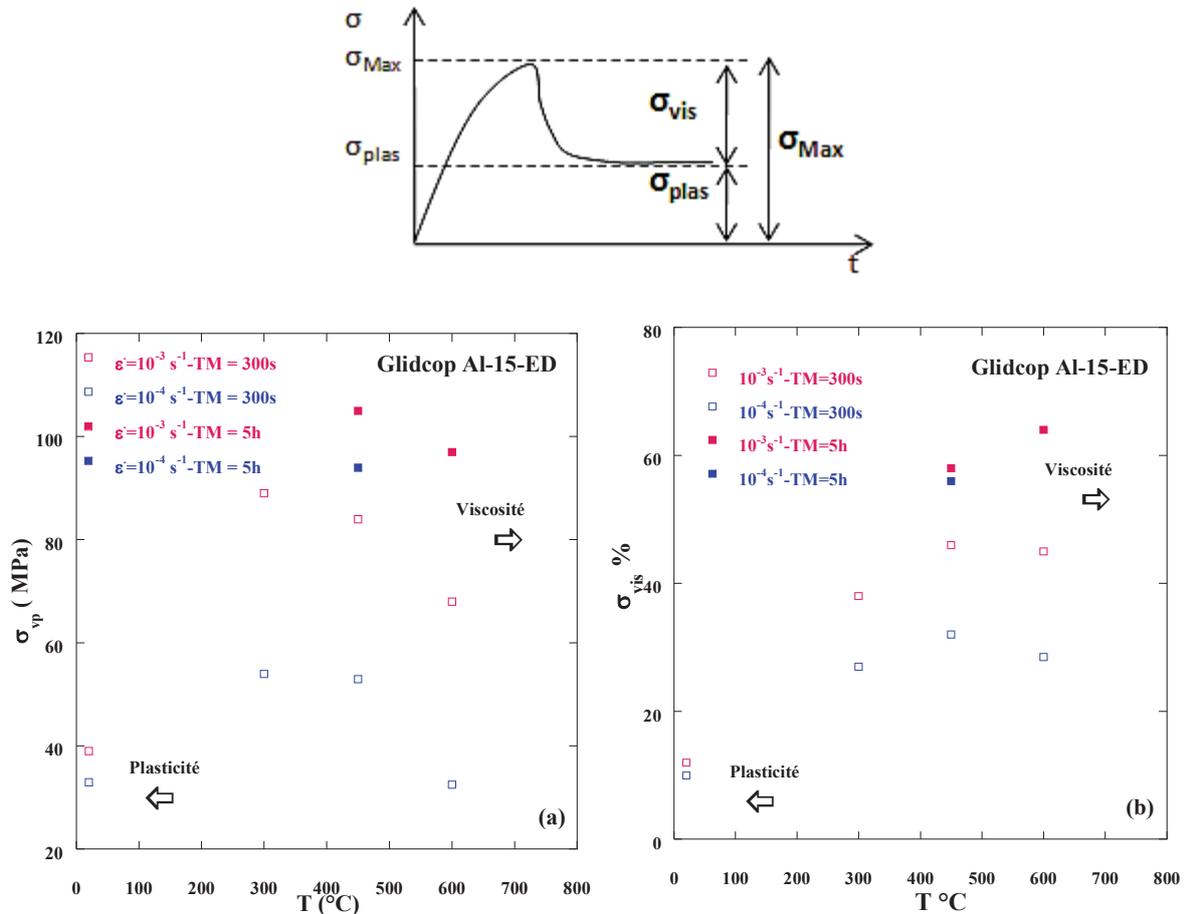


Figure V.10: Influence de la viscosité sur le comportement du Glidcop AL-15 mettant en évidence le passage de la plasticité à la viscosité ; a) contrainte visqueuse ; b) ratio de la contrainte visqueuse.

Telle que les contraintes visqueuses et viscoplastiques sont définies comme suit :

$$\sigma_{Vis} = \sigma_{Max} - \sigma_{VP}$$

$$\sigma_{VP} = \sigma_{Max} - \sigma_{Vis}$$

σ_{Vis} : Contrainte visqueuse; σ_{VP} : Contrainte viscoplastique

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

2.2 Effet d'anisotropie:

Le Glidcop AL-15 manifeste une forte anisotropie liée au procédé de fabrication. L'extrusion procure en effet une texture morphologique avec des grains allongés dans le sens de l'extrusion ce qui avait été détaillé dans les chapitres I et II .la figure V.11 met en évidence cet effet d'anisotropie sur le comportement cyclique.

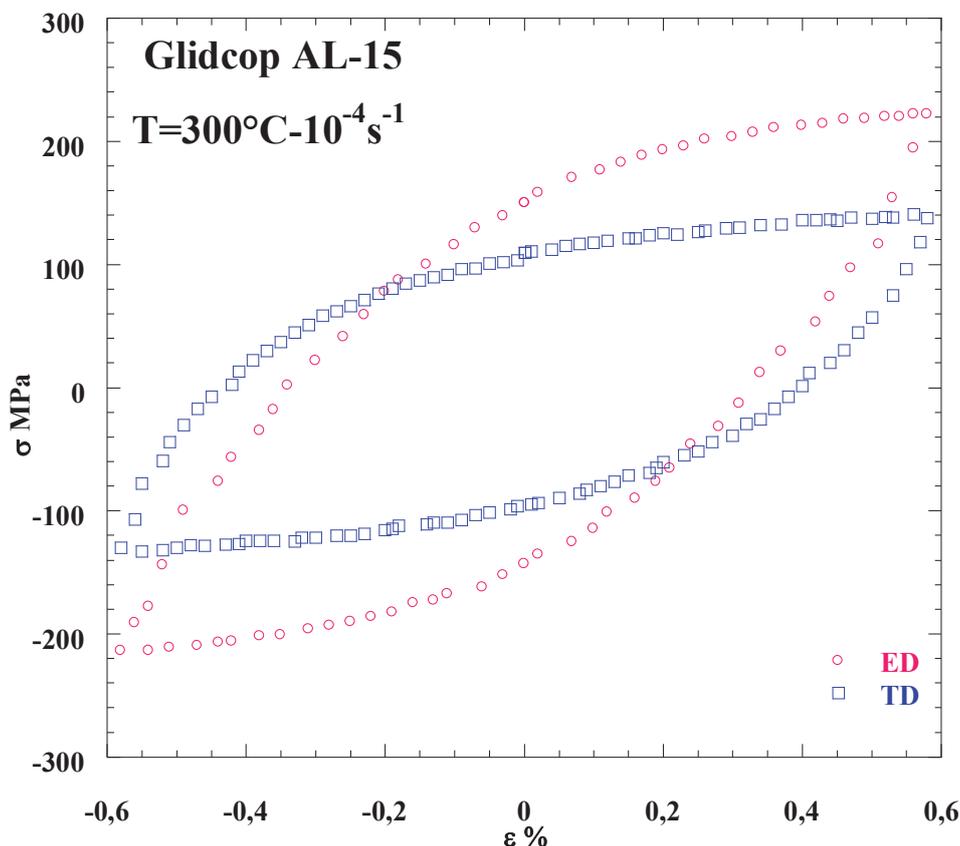


Figure V.11: Effet d'anisotropie du Glidcop AL-15 à 300°C

Le Glidcop AL-15 TD à $T=300^{\circ}\text{C}$ manifeste ainsi un comportement intermédiaire de celui du Glidcop AL-15 ED à $T=600^{\circ}\text{C}$ et à $T=450^{\circ}\text{C}$ comme l'illustre la figure V.12.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

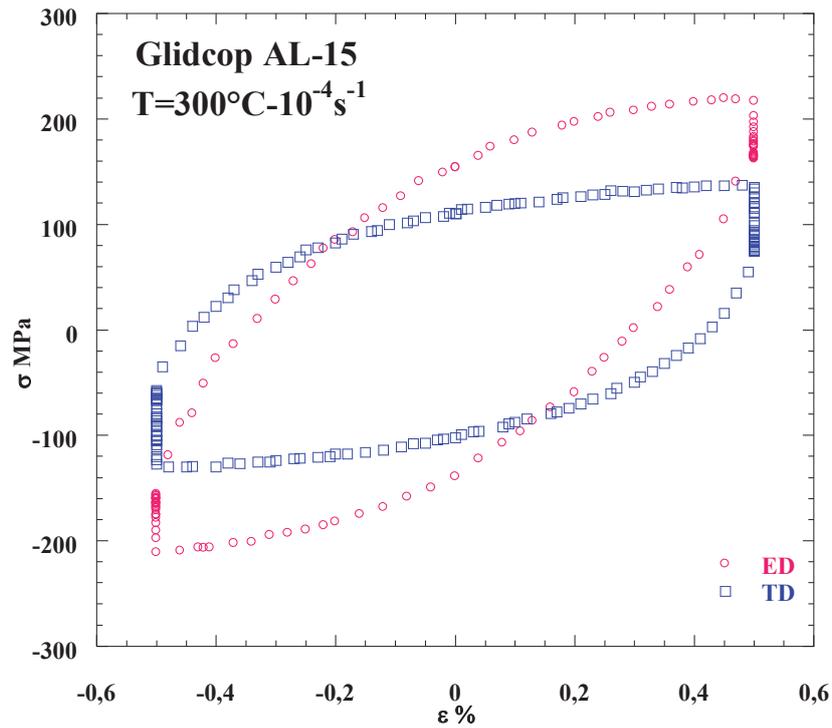
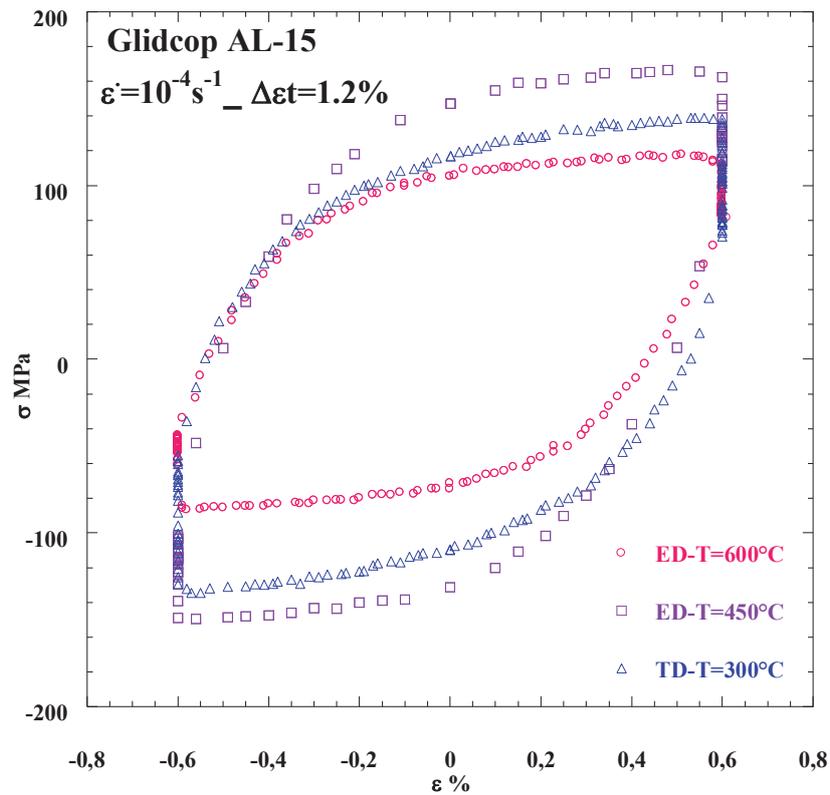


Figure V.12: Effet d'anisotropie du Glidcop AL-15 à 300°C, essai avec temps de maintien

Figure V.13: Comportement du Glidcop AL-15 TD à $T=300^{\circ}\text{C}$ par rapport au ED à différentes températures

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

2.3 Ecrouissage initial X_0 :

Le Glidcop AL-15 manifeste une dissymétrie des boucles d'hystérésis a haute température (supérieure à $0.35 T/T_f^*$). La contrainte en traction est supérieure à la contrainte en compression (Figure V.14). Cet effet est vraisemblablement introduit par des contraintes internes induites par l'écart entre les coefficients de dilatation des particules d'oxydes d' Al_2O_3 et la matrice de cuivre pur et peut être également par l'anisotropie de la matrice du cuivre.

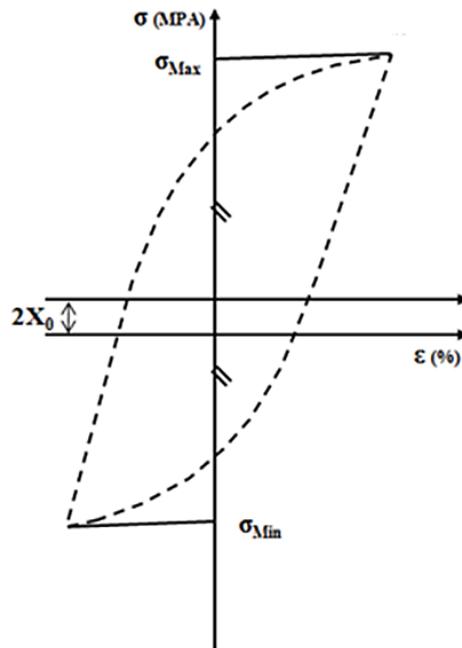


Figure V.14: Effet de dissymétrie des boucles stabilisées du Glidcop AL-15

2.4 Conclusion sur le comportement du Glidcop AL-15

Les essais de caractérisation nous ont révélé que le comportement du Glidcop AL-15 est viscoplastique car très sensible à la température, à la vitesse de déformation et au temps. Il présente aussi une forte anisotropie introduite par le procédé de fabrication et une dissymétrie des boucles d'hystérésis surtout à haute température.

Nous avons pu caractériser ce comportement dans une gamme de température, vitesse de déformation et taux de déformation très proches des conditions d'utilisation actuelles et futures du Crotch absorbeur. Il reste maintenant à modéliser ces différents phénomènes.

3 Modélisation :

Les essais de caractérisation effectués ont permis de mettre en évidence un comportement élastoviscoplastique du Glidcop AL-15. Il s'agit maintenant de proposer une modélisation de celui-ci. On s'inspirera pour cela de travaux menés en fatigue thermomécanique depuis de nombreuses années et dans de multiples domaines. On pourra se référer à différents ouvrages et chapitres de référence [3-5].

3.1 Elastoviscoplasticité :

Nous allons utiliser ici une formulation dite « unifiée » des modèles de viscoplasticité ; les phénomènes inélastiques de la déformation du matériau sont décrits par une seule variable interne notée ici ε_{vp}

On adopte alors l'hypothèse classique de la décomposition additive de la déformation totale en une part thermique et une part mécanique:

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{th} + \varepsilon_{meca}$$

La partie thermique de la déformation ε_{th} est égale à :

$$\varepsilon_{th} = \alpha \Delta T$$

Où alpha est le coefficient de dilatation thermique et ΔT , la variation de température liée au chargement thermique appliqué. Cette déformation thermique sera calculée directement par le code de calcul par éléments finis (ici ANSYS) sous réserve de la connaissance du coefficient de dilatation thermique. Nous allons décrire plus précisément la déformation mécanique. Celle-ci est décomposée en une part élastique et une part viscoplastique :

$$\varepsilon_{meca} = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{vp}$$

L'élasticité des métaux est généralement décrite comme réversible et linéaire. Dans le cas uniaxial, on a $\sigma = \varepsilon_{el} \cdot E$. Cette relation est généralisée sous forme tensorielle, faisant apparaître les tenseurs des contraintes et des déformations élastiques et le tenseur des modules élastiques. Dans le cas de l'élasticité isotrope que nous adopterons dans ce travail, ce tenseur est décrit à l'aide de deux grandeurs : E, module d'élasticité et ν , coefficient de Poisson.

Il reste donc à définir la déformation viscoplastique.

3.2 Critère de plasticité et fonction de charge:

Dans un premier temps, il est nécessaire d'étendre la notion de seuil de plasticité décrite généralement lors d'essais de traction uniaxiaux au cas des chargements multiaxiaux.

Dans le cas uniaxial, on a en effet la fonction charge f définie comme suit:

$$f(\sigma) = |\sigma| - \sigma_y$$

Le domaine d'élasticité correspond alors aux valeurs négatives de f .

La généralisation multiaxiale fait apparaître les notions de critères de (visco) plasticité et de surface de charge. Dans le cas des métaux, les deux critères macroscopiques les plus employés sont les critères de Tresca et de von Mises et c'est le second qui est choisi ici, comme c'est généralement le cas. Le critère de Von Mises s'appuie sur le deuxième invariant du tenseur déviatorique* des contraintes $j_2 = 0$. C'est le deuxième invariant du tenseur de contrainte affranchi de la partie hydrostatique.

$$j_2 = \frac{1}{2} \sigma_{ij} \sigma_{ji} = \frac{1}{2} \text{tr} \left[\left(\bar{\sigma} - \frac{1}{3} I \right) \left(\bar{\sigma} - \frac{1}{3} I \right) \right]$$

$$f(\sigma) = \sqrt{3j_2} - \sigma_y$$

Ce critère permet alors de définir une surface seuil de plasticité ou de limite d'élasticité selon les auteurs, qui correspond au début de la plastification du matériau. La détermination expérimentale de cette surface seuil peut se faire, par exemple, à l'aide d'essais de traction-torsion. La figure V.15 représente la surface seuil obtenue expérimentalement pour le cuivre. Dans ce cas particulier, les deux critères Tresca et von Mises indiquent une frontière elliptique.

* Le tenseur déviatorique : $s = \sigma - \frac{\text{tr}(\sigma)}{3} Id$

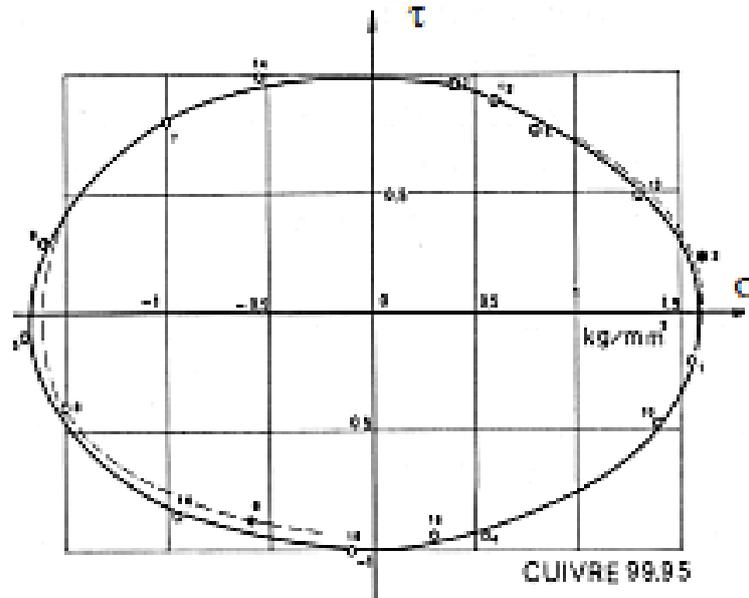


Figure V.15: Essai de traction-torsion sur cuivre, représentation de sa surface seuil [3].

Le domaine d'élasticité est défini tel que :

- Domain d'élasticité si : $f < 0$
- Décharge élastique si : $f = 0$ et $\dot{f} < 0$

3.3 Déformation irréversible:

Au delà du seuil de (visco) plasticité, une déformation irréversible apparaît et la surface de charge est modifiée ; on quitte alors le domaine linéaire de l'élasticité. Dans le cas général, un phénomène d'écrouissage apparaît alors qui peut être modélisé en première approche par deux variables facilement identifiables X^* et R^\dagger .

La première, X correspond à une translation de la surface seuil, sans changement de forme ni de taille et R correspond à une dilatation de la surface seuil, sans changement de centre [6], [7] (figure V.16).

La fonction de charge s'écrit alors sous la forme suivante :

$$|\sigma - X| - R = \sigma_y$$

* X : écrouissage cinématique.

† R : écrouissage isotrope.

σ_y : contrainte visqueuse.

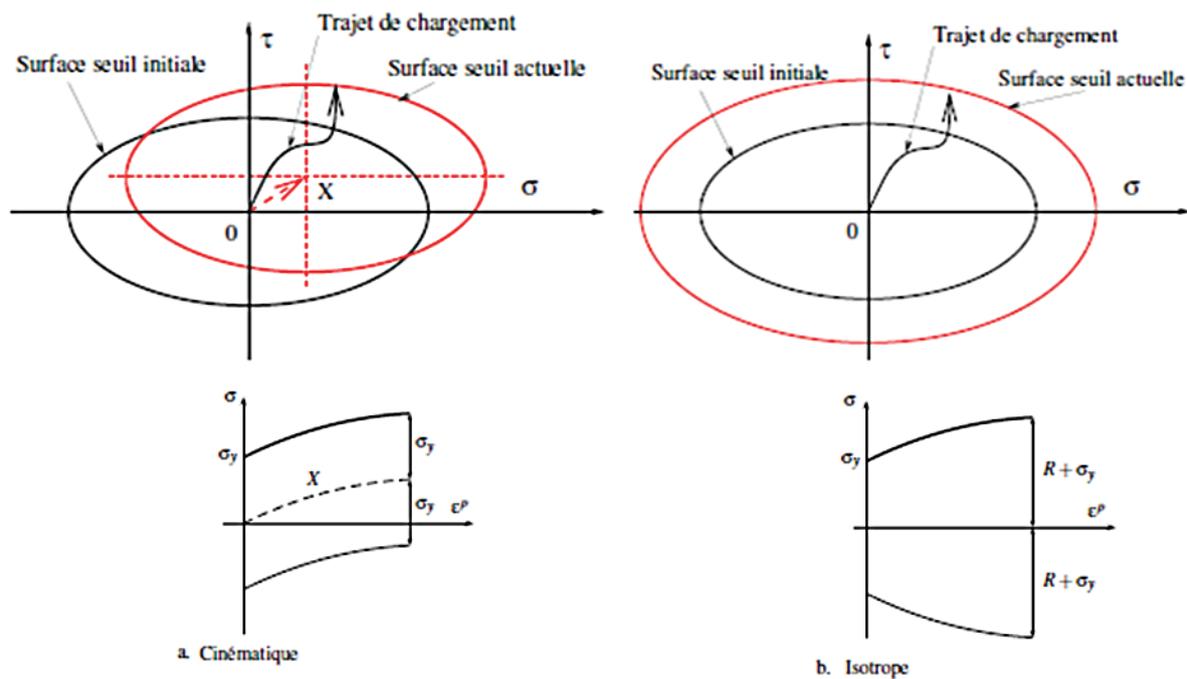


Figure V.16: Représentation de l'écrouissage : a) cinématique et b) isotrope [7].

L'écoulement plastique se traduit alors par une fonction charge et sa dérivée nulles.

$$f = 0 \text{ et } \dot{f} = 0$$

La vitesse de déformation plastique est alors définie via la loi de normalité explicitant le fait que l'écoulement plastique est orthogonal à la surface de charge.

3.4 La viscosité:

Comme cela a été montré, à hautes températures, les effets visqueux se manifestent. On associe généralement ce phénomène aux déformations inélastiques ce qui conduit à des modèles de viscoplasticité unifiés. Un couplage entre la viscosité et la plasticité est alors effectué via un potentiel de dissipation viscoplastique qui permet la définition de la vitesse de déformation inélastique. Cela va être illustré dans le paragraphe suivant.

4 Choix du modèle pour notre étude :

Parmi tous les modèles développés depuis maintenant plusieurs années, le modèle proposé par Chaboche [3] semble suffisant pour décrire au mieux le comportement viscoplastique du Glidcop AL-15. Lors des essais de fatigue en déformation totale imposée menés sur le Glidcop AL-15, l'évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycle se décompose en trois parties ; une première phase d'accommodation cyclique (les 10 premiers cycles) suivie

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

d'une phase stabilisée dont la durée est la plus importante et enfin, une dernière phase qui correspond à la propagation en volume d'une fissure macroscopique.

Dans la première phase d'accommodation, le comportement du Glidcop AL-15 résulte vraisemblablement de la combinaison d'un écrouissage isotrope et d'un écrouissage cinématique comme illustré sur la figure V.17. La partie d'écrouissage isotrope R dans cette phase n'est pas significative comparée à l'écrouissage cinématique, visiblement non linéaire, comme cela est représenté sur la figure V.17. L'écrouissage isotrope R correspond en effet à la différence entre la première boucle et la boucle stabilisée à mi-durée de vie du Glidcop AL-15. Dans la phase stabilisée, nous supposons alors qu'un écrouissage cinématique non linéaire X sera suffisant pour décrire l'écrouissage du matériau et nous avons opté pour un modèle d'écrouissage cinématique non linéaire de type Armstrong-Frederick.

Les phases de relaxation de la contrainte observées lors des maintiens à déformation imposée montrent l'importance de la viscosité et notre choix s'est porté sur une viscosité non-linéaire du type Norton-Hoff. Cela nous conduit donc à un modèle viscoplastique possédant un écrouissage cinématique non linéaire (2 paramètres) et une viscosité non linéaire (2 paramètres) qui s'ajoutent à une élasticité isotrope (2 paramètres). La viscoplasticité est activée lorsque le seuil de viscoplasticité est atteint (1 paramètre).

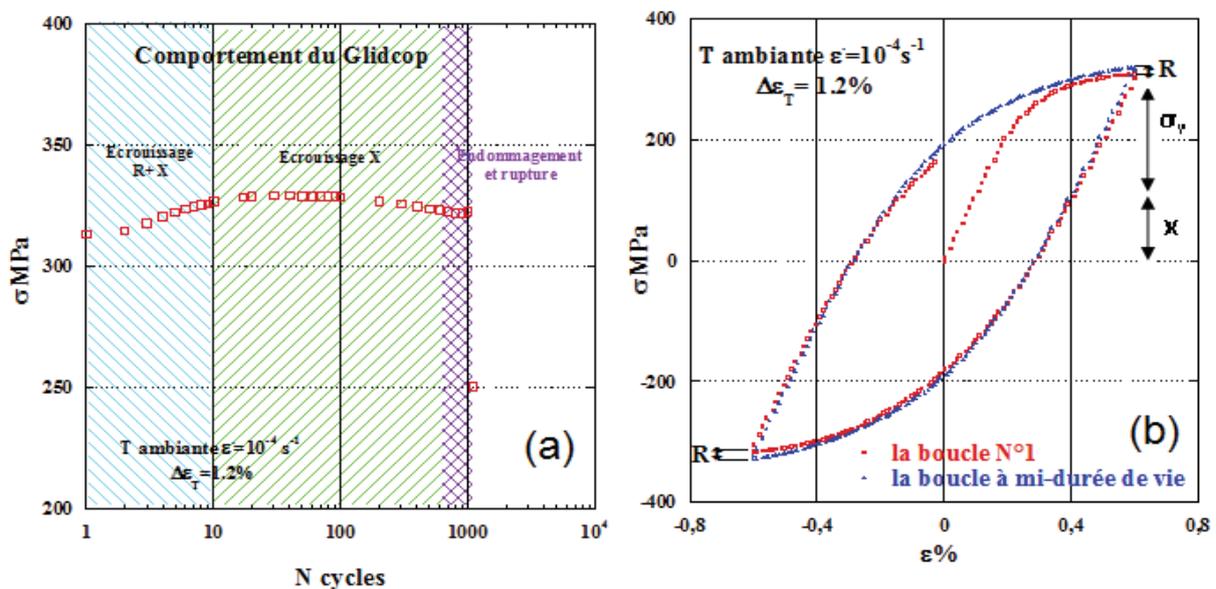


Figure V.17: a) Evolution de la contrainte en fonction du nombre de cycle ; b) l'écrouissage non linéaire isotrope R et cinématique X du Glidcop AL-15

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

À très haute température (1200 K à 1300 K) une loi de type sinus hyperbolique donnerait de meilleurs résultats que la loi de Norton-Hoff pour décrire la partie visqueuse lord de la relaxation des contraintes (2 paramètres). Le graphique suivant met en évidence la différence des deux lois pour décrire le comportement visqueux de l'Inconel 600 [8].

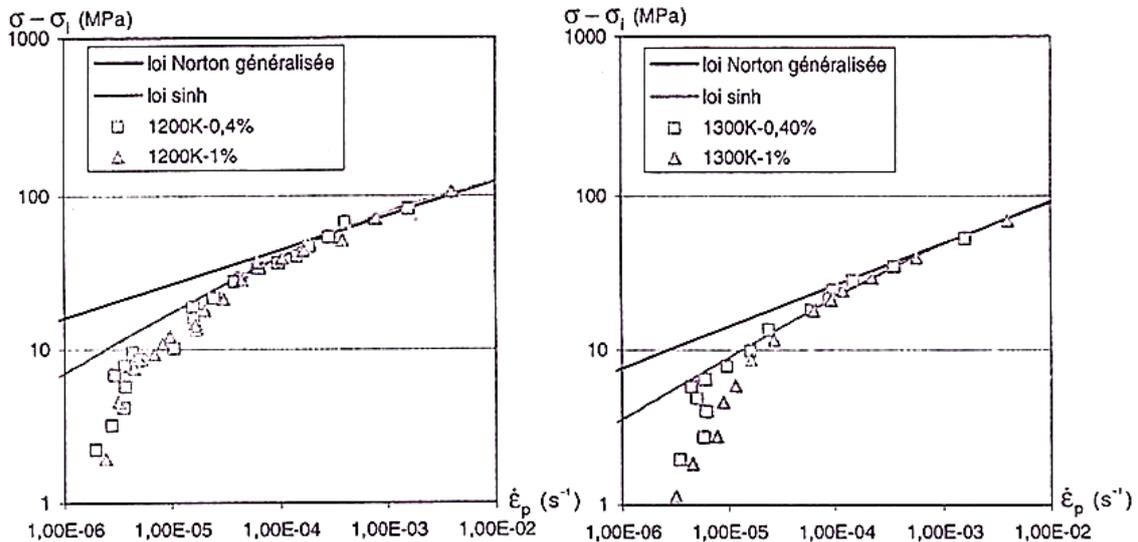


Figure V.18: Estimation de la contrainte en relaxation avec deux lois Norton et Sinh de l'Inconel 600 [8].

4.1 Modèle de chaboche Plastique CNL :

Le modèle de *chaboche* (Plastique CNL) est un modèle unifié qui associe l'élasticité et la plasticité sous forme d'un écrouissage cinématique non linéaire. L'écrouissage cinématique non linéaire utilisé est de type Armstrong Frederick.

$$\dot{X} = \frac{2}{3} H \dot{\alpha}$$

$$\dot{\alpha} = \dot{\epsilon}_{vp} - \frac{3\gamma}{2} X_p$$

$$P = \int_0^t \sqrt{\frac{2}{3}} \dot{\epsilon}_{vp} : \dot{\epsilon}_{vp} dt$$

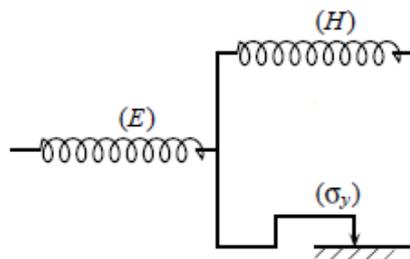


Figure V.19: Schéma rhéologique du modèle de chaboche plastique CNL

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

4.2 Modèle de chaboche Viscoplastique CNL

Le modèle de *chaboche* (Viscoplastique CNL) c'est le même que le modèle de *chaboche* (Plastique CNL) avec la viscosité qui est décrite avec une loi de type Norton Hoff.

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{2}{3} \left\langle \frac{j_2(\sigma)}{\eta} \right\rangle^m \frac{S}{\|S\|}$$

$$j_2(\sigma) = \frac{1}{2} \text{tr}[S : S]$$

$$S = \left(\sigma - \frac{\text{tr}(\sigma)}{3} I \right)$$

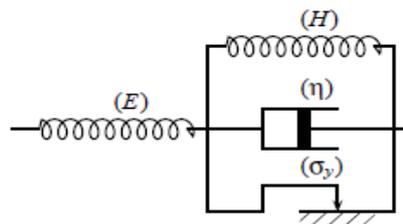


Figure V.20: Schéma rhéologique du modèle de chaboche viscoplastique CNL

Dans ce modèle, la déformation totale est décomposée en une déformation élastique et une déformation inélastique. La relation entre la contrainte et la déformation, et le taux de déformation inélastique sont définies dans l'équation suivante. Avec ce modèle, une seule source de dissipation peut être identifiée et correspond aux déformations inélastiques sans différencier la plasticité instantanée du fluage.

$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{vp}$$

$$\partial = \frac{E}{(1 + \nu)} (\varepsilon - \varepsilon_{vp}) + \frac{E\nu}{(1 - 2\nu)(1 + \nu)} \text{tr}(\varepsilon - \varepsilon_{vp}) I$$

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{2}{3} \left\langle \frac{j_2(\sigma - X) - \sigma_y}{\eta} \right\rangle^m \frac{S - X}{\|S - X\|}$$

Avec :

$$S = \left(\sigma - \frac{\text{tr}(\sigma)}{3} I \right)$$

$$\dot{X} = \frac{2}{3} H \dot{\alpha}$$

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

4.3 Loi Sinh

La viscosité est décrite avec une loi de Sinh

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{2}{3} \sinh \left(\frac{j_2 (\sigma - X) - \sigma_y}{K} \right)^N \frac{S - X}{\|S - X\|}$$

Ket N sont les paramètres matériaux à identifier

4.4 Les paramètres à identifier

Les paramètres à identifier pour chaque modèle sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau V.3: Paramètres à identifier pour chaque modèle

Modèle de <i>CHABOCHE</i> plastique CNL		Modèle de <i>CHABOCHE</i> Viscoplastique CNL	
Paramètre	Signification	Paramètre	Signification
E	Module d'élasticité	E	Module d'élasticité
σ_y	Limite d'élasticité	σ_y	Limite d'élasticité
H	Module d'écrouissage	H	Module d'écrouissage
γ	Un terme de rappel	γ	Terme de rappel
		η	Terme de viscosité
		m	Exposant du terme de viscosité

L'identification des paramètres du modèle se fait en plusieurs étapes et pour chaque température. Le module d'élasticité E est déterminé soit à partir des essais de fatigue oligocyclique (premier quart de cycle), soit à partir de des essais de traction. Tous les autres paramètres sont déterminés de manière globale à partir des essais de caractérisation, grâce à des algorithmes génétiques dont le principe est décrit dans le paragraphe suivant.

4.5 Méthodes d'identifications – Optimisations

L'identification des paramètres correspond à l'optimisation d'une fonctionnelle objective qui évalue, pour un jeu de paramètres donné, l'adéquation entre la simulation du modèle et les observations expérimentales. Il existe plusieurs méthodes pour l'identification des paramètres de la loi de comportement [9] et nous avons retenu le principe des algorithmes génétiques pour cette étude.

4.6 Algorithmes génétiques

Parmi tous les types d'algorithmes existants, certains ont la particularité de s'inspirer de la théorie de l'évolution des espèces de Darwin : ce sont les algorithmes génétiques.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Un algorithme génétique va faire évoluer une population, correspondant ici à plusieurs ensembles de paramètres du modèle retenu, dans le but d'en améliorer les individus, c'est à dire un ensemble particulier de paramètres parmi la population. A chaque génération, les ensembles d'individus minimisant au mieux la fonctionnelle choisie seront ainsi sélectionnés et serviront à construire la génération suivante jusqu'à ce que l'ensemble de la population converge vers une solution optimale [10].

Le déroulement d'un algorithme génétique peut alors être découpé en cinq parties (figure V.21) :

- La création de la population initiale
- L'évaluation des individus
- La création de nouveaux individus
- L'insertion des nouveaux individus dans la population
- Répétition du processus

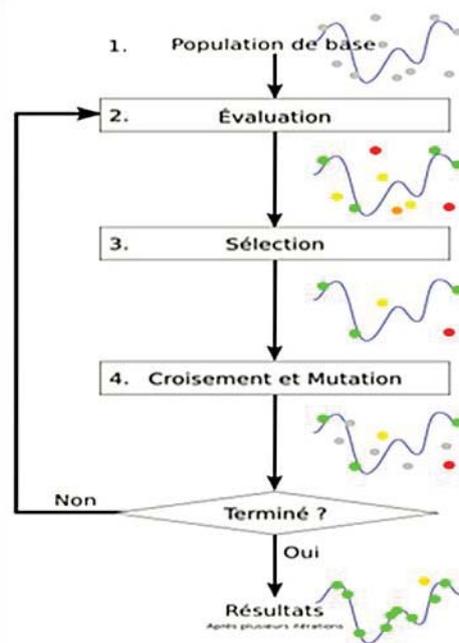


Figure V.21: Schéma de principe des algorithmes génétiques utilisés pour l'identification des paramètres des modèles.

Nous avons choisi 15 courbes expérimentales représentatives pour chaque température de caractérisation (5 paliers pour trois vitesses différentes). Ces courbes correspondent au cycle stabilisé. Pour chacune de ces courbes, la réponse du modèle a été calculée à partir d'un jeu de coefficients initial et les valeurs expérimentales du temps et de la déformation totale. Ensuite, pour chacun des points de la courbe, une erreur a été calculée. Elle est définie comme la

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

distance entre la contrainte expérimentale et la contrainte calculée. L'erreur globale pour chaque courbe est alors la somme de ces erreurs élémentaires divisée par la somme des contraintes réelles. Pour chaque ensemble de paramètres et pour chaque température, l'erreur moyenne est alors calculée à partir des 15 courbes retenues.

$$\mathbf{Erreur} = \frac{\sum |\sigma_{réelle} - \sigma_{calculée}|}{\sum |\sigma_{réelle}|}$$

Une population initiale d'individus est donc choisie aléatoirement et est évaluée. La moitié de la population minimisant au mieux cette erreur est conservée. Pour créer la génération suivante, de nouveaux ensembles de paramètres sont créés à partir de croisements entre ensemble de paramètres optimums mais aussi en simulant des mutations, permettant ainsi d'explorer des domaines de paramètres qui n'existaient pas dans la génération initialement évaluée. Lorsque le nombre maximum de générations défini est atteint (celui-ci a été définie dans des études préalables de manière à assurer la convergence), l'ensemble de paramètres dont l'erreur calculée est la plus faible est conservé.

Une fois les paramètres identifiés, la dernière étape est la validation du modèle de comportement sur l'ensemble de la base expérimentale en calculant l'erreur globale ainsi commise.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

4.7 Résultats de la simulation

Nous allons présenter dans cette partie les résultats du modèle *CHABOCHE* plastique CNL. Les paramètres obtenus après optimisation serviront de bornes pour l'algorithme génétique dans le cas du modèle élastoviscoplastique.

4.8 Resultants *CHABOCHE* plastique CNL

Le tableau V.4 rassemble les résultats obtenus avec le modèle *CHABOCHE* plastique CNL. Ces résultats sont la moyenne de 20 résultats obtenus en utilisant l'algorithme génétique.

Tableau V.4: Paramètres du modèle *CHABOCHE* plastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 ED

	T ambiante $\varepsilon^{\cdot}=10^{-2}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s	T =300°C $\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s	T =450°C $\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s	T =600°C $\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s			
E (GPa)	103	80	79	89	89	75	63
σ_y (MPa)	197	165	147	93	78	88	45
γ	711	819	759	925	819	684	802
H	137329	112956	99582	100845	92005	61719	69026
Fit (%)	4	4	5	6	4	6	5

Le tableau V.5 regroupe les résultats obtenus avec le modèle *CHABOCHE* plastique CNL pour le Glidcop AL-15 TD. Ces résultats sont la moyenne de 20 résultats obtenus en utilisant l'algorithme génétique.

Tableau V.5: Paramètres du modèle *CHABOCHE* plastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 TD

	T ambiante $\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s, $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s	$\varepsilon^{\cdot}=10^{-3}$ s	T =300°C $\varepsilon^{\cdot}=10^{-4}$ s
E (GPa)	104	94	93
σ_y (MPa)	168	89	68
γ	729	695	520
H	143232	104950	53787
Fit (%)	6	11	9

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

4.9 Comparaison simulation (plastique CNL) et résultats expérimentaux

À partir des paramètres identifiés des boucles d'hystérésis sont tracées et comparées avec les boucles d'hystérésis expérimentales correspondantes. Les résultats sont illustrés sur la figure V.22 et V.23. Une très bonne adéquation est obtenue entre les essais mécaniques et les simulations

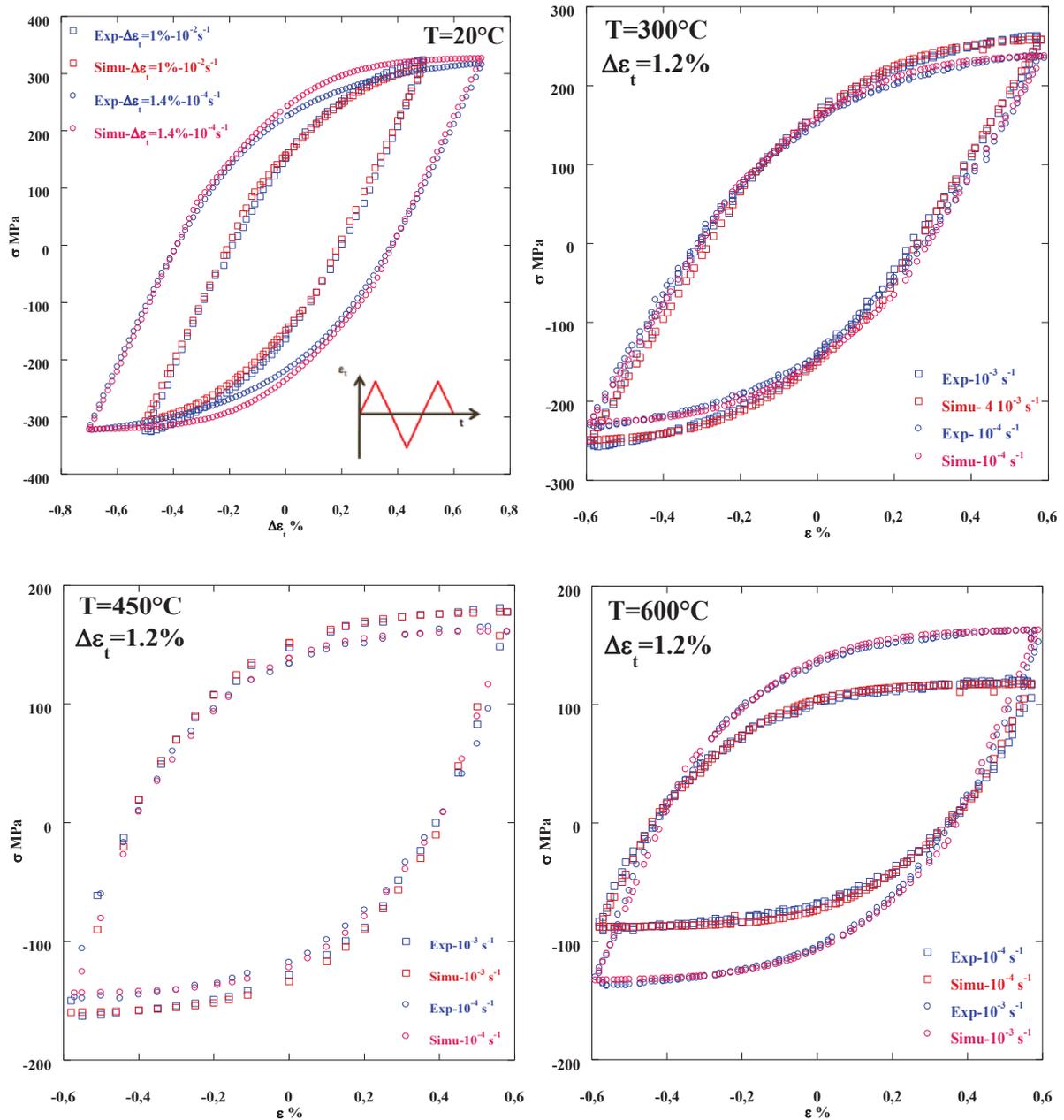


Figure V.22 : Comparaison simulation et résultats expérimentaux ; (a) T ambiante, (b) $T=300^\circ\text{C}$, (c) $T=450^\circ\text{C}$ et (d) $T=600^\circ\text{C}$ du Glidcop AL-15 ED

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

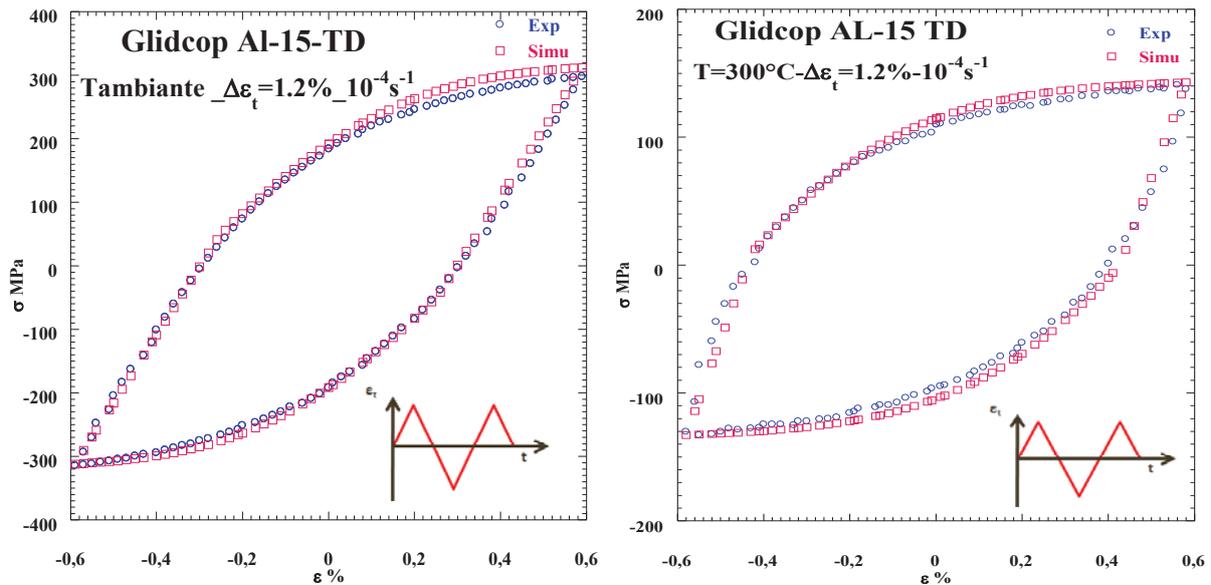


Figure V.23: Comparaison simulation et résultats expérimentaux du Glidcop AL-15 ED

4.10 Resultants *CHABOCHE* Viscoplastique (Norton- Hoff) CNL

Le tableau V.6 rassemble les résultats obtenus avec le modèle *CHABOCHE* viscoplastique CNL. Ces résultats sont la moyenne de 20 résultats obtenus en utilisant l'algorithme génétique.

Tableau V.6: Paramètres du modèle *CHABOCHE* viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15

ED

	T ambiante $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$	T=300°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$	T=450°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$	T=600°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{s}^{-1}$
E (GPa)	98	87	80	67
σ_y (MPa)	188	64	50	37
γ	1002	859	787	715
H	155439	106260	51992	31223
M	5.5	4.7	4.3	3.7
Eta	111	536	435	429
Fit (%)	3.4	7.5	8	7

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Le tableau V.7 regroupe les résultats obtenus avec le modèle *CHABOCHE* viscoplastique CNL pour le Glidcop AL-15 TD. Ces résultats sont la moyenne de 20 résultats obtenus en utilisant l'algorithme génétique.

Tableau V.7: Paramètres du modèle CHABOCHE viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15

	TD	
	T ambiante: $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$	T =300°C : $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$
E (GPa)	100	94
σ_y (MPa)	155	4.6
γ	890	1118
H	155662	89511
M	4.7	3.9
Eta	91	745
Fit (%)	5	10

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

4.11 Comparaison simulation (viscoplastique CNL) et résultats expérimentaux

À partir des paramètres identifiés, des boucles d'hystérésis sont tracées et comparées avec les boucles d'hystérésis expérimentales correspondantes. Les résultats sont illustrés sur la figure V.24 et V.25. Une très bonne adéquation est obtenue entre les essais mécaniques et les simulations.

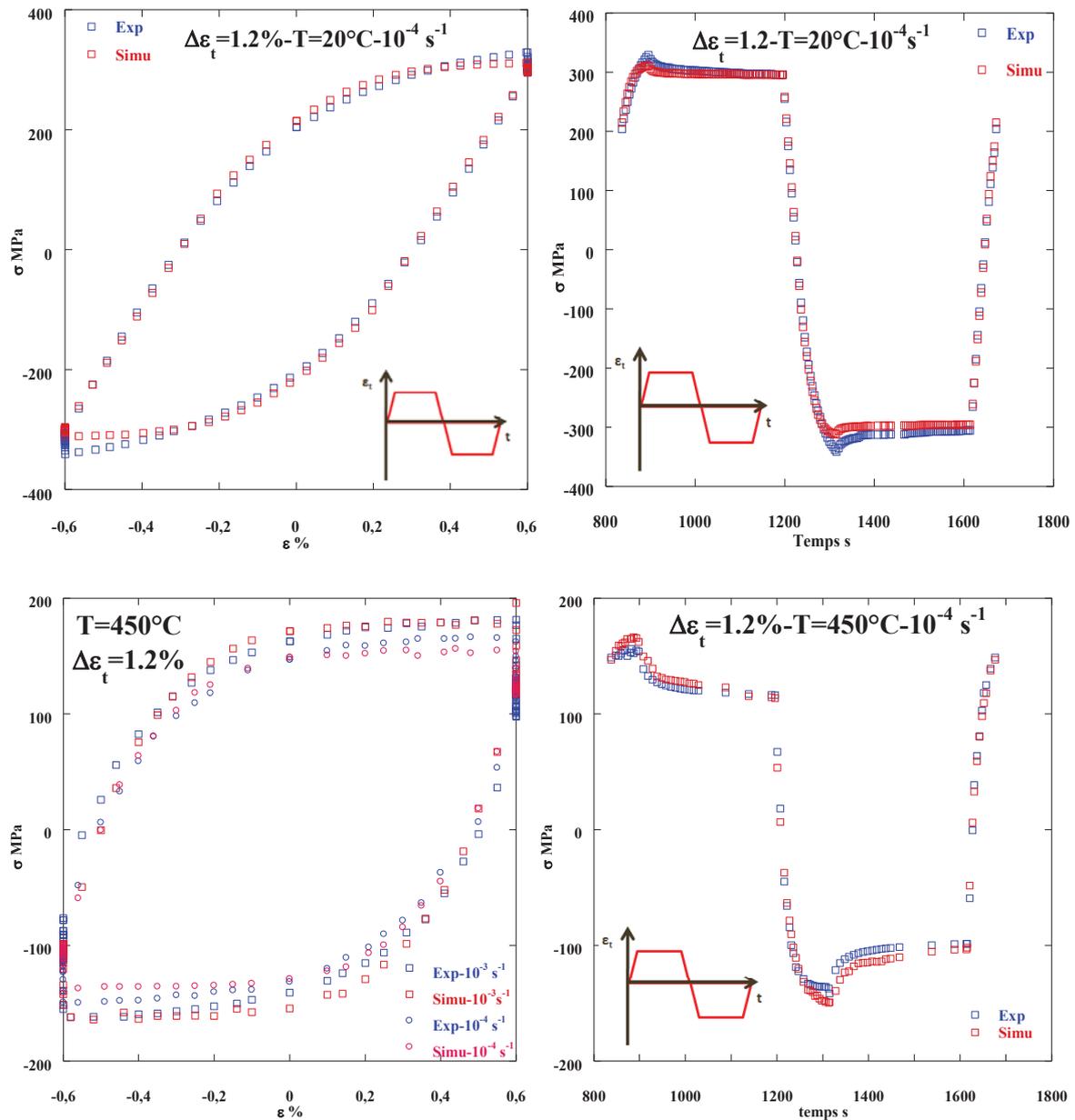


Figure V.24: Comparaison simulation et résultats expérimentaux ; (a et b) T ambiante (c et d) T=600°C du Glidcop AL-15 ED.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

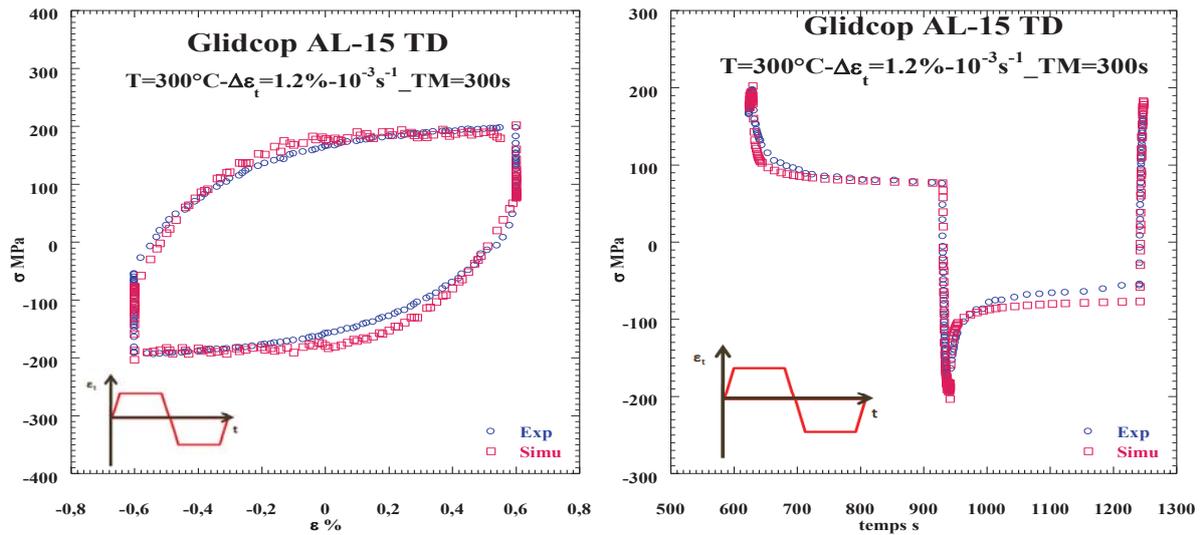


Figure V.25 : Simulation et résultats expérimentaux du Glidcop AL-15 TD

4.12 Resultants *CHABOCHE* Viscoplastique (Sinh) CNL

Le tableau V.8 rassemble les résultats obtenus avec le modèle *CHABOCHE* viscoplastique (sinh) CNL. Ces résultats sont la moyenne de 20 résultats obtenus en utilisant l'algorithme génétique.

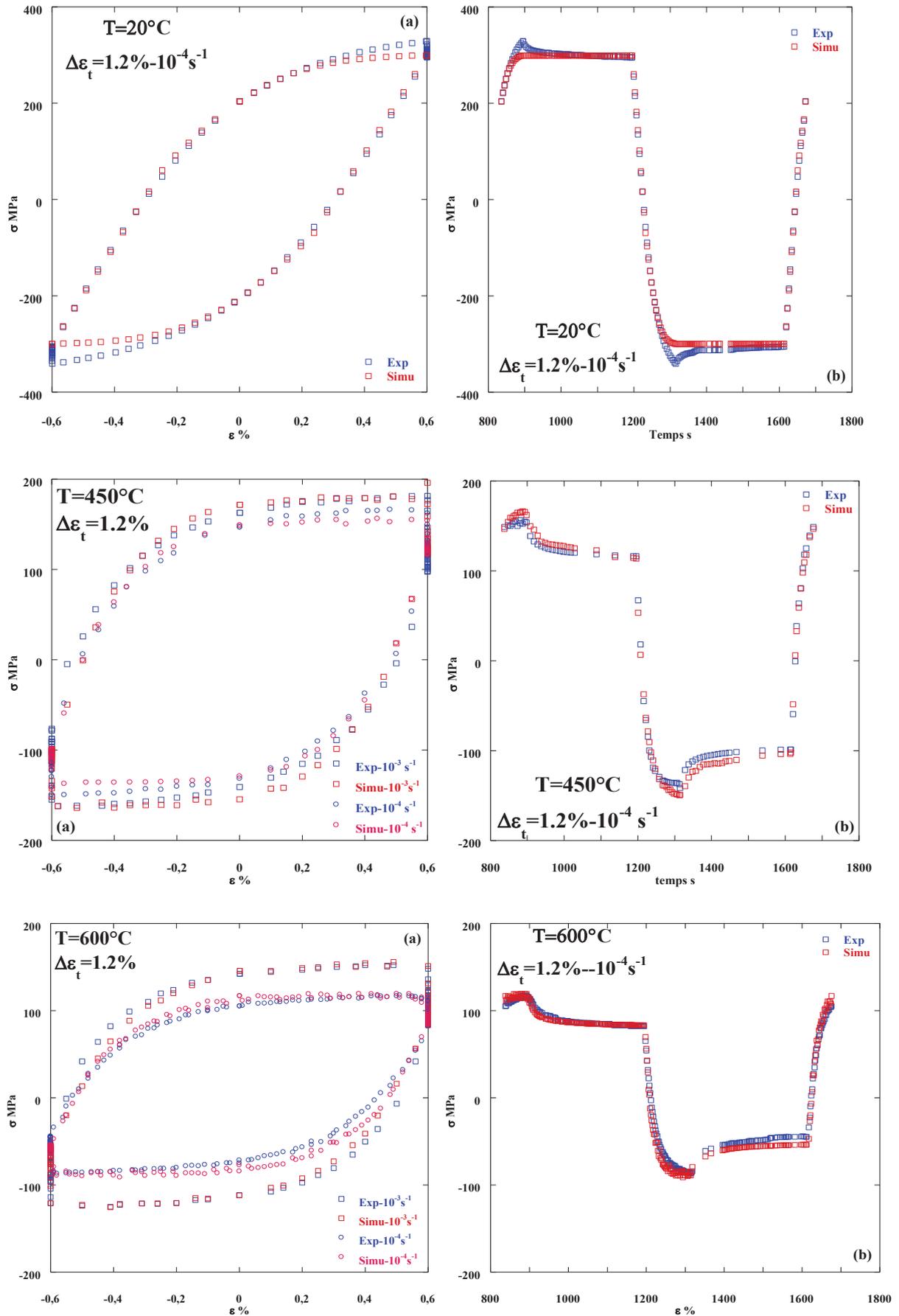
Tableau V.8: Paramètres du modèle *CHABOCHE* viscoplastique CNL obtenus pour le Glidcop AL-15 ED

	T ambiante $\dot{\epsilon}=10^{-2}s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}s^{-1}$	T=300°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}s^{-1}$	T =450°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}s^{-1}$	T =600°C $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$, $\dot{\epsilon}=10^{-4}s^{-1}$
E (GPa)	102	94	88	68
σ_y (MPa)	183	88	30	21
γ	898	742	869	1019
H	158567	84942	64321	61571
N	1.2	3.7	6.5	3.3
K	3.91	742	271	626
Fit (%)	3.4	7.5	7.8	7.3

4.13 Comparaison simulation (viscoplastique (Sinh CNL) et résultats expérimentaux

À partir des paramètres identifiés des boucles d'hystérésis sont tracées et comparées avec les boucles d'hystérésis expérimentales correspondantes. Les résultats sont illustrés sur la figure V.26. Une très bonne adéquation est obtenue entre les essais mécaniques et les simulations

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure



Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

5 Résultats simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)

Les calculs de structure du Crotch absorbeur par élément finis sont réalisés à l'ESRF sous ANSYS. Un modèle géométrique complet du Crotch absorbeur est dessiné. Ensuite deux maillages sont réalisés afin d'avoir un maillage beaucoup plus fin dans la zone de charge thermique. Les conditions aux limites sont définies de telle sorte à représenter l'environnement mécanique du Crotch absorbeur. Enfin un chargement thermique est appliqué. Le post traitement de données obtenues nous permette de caractériser en tout point le Crotch absorbeur. Nous allons nous intéresser aux déformations plastiques et à l'énergie totale des courbes contraintes-déformations dans le but d'estimer la durée de vie de notre absorbeur.

5.1 Le modèle géométrique complet

Nous avons travaillé sur le modèle géométrique complet de la pièce développé par l'ESRF. Nous pouvons visualiser sur la figure ci-dessous, les deux parties de l'absorbeur avec deux matériaux : le Glidcop AL-15 et le cuivre OFHC.

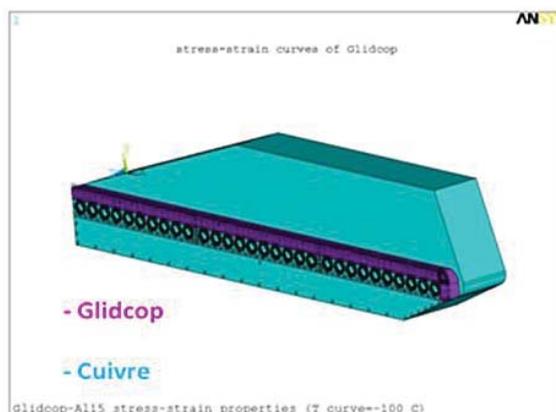


Figure V.27: Géométrie globale de l'absorbeur, mise en évidence des 2 matériaux

5.1.1 Propriétés matériaux et conditions aux limites

Les propriétés mécaniques thermiques (conductivité, coefficient de dilatation thermique et le coefficient de poisson) du cuivre OFHC et du Glidcop AL-15 sont reportés sur le tableau V.9.

Tableau V.9: Propriétés mécaniques thermiques du cuivre OFHC et de Glidcop AL-15

	Cu-OFHC	Glidcop AL-15
Thermal conductivity (W/mm/°C)	0.38	0.34
Thermal expansion coefficient ($\mu\text{m}/\text{m}/^\circ\text{C}$)	17	17
Poisson ratio	0.34	0.34

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Comme la durée de faisceau d'électrons est beaucoup plus longue que le temps de diffusion thermique dans les absorbeurs, seul l'état stationnaire sera considéré (courant de faisceau d'électrons au maximum 200 mA ou 300 mA) lors du calcul thermique. Le champ de température alors obtenu correspond alors au seul chargement appliqué au crotch lors du calcul mécanique. Le transitoire est alors déduit des conditions opératoires ; le chargement thermique stationnaire est alors appliqué selon une discrétisation temporelle. Pour des questions de symétrie, seule la moitié ou le quart du Crotch absorbeur est modélisée, comme illustré à la Figure V.28. Un maillage progressif a été défini afin d'avoir un maillage beaucoup plus fin dans la zone de chargement thermique (gradient de température élevé) que dans les autres régions.

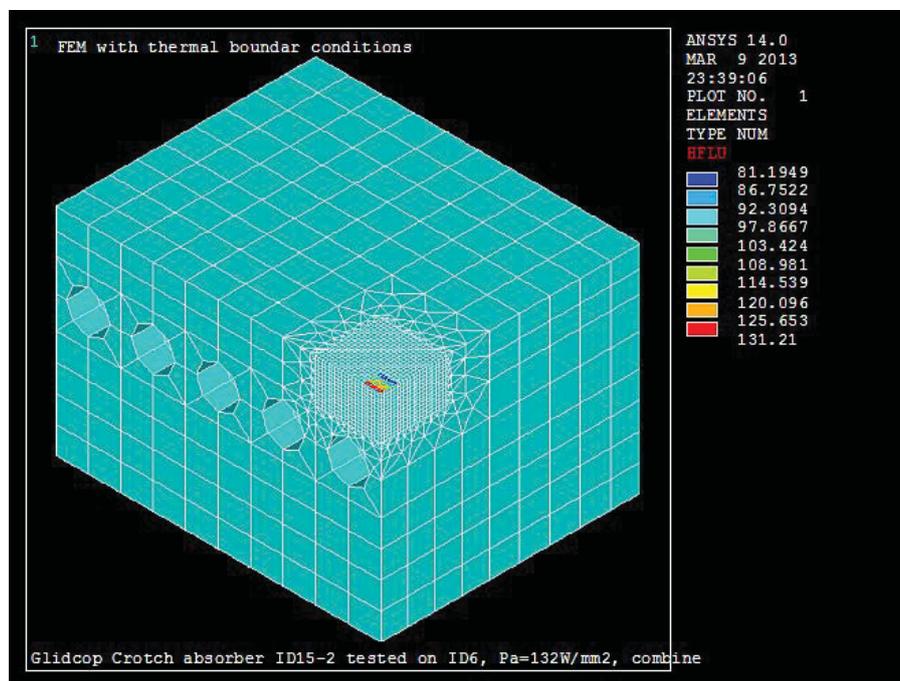


Figure V.28: Chargement thermique et maillage progressif du Crotch absorbeur

La pièce est bridée mécaniquement dans deux directions afin de bloquer la pièce (suppression des mouvements de corps rigide).

Tous les absorbeurs de l'ESRF sont refroidis par eau. Un coefficient de refroidissement de $h = 0,02 \text{ W/mm}^2 / ^\circ \text{C}$ a été appliqué sur la paroi refroidie. En pratique, le débit de l'eau a été réglé pour atteindre facilement le refroidissement nécessaire. Notez que les résultats obtenus par la suite sont pratiquement indépendants de ce coefficient de refroidissement h .

Le champ de température est appliqué sous la forme d'un palier. Le calcul contient trois cycles successifs identiques de 60 secondes chacun.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Le chargement thermique que reçoit le Crotch absorbeur est localisé sur une ligne horizontale très fine. La distribution de l'énergie à travers cette ligne est gaussienne. Deux densités de puissance du flux sont utilisées pour $P=125\text{W/mm}^2$ et $P=150\text{W/mm}^2$ correspondant respectivement à une intensité du faisceau de 200mA et 300 mA.

Nous obtenons alors les montées en température suivantes pour chaque puissance représentées sur la figure V.29.

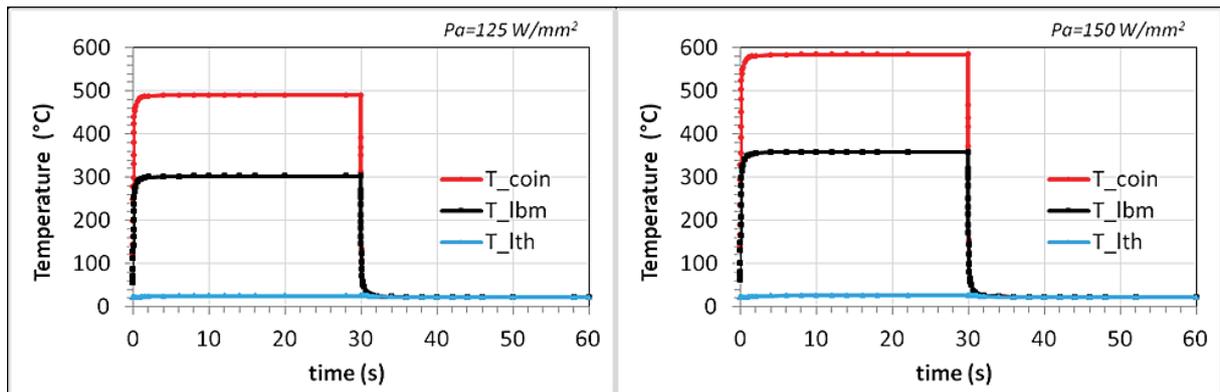


Figure V.29: cycle de température pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$ et $P=150\text{w/mm}^2$

6 Résultats de la simulation (calculs éléments finis sous ANSYS)

La figure V.30 représente les courbes contraintes déformations obtenues pour les deux puissances.

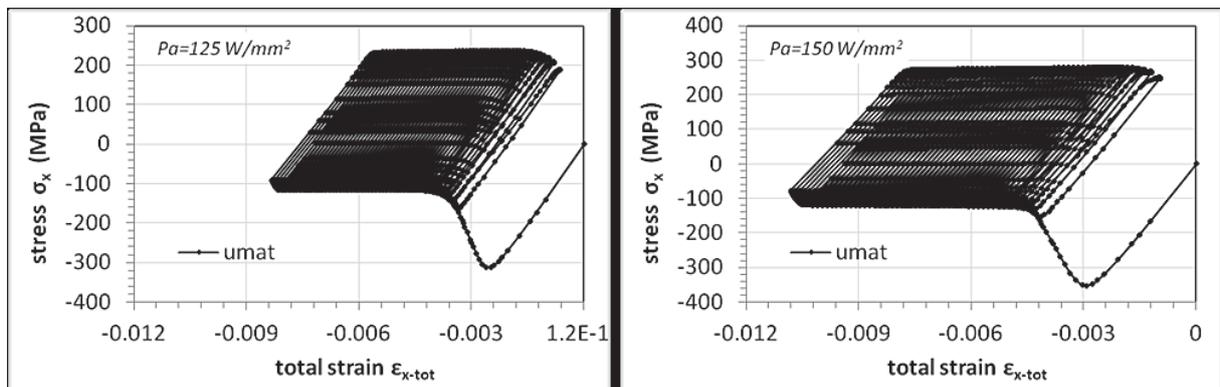


Figure V.30: Courbes contraintes déformations obtenues pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$ et $P=150\text{w/mm}^2$

La figure V.31 suivante représente les courbes contraintes déformation totale, élastique et plastique respectivement pour les deux puissances 125 W/mm^2 et 150W/mm^2 .

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

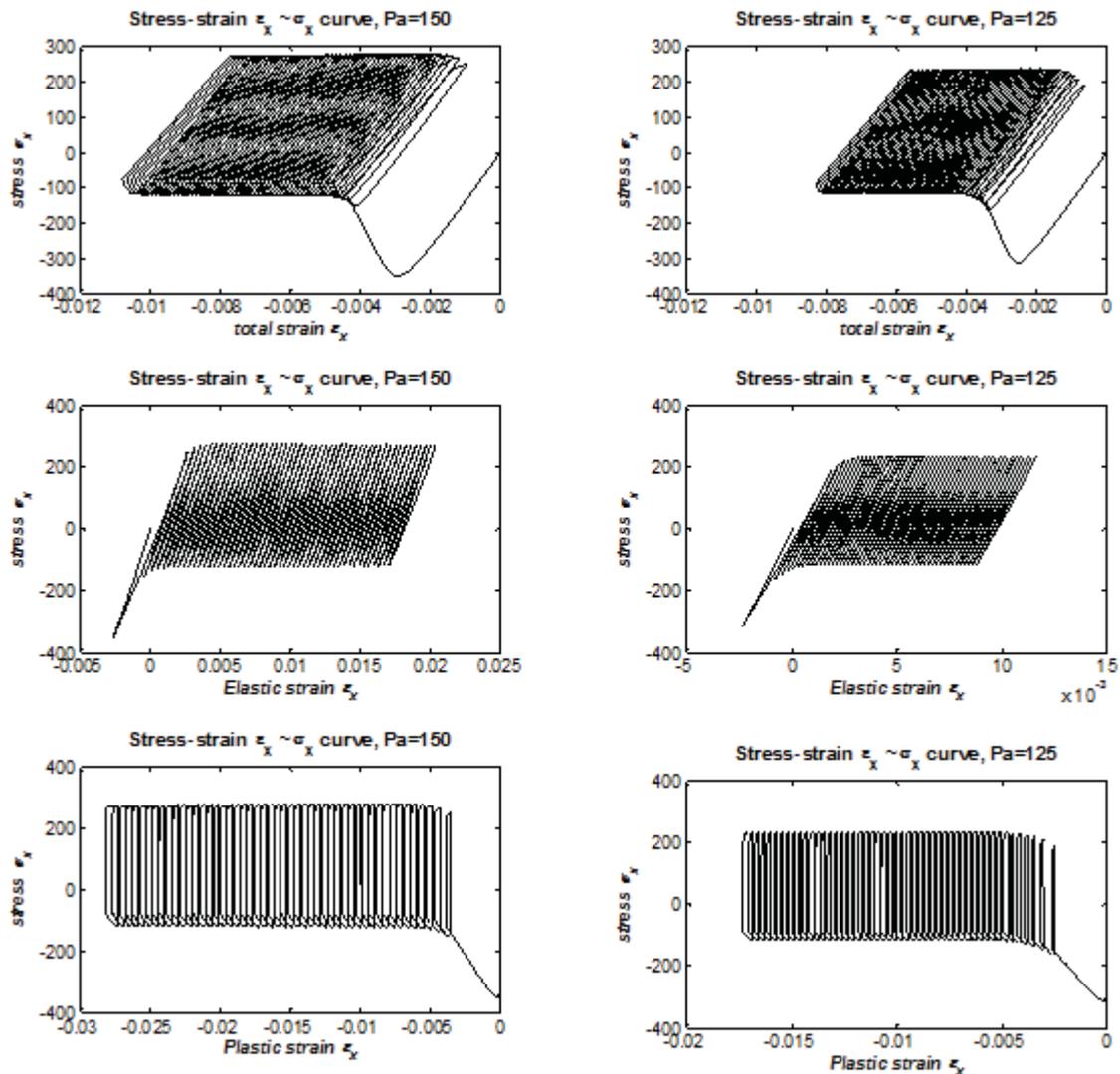


Figure V.31: Courbes contraintes déformation totale, élastique et plastique obtenues pour les deux puissances $P=125\text{w/mm}^2$, $P=150\text{w/mm}^2$

On constate sur ces figures que les boucles obtenues ne sont pas stabilisées. Une analyse plus fine durant le maintien en température montre qu'en fait, on obtient des phénomènes simultanés de fluage et de relaxation : la déformation viscoplastique augmente (en valeur absolue) et la contrainte diminue et ce, jusqu'à la fin du maintien. Ceci explique ce phénomène de « rochet » visible sur les courbes qui correspond donc en fait à un comportement purement visqueux du matériau durant ces phases.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

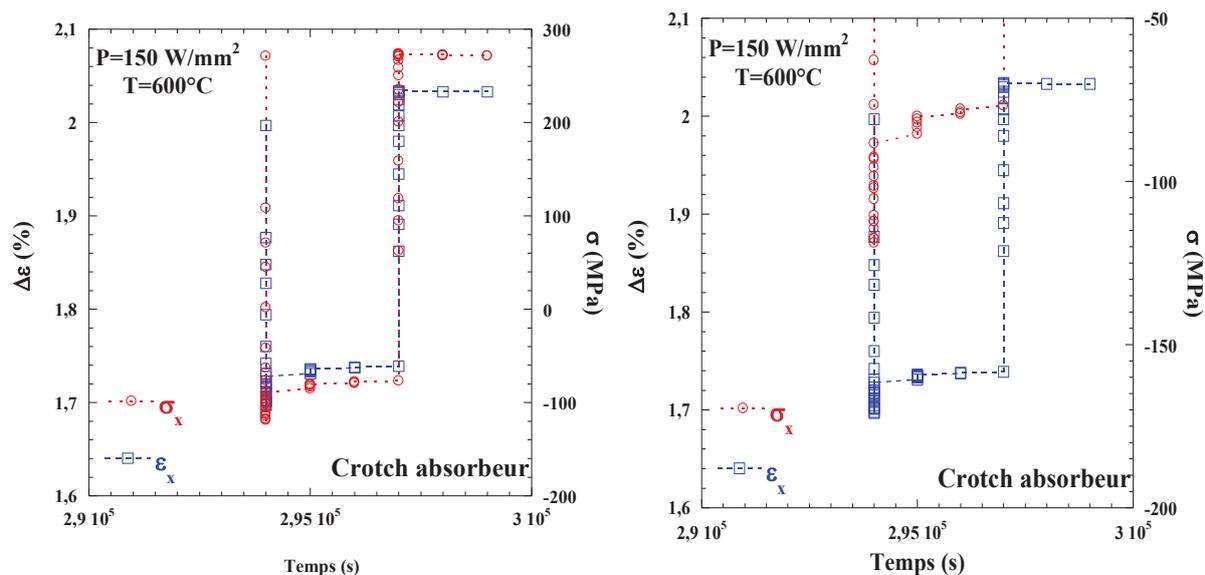


Figure V.32: courbes contrainte et déformation en fonction du temps pour une puissance $P=150\text{W/mm}^2$.

Ce phénomène de fluage-relaxation est accentué lorsqu'on augmente la puissance et donc, la température (Figure V.32).

On peut alors maintenant tenter une estimation des durées de vie de ces composants à partir de ces variations de contrainte et déformation dans la zone la plus chargée thermomécaniquement.

7 Critère de ruine :

Afin de prédire la durée de vie du Crotch absorbeur, il faut choisir un critère de ruine pertinent et approprié. Ce critère fait la jonction entre la tenue en fatigue des éprouvettes, les mécanismes d'endommagement observés et les résultats des calculs de structure. Le critère de ruine est, comme son nom l'indique, un critère d'endommagement à partir duquel le matériau sera considéré comme trop dégradé pour être encore utilisable. C'est un critère choisi par l'utilisateur. Une difficulté ici concerne le passage de l'éprouvette à la structure. En effet, sur éprouvette, le critère de ruine correspond à une chute de l'effort maximal de 25% induit par une fissure millimétrique se propageant dans la partie utile. Dans le cas de la structure, nous verrons dans la suite que la définition est moins précise. Différents types de critères existent [11] et, dans une première approche, nous choisissons ceux basés sur la déformation plastique cyclique et ceux basés sur l'énergie dissipée à chaque cycle.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

7.1 Courbe de Coffin-Manson

La figure V.33 représente les courbes Manson-coffin à différentes température du Glidcop AL-15.

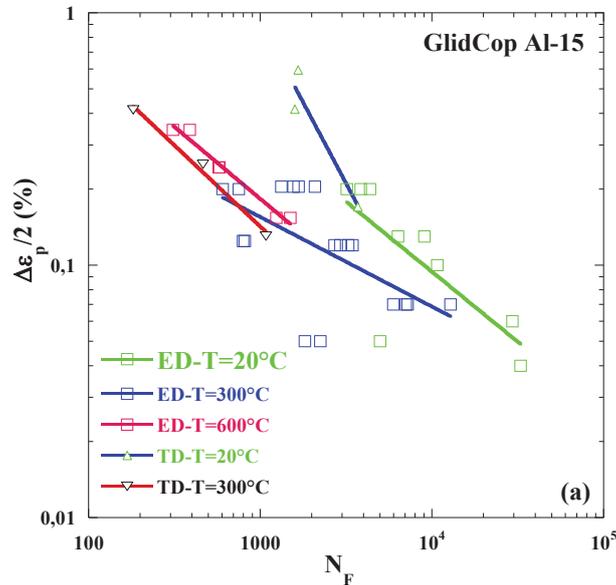


Figure V.33: Courbe de résistance à la fatigue en fonction de l'amplitude de déformation plastique.

7.1.1 Critère d'énergie anélastique

Le critère basé sur l'énergie anélastique comme indicateur de l'endommagement provient en grande partie de la dualité entre la contrainte, force motrice des mécanismes de déformation et d'endommagement, et la déformation anélastique, sa conséquence. Pour une même amplitude de déformation mécanique, si l'amplitude de déformation anélastique a tendance à augmenter avec la température, la contrainte associée a, quant à elle, tendance à diminuer. On peut donc s'attendre à ce que la variation d'énergie anélastique traduise cet effet. En effet, cette variation d'énergie anélastique est définie par l'équation suivante et représente dans le cas uniaxial, l'aire de la boucle d'hystérésis.

$$\Delta W_{an} = \int_{\text{cycle}} \sigma : \dot{\epsilon}_{an} dt$$

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

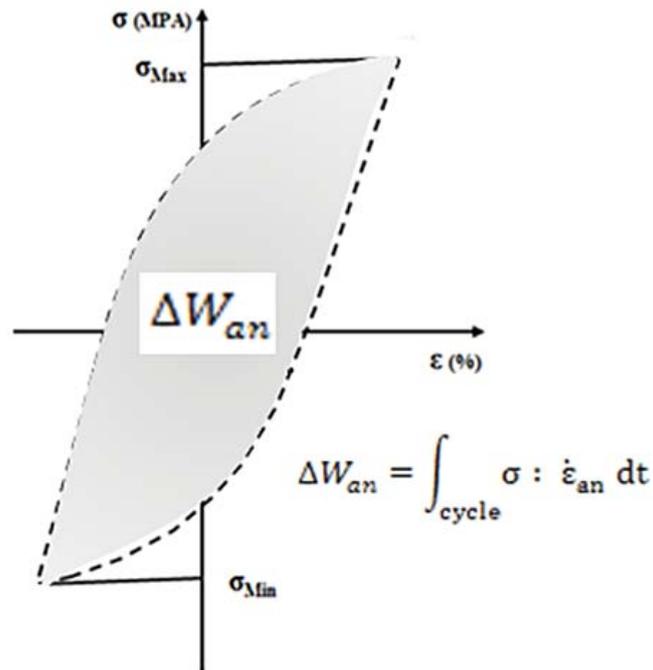


Figure V.34: Représentation du critère énergétique

Les figures suivantes présentent les énergies dissipées en fonction de la durée de vie pour les différents essais de fatigue isotherme réalisés sur éprouvette. Figures V.35.

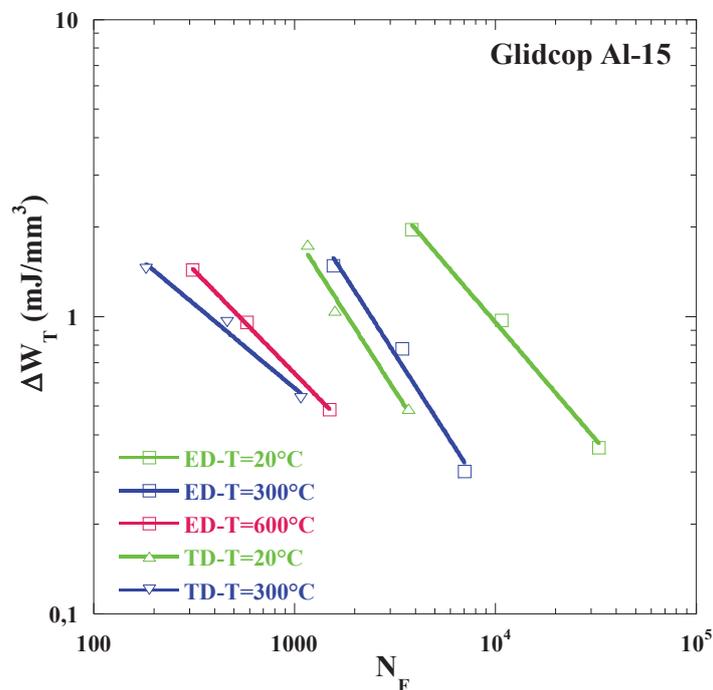


Figure V.35: Courbe du critère énergétique du Glidcop AL-15 (ED) et (TD)

On peut constater qu'il subsiste une influence de la température, de la vitesse et du sens de prélèvement même si ces effets semblent moins importants que dans le cas des courbes de Manson-Coffin.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Ces deux critères sont maintenant utilisés afin de comparer les durées de vie expérimentales obtenues dans le cas du Crotch et celles déterminées à partir de la simulation.

Tableau V.10: Valeurs des durées de vies calculées sur la crotch et leurs amplitude de déformation plasritique et ennergie total

	Nf (cycles)	$\Delta\epsilon_p/2$ (%)	Δw_t (mJ/mm ³)
T=300°C	>20000	0.009	0.039
T=500°C	5000-2000	0.285	0.153
T=600°C	3000-20000	0.045	0.34

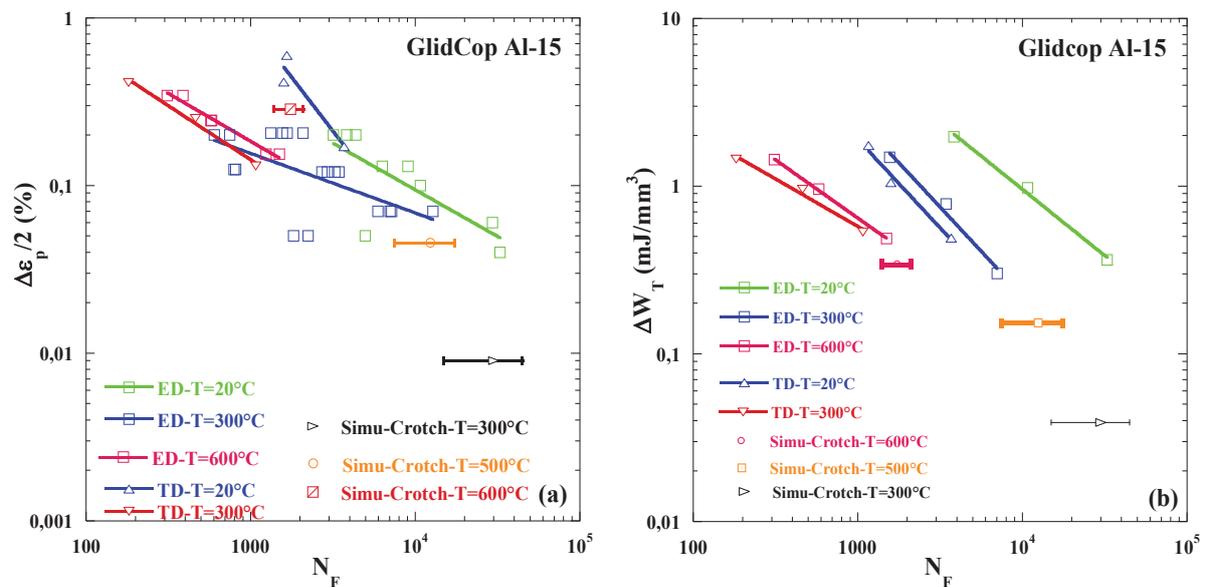


Figure V.36: Comparaison des durées de vie expérimental et simulée sur le Crotch ; a) critère Manson-coffin b) critère énergétique

Quelque soit le critère utilisé, on constate que les durées de vie expérimentales obtenues pour les crotch dans les deux conditions de chargement sont inférieures à celles prédites à partir des calculs. Deux premières remarques peuvent alors être formulées :

- Les durées de vie expérimentales à amorçage sont délicates à estimer sur structures. On peut certainement postuler que les durées de vie à amorçage sont encore inférieures à celles indiquées dans le tableau.10
- Les essais sur crotch sont réalisés sous vide poussé. Or, le vide modifie les modes d'endommagement et il a été précisé que les durées de vie sous vide sont généralement supérieures à celles sous air. Les courbes de Manson-Coffin et énergétiques obtenues à partir des essais isothermes sous air induisent donc des durées de vie qui sont sous-estimées.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Ces deux premières remarques ont comme conséquence une sous-estimation sur les figures V.36 de l'écart entre structures et éprouvettes.

Cependant, des phénomènes accentuant l'endommagement sont présents dans le cas du crotch :

- Les essais sur crotch ont été réalisés avec des temps de maintien de 30s à puissance maximale. Or, il a été montré dans la littérature au chapitre 4, que des temps de maintien de 2s et 10s en traction et compression dans le cas du Glidcop AL-25 entraîne une diminution des durées de vie à amorçage. Il s'agit d'un facteur endommageant.
- Les calculs ont montré durant ces même temps de maintien un phénomène de fluage combiné à une relaxation des contraintes. Nous sommes donc en présence d'une interaction possible entre fluage et relaxation qui a toujours des conséquences négatives sur les durées de vie.
- Les calculs montrent un chargement biaxial proportionnel, comme illustré sur la figure V.37 qui indique des contraintes dans le plan du même ordre de grandeur. Ce type de chargement peut avoir également un effet négatif sur les mécanismes d'endommagement et donc sur les durées de vie.

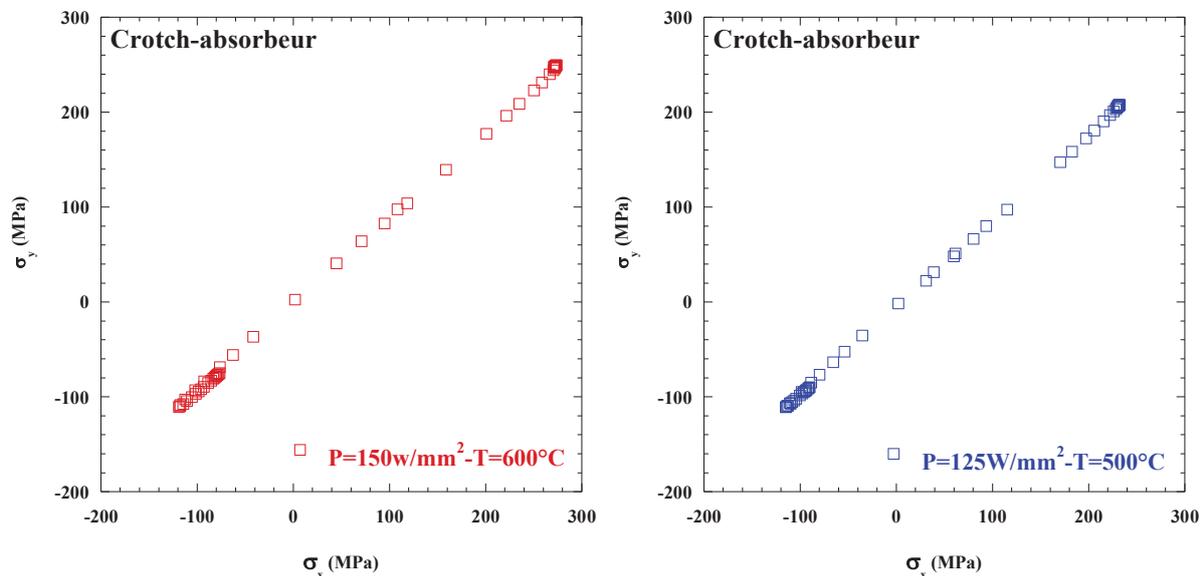


Figure V.37: Chargement biaxial proportionnel dans les deux directions (X, Y)

Il est donc délicat ici de conclure précisément quant à la pertinence ou non des critères retenus. Cependant, il est clair que les deux critères restent sensibles à la température, la vitesse et la durée de l'essai (lié à la vitesse). Il s'agirait donc à moyen terme de prolonger le

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

Conclusion

Des essais mécaniques uniaxiaux ont été réalisés à 20°C, 300, 450 et à 600°C sur des éprouvettes du Glidcop AL-15 dans les deux sens ED et TD. Une modélisation du comportement a été réalisée pour chaque sens de notre matériau. Un modèle viscoplastique de type chaboche avec écrouissage cinématique non linéaire a été choisi compte tenu des comportements mécaniques particulièrement visqueux du Glidcop AL-15 aux hautes températures. L'anisotropie observée n'est pas prise en compte ici et seul le sens long a été modélisé.

Les paramètres du modèle sont identifiés à partir des essais expérimentaux isothermes. De très bonnes adéquations sont trouvées entre le comportement expérimental et simulé. Les lois de comportements déterminées sont utilisées dans des calculs de structure représentant le crotch soumis à des chargements thermiques. Les réponses mécaniques montrent des trajets de chargement biaxiaux complexes, faisant apparaître des phénomènes de fluage-relaxation additionnés aux chargements cycliques. Le critère de Manson-Coffin et un critère basé sur l'énergie dissipée par cycle ont été utilisés. Les durées de vie prédites restent du même ordre de grandeur que les durées de vie expérimentales. Cependant, des travaux supplémentaires seraient nécessaires ici pour définir une approche réellement prédictive (interaction fatigue-fluage, temps de maintien, vide, anisotropie, chargement biaxial, ...).

Conclusion générale & perspectives

Conclusion générale & perspectives

L'objectif de ces travaux de recherche, collaboration entre l'ESRF, l'équipe *Métallurgie Physique et Génie des Matériaux (MPGM)* de l'*Unité Matériaux Et Transformations (UMET)*, et le *Laboratoire Mécanique de Lille (LML)*, est de pouvoir dimensionner les Crotch absorbeurs sous leurs nouvelles conditions de fonctionnement. Ces absorbeurs sont constitués d'une partie en Glidcop AL-15 qui reçoit le faisceau de rayons X, d'un circuit de refroidissement (refroidissement à l'eau) et d'une plaque en cuivre OFHC, le tout relié par une brasure.

Afin de répondre à cette problématique, l'étude s'est déroulée en plusieurs étapes :

- une étude métallurgique des matériaux constitutifs - le cuivre OFHC et le Glidcop AL-15 - du Crotch absorbeur a été réalisée. Une lumière est portée sur le mode de fabrication de Glidcop AL-15 (oxydation interne et extrusion) afin de comprendre les mécanismes métallurgiques impliqués dans son élaboration. Le Glidcop AL-15 est un cuivre pur renforcé par une dispersion d'oxydes d'alumine Al_2O_3 . Il contient 99.3 % de cuivre pur et 0.7% d'oxyde d'alumine en volume.
- une étude de l'effet de l'opération de brasage pour s'affranchir de l'absence d'effet sur les caractéristiques du Glidcop AL-15 en termes de changement de microstructure, d'accommodation cyclique et de durée de vie en fatigue.
- la mise en évidence de l'anisotropie du Glidcop AL-15 extrudé et ses conséquences sur le comportement mécanique. La durée de vie des éprouvettes en fatigue du Glidcop AL-15 prélevées dans le sens parallèle à la barre (ED) est plus élevée que celles prélevées dans le sens perpendiculaire (TD), même dans le cas où des contraintes plus faibles sont appliquées sur ce dernier. Les faciès de rupture monotone ou cyclique du Glidcop AL-15 dans les deux directions (ED et TD) présentent des différences majeures.
- l'identification du comportement et la compréhension des mécanismes d'endommagement du la Glidcop AL- 15 et du cuivre OFHC pur sous chargement cyclique dans une gamme de température [20°C-600°C] ont été réalisées. L'analyse des structures de dislocations des éprouvettes rompues par fatigue des deux matériaux a été menée. Les structures de dislocations observées dans le Glidcop AL-15 sont assez semblables à celles formées dans le cuivre OFHC, à paramètres de chargement identiques. Il n'y a pas de différences notables liées au sens de prélèvement. Nous retrouvons au final les mêmes structures de dislocations qui sont caractérisées par des murs dipolaires et des

Conclusion générale & perspectives

cellules formées ou en cours de formation. La présence de particules ne modifie pas de manière fondamentale, le mode de glissement, ni même les structures de dislocations.

- une étude approfondie sur la tenue en fatigue du Glidcop AL-15 est menée à différentes températures dans les deux directions (ED) et (TD). La réponse du Glidcop AL-15 dans les deux directions présente un durcissement modéré au tout début de l'essai et se stabilise ensuite. Une chute de contrainte est observée avant la rupture. La majeure partie de sa durée de vie est stable. La propagation de la fissure macroscopique est très rapide dans les deux directions (ED) et (TD). Deux effets, température et vitesse sont observés sur leur résistance à la fatigue. D'autres essais de fatigue oligocyclique sur la matrice du cuivre OFHC recuit et écroui ainsi qu'une comparaison de résultats ont été réalisés. Ces derniers sont similaires à ceux de la littérature.
- des essais de caractérisation sont effectués, ce qui a permis la caractérisation du comportement mécanique du Glidcop AL-15 dans une large gamme de température [20-600°C]. Ces essais ont mis en évidence un comportement viscoplastique du Glidop Al-15 à haute température et une forte relaxation de contrainte lors des essais avec temps de maintiens.
- la proposition d'un modèle de comportement : un modèle viscoplastique de type chaboche avec un écrouissage cinématique non linéaire, et une viscosité non-linéaire, décrite par une loi de type Norton-Hoff, est choisi compte tenu de ses comportements mécaniques particulièrement visqueux en hautes températures.
- la définition des paramètres du modèle qui donnent une très bonne adéquation avec le comportement expérimental. Une simulation pour les deux sens de prélèvement du Glidcop AL-15 a été effectuée.
- la confrontation des résultats simulés à ceux expérimentaux : les résultats des calculs de structure montrent notamment qu'il y a un accord relatif avec les résultats expérimentaux des essais de fatigue oligocyclique.
- la prise en compte de différents critères de ruine afin de prédire la durée de vie de l'absorbeur ; ceci reste encore à améliorer notamment pour obtenir de manière plus réaliste l'estimation de la durée de vie du Crotch absorbeur.

Conclusion générale & perspectives

Des travaux complémentaires à cette étude, pourraient être envisagés car quelques questions restent cependant ouvertes et donnent lieu à plusieurs perspectives de recherche :

- réaliser des essais de fatigue oligocyclique sous vide afin de s'affranchir des effets d'oxydation car le Crotch absorbeur fonctionne sous ultra-vide (10^{-9} à 10^{-11} mbar).
- réaliser des essais de fatigue oligocyclique avec temps de maintien en traction et en compression et avec temps de maintien en compression seulement, car le Crotch absorbeur subit une contrainte et une déformation en compression lors de son chargement thermique.
- approfondir les choix de critère de ruine qui décrira au mieux l'effet de fluage-relaxation observé sur le comportement du Glidcop AL-15.
- prendre en considération l'effet d'anisotropie dans le critère de prédiction de la durée de vie du Crotch absorbeur.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Chapitre 1 : Contexte industriel et matériaux

- [1] <http://www.esrf.eu/decouvrir/>
- [2] V Ravindranath, Sharma S, Rusthoven B, Gosz M, Zhang L, Biasci J-C. Thermal Fatigue Life Prediction of Glidcop® Al-15
- [3] V. Ravindranath Thermal Fatigue Life Prediction of Glidcop® Al-15 thèse Chicago, Illinois December 2006
- [4] SUNAO TAKAHASHI, MUTSUMI SANO, TETSURO MOCHIZUKI, A ATSUO WATANABEA AND HIDEO KITAMURA, FATIGUE LIFE PREDICTION FOR HIGH-HEAT-LOAD COMPONENTS MADE OF GLIDCOP BY ELASTIC-PLASTIC ANALYSIS J. SYNCHROTRON RAD. (2008). 15, 144–150
- [5] J.F. JINA, W.L. XIAOA, H.B. CHENA, THERMAL FATIGUE LIFE OF GLIDCOP AL-15 HIGH-HEAT-LOAD AIP Conf. Proc. 1233, pp. 982-986; doi:<http://dx.doi.org/10.1063/1.3452314> (5 pages)
- [6] W.L. Xiao, H.B. Chen, J.F. Jin Fatigue Life Prediction Strategies for High-Heat-Load Components Key Engineering Materials, 452-453, 789 November, 2010 789-792
- [7] L HARDY ESRF: Aspects du fonctionnement des accélérateurs au jour le jour : Cours donné dans le cadre de l'Ecole d'Accélérateurs IN2P3 – La Londe Les Maures – 14-18 Septembre 2009 révision II : juin 2009.
- [8] Laurent S. Nadolski : physique et technologies d'une source synchrotron séminaire APIM 8 décembre 2011
- [9] D ARAAUD, J BARBERY et al Propriétés du cuivre et de ses alliages ; M4640 ; Techniques de l'Ingénieur
- [10] Raison, Georges; Sleeve for casting cylinders for continuous casting of metal, in particular of steel, on or between the cylinders; September 1994; Patent EP0477121
- [11] A.V. Nadkarni. In: E. Ling and P.W. Taubenblat, High conductivity Copper and Aluminum Alloys, The Metallurgical of AIME, Warrendale, PA, 1984:77
- [12] Joanna Groza. Heat-resistant dispersion-strengthened copper alloys, Journal of Materials Engineering and performance, 1992, 1(1):113-121
- [13] M.A. Morris, D.G. Morris. Microstructural refinement and Associated strength of copper alloys obtained by mechanical alloying, Material Science and Engineering, 1989, A111:115-127
- [14] C. Biselli, D.G. Morris, N. Randall. Mechanical alloying of high-strength copper alloys containing TiB₂ and Al₂O₃ dispersoid particles Scripta Metallurgica et Materialia 1994, 30(10): 1327-1332
- [15] D.L. Zhang, J.J. Richmond. Microstructural evolution during combustion reaction between CuO and Al induced by high energy ball milling, J. materials science, 1999, 34:701-706
- [16] Kiyoshi Ichikawa, Masakazu Achikita. Electric conductivity and mechanical properties of carbide dispersion-strengthened copper prepared by compocasting, Materials Transactions, JIM, 1993 34(8): 718-724
- [17] Yong-Jai Kwon, Makoto Kobashi. Synthesis of a copper Matrix composite by combustion synthesis and simultaneous bonding with aluminum, Transaction of Japan Metallurgica, 1999 63(9) : 1109-1112

Références bibliographiques

- [18] J.K. Park, S.J. OH, C.H. Jung et al. Al₂O₃-dispersed Cu prepared by the Combustion synthesized powder, *Journal of Materials Science Letters* 1999, 18: 67-70
- [19] Jongsang Lee, J.Y. Jung, Eon-Sik Lee et al. Microstructure and properties of titanium Boride dispersed Cu alloys fabricated by spray forming, *Materials Science and Engineering*, 2000, A277: 274-283
- [20] Yu Yanmei, Yang Gencang, Li Hualun. A new method for fabrication of Cu-Al₂O₃ composite by internal oxidation, *Powder Metallurgy Technology*, 2000, 18(4) : 252-256
- [21] Y.Dabin ;Roscoff – Matériaux pour le vide et les rayonnements - 29Sept-2 Oct 2008
- [22] K Songa, J Xinga, Q Dong, P Liu, B Tianb, X Caoc :Internal oxidation of dilute Cu–Al alloy powders with oxidant of Cu₂O ; *Materials Science and Engineering A* 380 (2004) 117-122.
- [23] R.F. Need D.J. Alexander et al The effects of equal channel angular extrusion on the mechanical and electrical properties of alumina dispersion-strengthened copper alloys *Materials Science and Engineering: A* Volume 565, 10 March 2013, Pages 450–458
- [24] C Jianyi, W Mingpu, LI Zhou, W Yanhui : Nano scale Al₂O₃ Dispersion-strengthened Copper Alloy Produced by Internal Oxidation China – EU Forum on Nanosized Technology.
- [25] M X Guo, M.P. Wang, K. Shen, L.F. Cao, W. Tan. Tensile fracture behavior characterization of dispersion strengthened copper alloys. *Journal of Alloys and Compounds* 469 (2009) 488–498.
- [26] M.X. Guo, M.P. Wang, L.F. Cao, R.S. Lei. Work softening characterization of alumina dispersion strengthened copper alloys. *Materials Characterization* 58 (2007) 928–935.
- [27] R Vieira, J Feng, R J Thome, R M Pelloux, C W Bushnell. Evaluation of alumina dispersion strengthened (ods) copper for possible use in the central solenoid & TF coils for the compact ignition tokamak.
- [28] J. D. Troxell. Glidcop® dispersion strengthened copper: potential applications in fusion power generators.
- [29] S. Sato, T. Hatano, T. Kuroda, K. Furuya, S. Hara, M. Enoeda, H. Takatsu. Optimization of HIP bonding conditions for ITER shielding blanket/first wall made from austenitic stainless steel and dispersion strengthened copper alloy. *Journal of Nuclear Materials* 258±263 (1998) 265±270.
- [30] T Hatano, M. Gotoh, T. Yamada, Y. Nomura, M. Saito. Crack propagation tests of HIPed DSCu/SS joints for plasma facing components. *Fusion Engineering and Design* 49–50 (2000) 207–212.
- [31] S. T ahtinen, A. Laukkanen, B.N. Singh. Damage mechanisms and fracture toughness of Glidcop® CuAl25 IG0 copper alloy. *Journal of Nuclear Materials* 283±287 (2000). 1028±1032.
- [32] S D Preston, I. Bretherton, C B A. FortyThe thermophysical and mechanical properties of the copper heat sink material intended for use in ITER. *Fusion Engineering and Design*. 66_/68 (2003) 441_/446
- [33] L. Thomas-Ogbuji, D.L. Humphrey, Oxidation–reduction resistance of advanced copper alloys. NASA/TM.2003-212549
- [34] Thierry BAUDIN Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations : Techniques de l'Ingénierie urM 4 138 – 1

Références bibliographiques

- [35] Bouquerel, J. (2008) “Modelling and characterisation of multiphase TRIP steel under static and dynamic loading.” Thèse de Doctorat, Universiteit Gent.
- [36] A.V. Nadkarni, J.D. Troxell, F. Verniers, GlidCop: dispersion strengthened copper: an advanced copper alloy system for automotive and aerospace applications; Internal Report; SCM Metal Products Inc; Cleveland, OH, USA.
- [37] J LEE, Y CHAN KIM, S LEE, S AHN, and NACK J. KIM: Correlation of the Microstructure and Mechanical Properties of Oxide-Dispersion-Strengthened Coppers Fabricated by Internal Oxidation; metallurgical and materials transactions a volume 35a, february 2004-493

Chapitre II: Effet du brasage et effet d'anisotropie

- [1] D. DUPART, A. FALGA, FATIGUE DES MATERIAUX METALLIQUES-THEORIE AEROSPATIALE MATRA AIRBUS : DECEMBRE 2000.
- [2] C. BATHIAS, J.P.BAÏLON, LA FATIGUE DES MATERIAUX ET DES STRUCTURES (2EME EDITION REVUE ET AUGMENTEE) PARIS :HERMES,1997.
- [3] A. BRAND, J.F FLAVENOT, R. GREGORIE, C. TOURNIER, DONNEES TECHNOLOGIQUES SUR LA FATIGUE (4EME EDITION REVUE ET CORRIGEE) CETIM, 1999.
- [4].G. HENAFF, F. MOREL, FATIGUE DES STRUCTURE ENDURANCE CRITERE DE DIMENSIONNEMENT PROPAGATION DES FISSURE, RUPTURE ; ELLIPSES 2005.
- [5] SURESH, S. (1991) “FATIGUE OF MATERIALS.” CAMBRIDGE SOLID STATE SCIENCE SERIES, PRINTED IN GREAT BRITAIN BY CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS
- [6] DIDIER DUPRAT ; FATIGUE ET MECANIQUE DE LA RUPTURE DES PIECES EN ALLIAGE LEGER ; BM 5 052.
- [7] SAMAL, P.K. (1992). BRAZING AND DIFFUSION BONDING OF GLIDCOP® DISPERSION STRENGTHENED COPPER [BROCHURE]. N.C.: THE MINERALS, METALS AND MATERIALS SOCIETY.
- [8] SEMINAIRE « BRASAGE » 13 ET 15 MARS 2006 THIERRY BAFFIE INGENIEUR DE RECHERCHE, CEA GRENOBLE
- [9] PHILIPPE MONNEAU – SDMS LES LIAISONS DU CUIVRE [HTTP://SFP.IN2P3.FR/ACCELERATEUR/INTERDIVISION/ROSCOFF-2000/CONTENU/INDUSTRIELS/SDMS/CONFUIVRE.HTML](http://sfp.in2p3.fr/ACCELERATEUR/INTERDIVISION/ROSCOFF-2000/CONTENU/INDUSTRIELS/SDMS/CONFUIVRE.HTML)
- [10] JEAN BARBERY TRAITEMENTS THERMIQUES DU CUIVRE ET DE SES ALLIAGES
- [11] D ARNAUD, J BARBERY ET AL PROPRIETES DU CUIVRE ET DE SES ALLIAGES
- [12] J. D. TROXELL G LIDCOP DISPERSION STRENGTHENED COPPER: POTENTIAL APPLICATIONS IN FUSION POWER GENERATORS.
- [13] STEPHENS, J.J. ; BOURCIER, R.J. ET AL MECHANICAL PROPERTIES OF DISPERSION STRENGTHENED COPPER: A COMPARISON OF BRAZE CYCLE ANNEALED AND COARSE GRAIN MICROSTRUCTURES
- [14] MESLET AL-HAJRI ET AL INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON TENSILE RESPONSE OF AN OXIDE DISPERSION STRENGTHENED COPPER, JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, 1999, PAGES: 290-297.

Références bibliographiques

- [15] C. RIGOLLET. CONTRIBUTION A L'ETUDE DES MECANISMES DE DEFORMATION ET D'ENDOMMAGEMENT A CHAUD D'UN MATERIAU COMPOSITE BASE CUIVRE RENFORCEE PAR UNE DISPERSION D'ALUMINE, INSA 1995
- [16] HENRY C. DEGROH III, DAVID L. ELLIS, AND WILLIAM S. LOEWENTHAL COMPARISON OF GRCOP-84 TO OTHER CU ALLOYS WITH HIGH THERMAL CONDUCTIVITIES, NASA 2007
- [17] B.N. SINGH, D.J. EDWARDS, M. ELDRUP, P. TOFT : EFFECTS OF HEAT TREATMENT AND NEUTRON IRRADIATION ON MICROSTRUCTURES AND PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF COPPER ALLOYS.
- [18] M. LI , J.K. HEUER , J.F. STUBBINS , D.J. EDWARDS : FRACTURE BEHAVIOR OF HIGH-STRENGTH, HIGH-CONDUCTIVITY COPPER ALLOYS.

Chapitre III: Mécanismes d'endommagement

- [1] P. SUQUET, RUPTURE ET PLASTICITE, COMPORTEMENTS NON LINEAIRES DES MATERIAUX SOLIDES, PAGE 11.
- [2] R.D. DOHERTY ET AL, CURRENT ISSUES IN RECRYSTALLIZATION , MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A238 (1997) 219–274
- [3] MUGHRABI, H., MAT. SCI. ENG. 33 (1978) 207.
- [4] AVERY, D. H. ET BACKOFEN, W. A., ACTA METAL. IL (1963) 653.
- [5] ABEL, A., WILHELM, M. ET GEROLD, V., MAT. SCI. ENG. 37 (1979) 187.
- [6] WOODS, P. J., PHILOS. MAG. 28 (1973) 155
- [7] T. MAGNIN, ET AL ASPECTS MICROSTRUCTURAUX DE LA DEFORMATION CYCLIQUE DANS LES METAUX ET ALLIAGES C. C. ET C.F.C. CONSOLIDATION CYCLIQUE REVUE PHYS. APPL. 19 (1984) 467-482.
- [8] MUGHRABI, H., CONTINUUM MODELS OF DISCRETE SYSTEMS 4 (ED. O. BRULIN ET R. K. T. HSIEH, NORTH-HOLLAND PUBLISHING COMPANY) 1981, p. 241.
- [9] N. THOMPSON, N. WADSWORTH ET N. LOUAT : THE ORIGIN OF FATIGUE FRACTURE IN COPPER. PHIL.MAG., 1:113–126, 1956.
- [10] Z.S. BASINSKI, R. PASCUAL ET S.J. BASINSKI : LOW AMPLITUDE FATIGUE OF COPPER SINGLE CRYSTALS. THE ROLE OF THE SURFACE IN FATIGUE FAILURE. ACTA METALL., 31:591 602, 1983.
- [11] B.-T. MA ET C. LAIRD : OVERVIEW OF FATIGUE BEHAVIOR IN COPPER SINGLE CRYSTALS : I. SURFACE MORPHOLOGY AND STAGE I CRACK INITIATION SITES FOR TESTS AT CONSTANT STRAIN AMPLITUDE. ACTA MAT., 37:325–336, 1989.
- [12] BROWN, L. M., PROC. INT. CONF. ON DISLOCATION MODELLING OF PHYSICAL SYSTEMS (GAINESVILLE, FLA. ACTA/SCRIPTA MET.) 1980, p. 79.
- [13] FORSYTH, P. J. E., NATURE (1953) 171, 172.
- [14] FORSYTH, P. J. E., J. INST. MET. 89 (1955) 395.
- [15] GROSSKREUTZ, J. C., PHYS. STATUS SOLIDI (B) 47(1971) 359.
- [16] CALABRESE, C. ET LAIRD, C., MAT. SCI. ENG. 13 (1974) 141.
- [17] SASTRY, S. M. ET RAMASWAMI, B., PHILOS. MAG. 28 (1973) 149.

Références bibliographiques

- [19] ATKINSON, J. D., BROWN, L. M., KWADJO, R., STOBBS, W. M., WINTER, A. T. ET WOODS, P. J., PROC. ICSMA 3 CAMBRIDGE (THE INSTITUTE OF METALS. THE IRON AND STEEL INSTITUTE) 1973, P. 402.
- [20] LEE, J. K. ET LAIRD, C., MAT. SCI. ENG. 48 (1982) 39.
- [21] J. MENDEZ, P. VIOLAN, M. QUINTARD ET C. GASC : CHARACTERIZATION OF FATIGUE DAMAGE IN FINE-GRAINED COPPER TESTED IN AIR AND IN VACUUM. IN L. FARIA, EDITEUR : 5TH PROC. OF EUROP. CONF. ON FRACTURE, PAGES 515–522, LISBON, PORTUGAL, 1984.
- [22] J. MENDEZ COMPORTEMENT INTRINSEQUE ET EFFETS D'ENVIRONNEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX METALLIQUES ECOLE THEMATIQUE PLASTOX, ARGELES SUR MER 19 – 25 MAI 2007.
- [23] J.-B. VOGT. DOCTORAT D'ETAT – 1991 – UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Chapitre IV : Comportement en fatigue oligocyclique

- [1] S.J. ZINKLE AND S.A. FABRITSEV: "COPPER ALLOYS FOR HIGH HEAT FLUX STRUCTURE APPLICATIONS", ATOMIC AND PLASMA-MATERIAL INTERACTION DATA FOR FUSION, 1994, VOL.5.
- [2] J. D. TROXELL G LIDCOP DISPERSION STRENGTHENED COPPER: POTENTIAL APPLICATIONS IN FUSION POWER GENERATORS
- [3] S.J. ZINKLE: REPORT NO. DOE/ER-0045/16, PP. 163-167, PROGRESS REPORT, MARCH 31, 1986.
- [4] J.E. SYNK AND K. VEDULA: MATER. SCI. AND TECHNOLOGY, 1987, VOL. 3, PP. 72-75.
- [5] J.J. STEPHEN AND D.T. SCHMALE: SANDIA NATIONAL LABORATORIES, REPORT NO. SAND87-1296,, 1987.
- [6] J.J. STEPHEN, R.J. BOURCIER, F.J. VIGIL AND D.T. SCHMALE: SANDIA NATIONAL LABORATORIES, REPORT NO. SAND88-1351, 1988.
- [7] V.R. BARABASH, G.L. SAKSAGANSKY, Y.F. SHEVAKIN AND E. AL.: REPORT NO. ITER-IL NE-1-0-3, ITER SPECIALIST MEETING ON MATERIALS DATA BASE, FEB. 1990.
- [8] T.J. MILLER, S.J. ZINKLE AND B.A. CHIN: J. NUCL. MATER., 1991, VOL. 179-181, PP. 263 266.
- [9] S.S. MANSON: BEHAVIOR OF MATERIALS UNDER CONDITIONS OF THERMAL STRESS, NATIONAL ADVISORY COMMISSION ON AERONAUTICS, REPORT NO. 1170, CLEVELAND: LEWIS FLIGHT PROPULSION LABORATORY.
- [10] L.F. COFFIN: "A STUDY OF THE EFFECTS OF CYCLIC THERMAL STRESSES ON A DUCTILE METAL", TRANSACTIONS OF ASME, 1954, VOL. 76, PP. 931-50.
- [11] T.S. SRIVATSAN ET AL: THE TENSILE DEFORMATION, CYCLIC FATIGUE AND FINAL FRACTURE BEHAVIOR OF DISPERSION STRENGTHENED COPPER MECHANICS OF MATERIALS 36 (2004) 99–116
- [12] W.D. NIX AND J.C. GIBELING: FLOW AND FRACTURE AT ELEVATED TEMPERATURE, AMER. SOC. FOR METALS, METALS PARK, 1985.
- [13] J. ROBLES, K.R. ANDERSON, J.R. GROZA AND J.C. GIBELING: "LOW-CYCLE FATIGUE OF DISPERSION-STRENGTHENED COPPER", METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, 1994, VOL. 25A, (OCTOBER), PP. 2235-2245.

Références bibliographiques

- [14] S. SRIVATSAN, S. ANAND AND J.D. TROXELL: "HIGH STRAIN CYCLIC FATIGUE AND FRACTURE OF AN OXIDE DISPERSION STRENGTHENED COPPER ALLOY", ENGINEERING FRACTURE MECHANICS, 1993, VOL. 46, (2), PP. 183-198.
- [15] B.E. JELKE: LOW CYCLE FATIGUE AND CRACK GROWTH IN OXYGEN FREE HIGH CONDUCTIVITY COPPER, MASTER OF SCI. THESIS, UNIVERSITY OF ILLINOIS AT URBANA CHAMPAIGN, 1989.
- [16] K. HATANAKA AND Y. ISHIMOTO: "AN ANALYSIS OF STRAIN RATE DEPENDENT CYCLIC STRESS- STRAIN RESPONSE AND FATIGUE LIFE IN COPPER", PROC. OF THE 1992 JOINT ASME/JSME CONFERENCE ON ELECTRONIC PACKAGING, MILPITAS, CA, USA, ASME, 1992, PP. 813-818.
- [17] K.D. LEEDY AND J.F. STUBBINS: PRIVATE COMMUNICATION, UNIVERSITY OF ILLINOIS AT URBANA- CHAMPAIGN, URBANA, IL, JUNE, 1996.
- [18] J.O. RATKA AND W.D. SPIEGELBERG: "A HIGH PERFORMANCE BERYLLIUM COPPER ALLOY FOR MAGNET APPLICATIONS", IEEE TRANSACTION ON MAGNETICS, 1994, VOL. 30, (4), PP. 1859- 1862.
- [19] J.F. STUBBINS ET AL: CU-ALLOYS TO SS JOINING TECHNIQUES ASSESSMENT, DEVELOPMENT AND RECOMMENDATION, JOINT MECHANICAL TESTING, FRACTURE MECHANISM AND CYCLIC FATIGUE TESTS OF CU/SS AND CU/BE WELDS, UNIVERSITY OF ILLINOIS AT URBANA-CHAMPAIGN, REPORT No. ITER/US/95/IV-BL-20, FINAL REPORT OF U.S. ITER TASK T8 (CY1995), DECEMBER 1995.
- [20] I.V. GORYNIN, S.A. FABRITSIEV AND V.V. RYBIN: "RADIATION RESISTANT PROPERTIES OF COPPER ALLOYS INTENDED FOR FUSION REACTOR APPLICATIONS", J. NUCL. MATER., 1992, VOL. 191-194, PP. 401-406.

Chapitre V : Essais caractérisation, modélisation et calcul de structure

- [1] D. FRANÇOIS, A. PINEAU ET A. ZAOUI. COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX. VOLUME 2 : HERMES, 1993.
- [2] C. BATHIAS, J.P.BAÏLON, LA FATIGUE DES MATERIAUX ET DES STRUCTURES (2EME EDITION REVUE ET AUGMENTEE) PARIS :HERMES,1997.
- [3] J.L. CHABOCHE ; A REVIEW OF SOME PLASTICITY AND VISCOPLASTICITY CONSTITUTIVE THEORIES ; INTERNATIONAL JOURNAL OF PLASTICITY 24 (2008) 1642–1693
- [4] ERIC CHARKALUK ET LUC REMY CHAPITRE 13 FATIGUE DES MATERIAUX ET DES STRUCTURES T.4 : HERMES SCIENCE PUBLICATIONS 21 SEPTEMBRE 2009.
- [5] J. BESSON, G. CAILLETAUD, J-L. CHABOCHE, S. FOREST : MECANIQUE NON LINEAIRE DES MATERIAUX. HERMES, 2001.
- [6] D. FRANÇOIS, A. PINEAU ET A. ZAOUI. COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX. VOLUME 1 : ELASTICITE ET ELASTOPLASTICITE. HERMES, 1991.
- [7] P. SUQUET, SUPPORT DE COURS CHAPITRE 4. LOI DE COMPORTEMENT ELASTO-PLASTIQUE
- [8] CHARLES PETRY :CARACTERISATION ET MODELISATION DU COMPORTEMENT ET DE L'ENDOMMAGEMENT D'ALLIAGES METALLIQUES SUR UNE GRANDE PLAGES DE TEMPERATURE THESE ÉCOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN - ENS CACHAN

Références bibliographiques

- [9] CHARLES PETRY, JEAN-LOUP, ET LIONEL GENDRE. MODELISATION DU COMPORTEMENT ELASTOVISCOPLASTIQUE D'UN MATERIAU DU MOTEUR D'ARIANE 5
- [10] CHARKALUK, E. (2007) « MODE D'EMPLOI DE L'IDENTIFICATION PAR ALGORITHME GENETIQUE » NOTE INTERNE, LABORATOIRE DE MECANIQUE DE LILLE.
- [11] CHARKALUK, E., REMY, L. (2009) « LA FATIGUE THERMIQUE » IN BATHIAS C., PINEAU, A, « FATIGUE DES MATERIAUX ET DES STRUCTURES, VOLUME 4, FATIGUE MULTIAXIALE, THERMIQUE, DE CONTACT, DEFANTS, CUMUL ET TOLERANCE AUX DOMMAGES » EDITIONS LAVOISIER ISBN 978-2-7462-1714-0

Annexes



Anisotropy effects on the tensile and fatigue behaviour of an oxide dispersion strengthened copper alloy

Abderrazak Daoud^a, Jean-Bernard Vogt^{a,*}, Eric Charkaluk^b, Jérémie Bouquerel^a, Lin Zhang^c, Jean-Claude Biasci^c

^a Université Lille1, Unité Matériaux et Transformations ENSI/USTL, UMR CNRS 8207, Bâtiment C6, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France

^b Ecole Centrale de Lille, Laboratoire de Mécanique de Lille, UMR CNRS 8107, BP 48, 59651 Villeneuve d'Ascq Cedex, France

^c European Synchrotron Radiation Facility, 6 rue Jules Horowitz, BP220, 38043 Grenoble Cedex, France

ARTICLE INFO

Article history:

Received 6 September 2011

Received in revised form 7 December 2011

Accepted 8 December 2011

Available online 16 December 2011

Keywords:

ERSD

Electron microscopy

Mechanical characterization

Fracture

Internal oxidation

ABSTRACT

In this study, the mechanical behaviour of the GlidCop® AL-15, an oxide dispersion-strengthened (ODS) copper, is investigated. As the extrusion process leads to a morphological and crystallographic texture, specimens are loaded in a parallel or transverse direction to the extrusion direction.

Higher monotonic mechanical strength is observed when the loading axis is parallel to the extrusion direction. Under cyclic loading, the material is more prone to cyclic hardening-softening behaviour and exhibits higher fatigue resistance in the extrusion direction than in the transverse one.

© 2011 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

GlidCop® AL-15 an oxide dispersion-strengthened (ODS) copper developed to increase significantly the mechanical strength of basic copper especially at high temperature [1–4]. GlidCop® AL-15 is produced by the internal oxidation method [5,6] that consists of:

- Water atomization of Cu–Al alloy melted in an electrical furnace;
- drying and sieving to collect powder with an average particle size of 100 µm;
- oxidation in air flow for 60 min at 900 °C;
- reduction in hydrogen flow for 60 min at 800 °C.

The reduced powder is poured into a copper can and pre-compacted at 500 MPa. The can is then pre-heated in an argon atmosphere for 60 min at 900 °C and extruded [7,8].

Internal oxidation is a diffusion-controlled process, time required for a complete internal oxidation is one of the key parameters of ODS copper production. Depending on the specimen size, this time must be kept as short as possible to avoid a coarsening of the alumina particles which leads to reduction of the strengthening effect [9]. The internal oxidation process is not sufficient for a

complete densification. The consolidation into fully dense shapes is normally obtained by extrusion and can be completed by cold rolling to produce wire, rod, strip tube or plate products [7]. The internal oxidation process provides a microstructure containing a very uniform distribution of fine aluminium oxide particles aimed at strengthening the ductile copper matrix. The degree of strengthening is a function of the size, shape, spacing, hardness, distribution and coherency of the second-phase particle with the matrix [10]. The fine particles are hard and thermally stable even at temperatures approaching the melting point of the copper matrix. They do not coarsen but become less effective as barriers to the motion of dislocations [11]. The fine dispersion of the aluminium oxide particles in the copper matrix also moderates or prevents recrystallization, and this effect depends on particles of appropriate size and distribution [12].

GlidCop® AL-15 can be used as a potential high conductivity–high strength material, since the electrical and thermal conductivity of the matrix should not be strongly affected by the addition of a small amount of dispersoid particles incoherent with the metallic matrix. ODS copper alloys are usually employed at high temperatures for resistance welding electrodes in the automotive industry, relay blades, lead wires, electrical conductors, synchrotron units heat absorbers and slits where vacuum integrity below 10^{−10} torr is required and in nuclear reactors [5,6]. ODS copper alloys are used as heat sink material for the diverter, limiter and first-wall plasma-facing components of the International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER)

* Corresponding author. Tel.: +33 320 43 40 35; fax: +33 320 43 40 40.
E-mail addresses: jean-bernard.vogt@ensc-lille.fr, jean-bernard.vogt@univ-lille1.fr (J.-B. Vogt).

Table 1
Chemical composition of GlidCop® AL-15.

Grade designation		Copper		Aluminium oxide	
UNS	SCM	WL%	Vol%	WL%	Vol%
C15715	AL-15	99.7	99.3	0.3	0.7

[7,8,13–15]. They also constitute excellent liners for the hot sections of high-heat-flux engines, such as combustion chambers of rocket engines for launching space payloads [16]. GlidCop-type ODS alloys appear to be the only copper alloys with good strength above 650 °C [17]. However, it has been reported that the ductility and low cycle fatigue properties of ODS copper alloys are weak at elevated temperatures [17].

Many studies have been carried out on the preparation methods, recrystallization, microstructure, influence of irradiation and tensile properties of GlidCop. The anisotropy of the microstructure is due to the manufacturing process. Limited attention has been paid to the effect of anisotropy on mechanical properties, mainly for tensile and toughness properties [18,19].

The purpose of the present work is to evidence the effect of anisotropy of an extruded rod of GlidCop® AL-15 on monotonic and cyclic behaviour at room temperature and at 300 °C. In the first part, the material and the experimental procedures are described. Then, metallurgical investigations for the characterization of the GlidCop® AL-15 microstructure are reported. Finally, results coming from tensile and reversed fatigue tests are presented, associated to microstructural investigations conducted on the fracture surfaces. These investigations help to explain the origin and the mechanisms of this mechanical anisotropy.

2. Material and experimental procedures

For applications that require lower free oxygen contents such as applications in which the material will be exposed under vacuum to elevated temperatures, special low oxygen (“LOX”) grade is mandatory.

The material used in the present investigation was a low oxygen grade aluminium oxide (Al_2O_3) dispersion-strengthened copper alloy (C15715), hereafter referred to by the trade name GlidCop® AL-15. This alloy was purchased in the form of a 13 cm diameter extruded rod from the manufacturer OMG Americas (formerly SCM Metal Products, Inc., Research Triangle Park, NC, USA).

Table 1 gives the vendor-reported chemical composition and the volume fraction of the particles.

For the metallographic investigation, the material was mechanically polished using progressively finer grades of silicon carbide paper (220–4000) with water as lubricant, then with diamond paste (3–0.25 μm) with DP-red form Struers as lubricant and then electro-polished with electrolyte D solution from Struers under a voltage of 24 V. Finally, the microstructure was revealed using an etching solution composed of 25 mL NH_4OH (28%) + 5 mL H_2O_2 (30%).

In addition to basic optical microscopy observations, the microstructure was investigated by scanning electron microscopy (SEM). A FEI QUANTA 400 microscope operating at 20 kV and equipped with the electron back scattered diffraction (EBSD) system of Oxford Instruments was used. Diffraction patterns were collected and the data were post processed with the HKL/Oxford Channel 5 software. The microstructure was also imaged by transmission electron microscopy (TEM) using a Tecnai G2 20 TEM operating at 200 kV.

For mechanical testing, cylindrical rods were first extracted in two different directions with respect to the extrusion direction: parallel (ED) or transversal (TD) to the extrusion direction. Then,

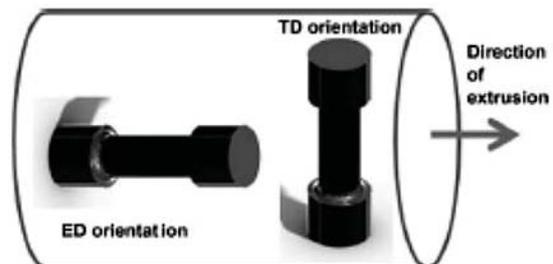


Fig. 1. Orientation of the specimens in respect to the extrusion direction of the rod of GlidCop® AL-15.

tensile and fatigue specimens, 10 mm in diameter and 15 mm in gauge length, were machined from the rods (Fig. 1).

Before testing, the specimens were polished using the same procedure as described previously in order to avoid early crack initiation.

Tensile and fatigue tests were carried out on a servo-hydraulic machine. Tensile tests were carried out at room temperature at a constant strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Low cycle fatigue (LCF) tests were performed at room temperature and at 300 °C under axial total strain control $\Delta \varepsilon_1 = 0.6\%$, $\Delta \varepsilon_1 = 0.8\%$ and $\Delta \varepsilon_1 = 1\%$. A fully push-pull mode ($R_R = -1$), a triangular waveform, a constant strain rate of $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ were employed. The temperature was monitored and measured by a thermocouple in the gauge length of the specimen. The fatigue life N_f was defined as the necessary number of cycles for a 25% drop in the tensile stress taking as a reference the stabilized hysteresis loop.

3. Results and analysis

3.1. Metallographic characterization and microstructure

The microstructure of the material, observed on surfaces parallel or perpendicular to the direction of extrusion, is shown in Fig. 2a and b, respectively.

As a consequence of the process, the material exhibited a morphologic texture with grains elongated in the extrusion direction. The grain size of GlidCop® AL-15 ranges between 5 and 15 μm in a plane parallel to the extrusion direction and between 0.3 and 0.9 μm in a plane perpendicular to the extrusion direction. The statistical distribution obtained by EBSD (Fig. 3) shows that the grain size of GlidCop® AL-15 in a plane perpendicular to the extrusion direction is rather homogeneous with a value of 0.4 μm for 75% of the grains.

Crystallographic texture was determined by indexing EBSD patterns collected on surfaces perpendicular and parallel to the extrusion direction (Fig. 4a and b, respectively). Our first investigation on a surface perpendicular to the extrusion direction showed all the crystallographic orientations. This suggests that the extrusion direction is characterized by the absence of crystallographic texture (Fig. 4a). However, at the grain scale, it was noted that the crystallographic orientations were not randomly distributed. Indeed, the surface appeared as a mosaic of grain packets, with each packet representing an area up to 100 μm^2 and having nearly the same orientation. On a plane parallel to the extrusion direction, the inverse pole figure map (Fig. 4b) revealed a microstructure comprising textured bands. One band contained grains of various orientations but mainly oriented $\langle 111 \rangle$ parallel to the extrusion direction, while the other band contained grains possessing only the $\langle 001 \rangle$ axis parallel to the extrusion direction. Moreover, the

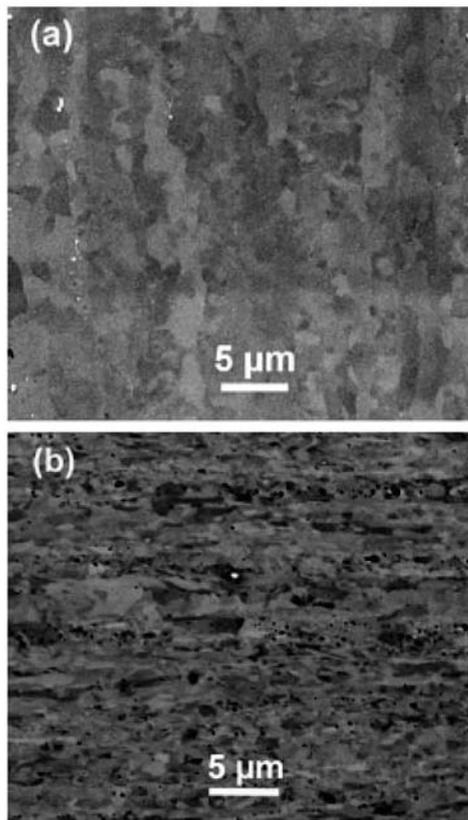


Fig. 2. SEM micrographs of the GlidCop® AL-15: surface parallel to the extrusion direction (a) and perpendicular to the extrusion direction (b).

orientation imaging map pointed out that this particular texture corresponds to a succession of layers up to 20 μm thick.

TEM observations revealed that the Al_2O_3 particles were uniformly dispersed in the copper matrix (Fig. 5a). These particles

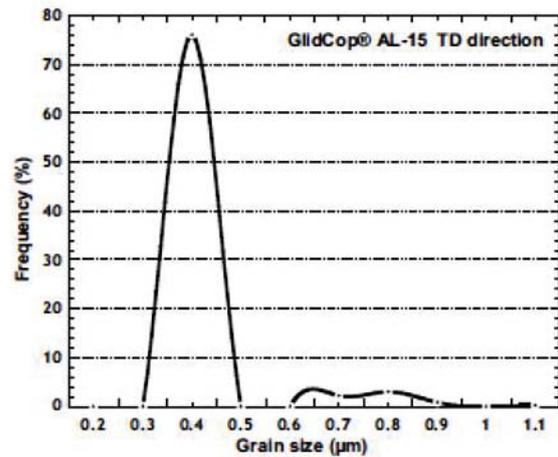


Fig. 3. Grain size distribution in the studied GlidCop® AL-15 in a section perpendicular to the extrusion direction.

impede dislocations that reduce their mobility (Fig. 5b). Although no statistical analysis on particle size was made in the present work, they were in the classic range of 3–12 nm with an inter-particle spacing of 30–100 nm and a particle density of 10^{16} – 10^{17} cm^{-3} [20].

3.2. Monotonic tensile behaviour

3.2.1. Mechanical Response

Monotonic tensile tests were first conducted. The engineering stress–strain curve and true stress–true strain curves of GlidCop® AL-15 are shown in Fig. 6a in a linear scale and (b) in a log–log scale, respectively.

Table 2 summarizes the room temperature tensile properties of GlidCop® AL-15 loaded in both directions. It can be seen that the loading direction produces a large variation in mechanical behaviour. Yield stress (YS), ultimate tensile strength (UTS), elongation to fracture (A) and reduction in area (RA) were lower for the specimen loaded in the transverse direction than for the specimen

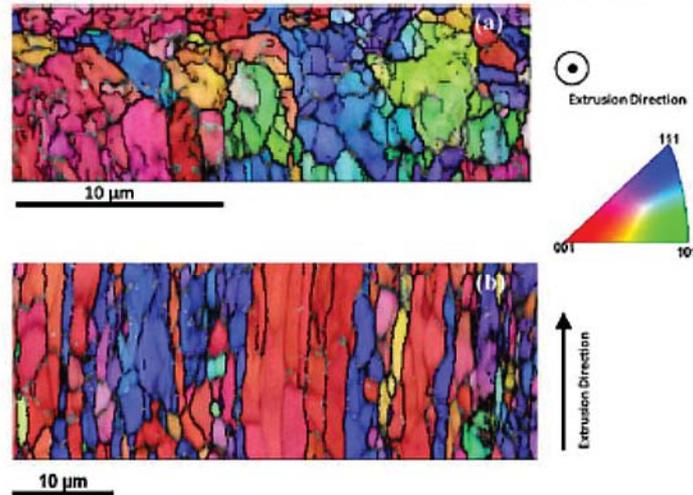


Fig. 4. EBSD inverse pole figures showing the orientation of grains on the surface perpendicular to the extrusion direction (a) and on the surface parallel to the extrusion direction (b) of GlidCop® AL-15 rod.

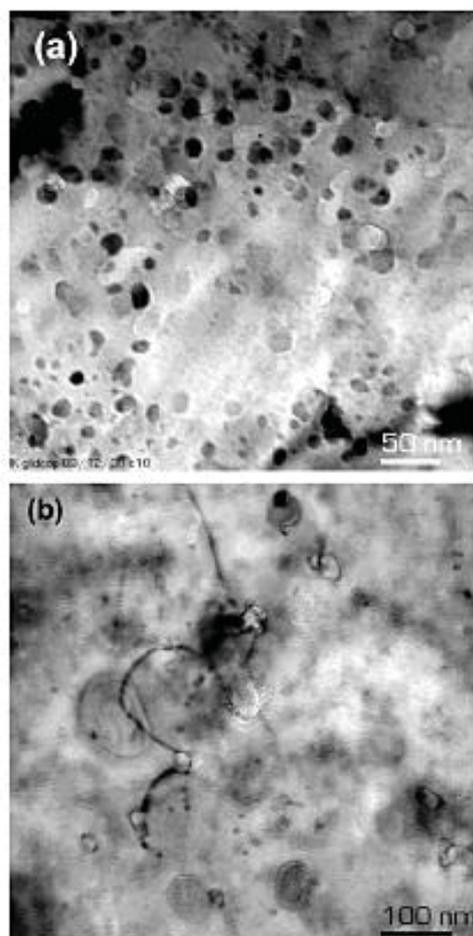


Fig. 5. TEM micrographs showing: (a) fine dispersion of Al_2O_3 particles in the copper matrix; and (b) bowing of dislocations impeded by Al_2O_3 particles in the studied of GlidCop® AL-15.

loaded in the extrusion direction. However the opposite was observed for uniform elongation.

The variation of true stress (σ_t) with true plastic strain (ϵ_{tp}) follows the power law: $\sigma_t = K(\epsilon_{tp})^n$.

The strain hardening exponent n was the same for both directions but the monotonic strength coefficient K decreased from 275 MPa to 241 MPa for the extrusion direction compared to the transverse direction specimens.

The fracture energy, including plastic deformation and crack propagation energies was higher when GlidCop® AL-15 was loaded in the extrusion direction than in the transverse direction. The same conclusion can be drawn concerning the difference between A and A_u values.

Thus, our study shows that GlidCop® AL-15 exhibits its best behaviour when it is loaded in the extrusion direction rather than in the transverse direction, although the properties in the transverse direction remain at a high level with the same properties of work hardenability. This is favourable for the extrusion process and it is in agreement with the fracture toughness results of Alexander et al. [18] who found that GlidCop® AL-15 has a higher toughness when the material is loaded in the extrusion direction than in the transverse direction.

3.2.2. Fracture surface

Fracture surfaces of specimens deformed in the extrusion and transverse directions at room temperature and at a constant strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ are shown in Fig. 7.

A substantial macroscopic difference in the fracture aspect was observed between extrusion direction and transverse direction specimens. At low magnification, the fracture surface of the specimen loaded in the transverse direction was rather flat and characterized by a laminated morphology (Fig. 7a). The aligned grain structure parallel to the extrusion direction was the result of the process used in the fabrication of GlidCop® AL-15. At higher magnification, it was noted that the fracture surface contained dimples typical of a ductile fracture (Fig. 7c). This suggests that the cracks are formed by microwoid nucleation and coalescence. The crack growth was influenced by the laminated morphology of the microstructure, which provides a path without changing the mechanism of the fracture.

In contrast, macroscopically, the fracture surface of the specimen loaded in the extrusion direction had a helical shape (Fig. 7b). At higher magnification, the fracture surface was covered by a

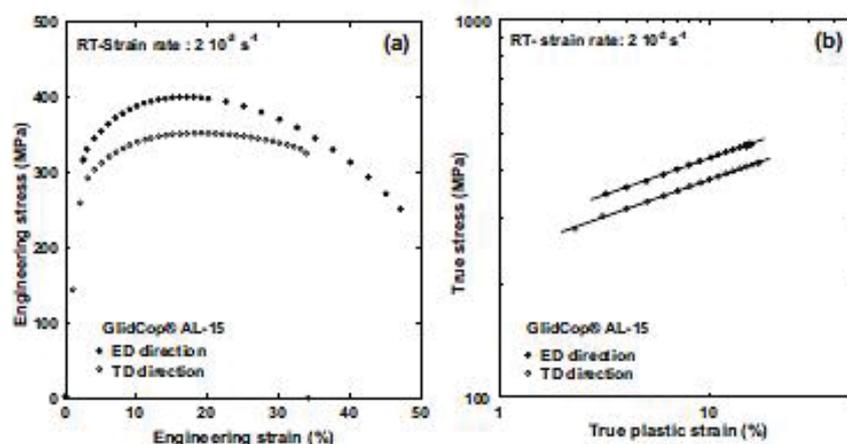


Fig. 6. Engineering stress–strain curve (a) and true stress–true plastic strain curve (b) of GlidCop® AL-15 tested at room temperature in the extrusion direction (ED) and in the transverse direction (TD).

Table 2

Effect of loading orientation on mechanical properties of GlidCop® AL-15 obtained from monotonic tensile tests at room temperature.

Orientation	E (GPa)	YS (MPa)	UTS (MPa)	A (%)	A _u (%)	R.A. (%)	n	K (MPa)	Area under curve (J)
Extrusion direction	100	325	401	47	14	68.7	0.19	275	127
Transverse direction	100	275	352	34	19	36.7	0.19	241	87

uniform distribution of dimples of variable size and depth (Fig. 7d). It is, however, difficult to state whether there is a difference in distribution of microvoids between extrusion and transverse direction specimens because it is hard to localize the area where the crack initiates in the transverse direction specimen.

These results are in agreement with those published by Li et al. in the temperature range from 20 °C to 300 °C [21].

3.3. Low cycle fatigue

3.3.1. Cyclic accommodation

Pure reversed low cycle fatigue tests were then conducted. The evolution of the stress amplitude in terms of cycles N and fatigue life fraction percentage is reported on a logarithmic scale in Fig. 8a and b, respectively, for tests at room temperature and in Fig. 9a and b for tests at 300 °C.

At room temperature, a very slight cyclic hardening was observed when the GlidCop® AL-15 was strained in the transverse direction (Fig. 8a). This hardening appeared more pronounced

when cyclic straining was in the extrusion direction. For the highest strain range test ($\Delta\epsilon_t = 1\%$), the increase in stress amplitude was especially high during the first ten cycles and was followed by a weak softening before stabilization (Fig. 8b).

Increasing the test temperature from room temperature to 300 °C resulted in a decrease of the stress amplitude and promoted cyclic softening (compare Figs. 8a and 9a). Essentially, GlidCop® AL-15 remained stable or exhibited a slight softening during the main part of its lifetime (see Figs. 8b and 9b).

3.3.2. Fatigue resistance

The hysteresis loop recorded at mid-lifetime ($N_f/2$) was taken as the reference cycle for measurement of stress and deformation values.

The fatigue resistance diagrams, where the total strain amplitude ($\Delta\epsilon_t/2$) and the plastic strain amplitude ($\Delta\epsilon_p/2$) are plotted against the number of cycles to failure, are shown in Fig. 10a for tests at room temperature and in Fig. 10b for tests at 300 °C.

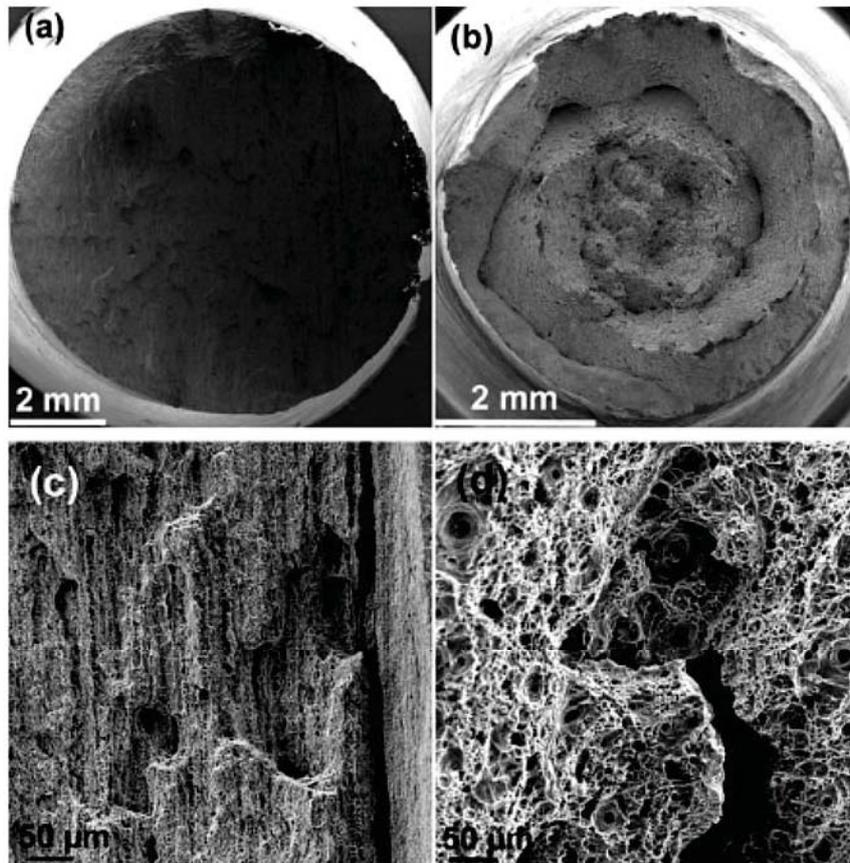


Fig. 7. SEM images of the tensile fracture surface of the GlidCop® AL-15: (a and c) transverse direction specimen and (b and d) extrusion direction specimen (tests at room temperature and at a strain rate of $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

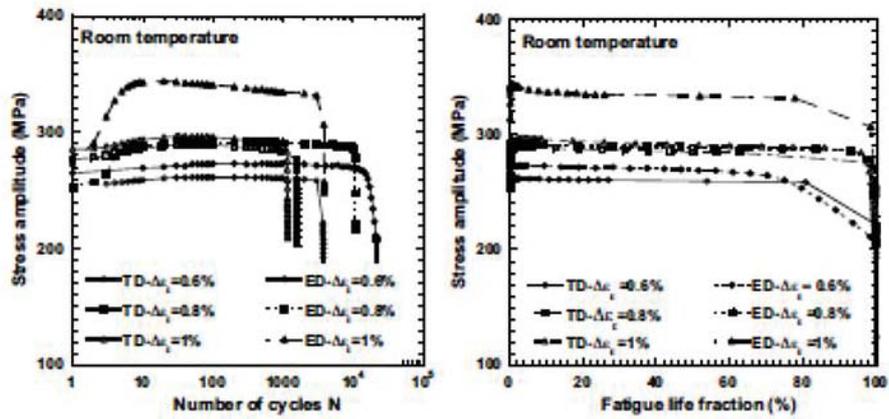


Fig. 8. Evolution of the cyclic stress at room temperature as a function of the number of cycles (a) and of the life fraction (b) for GlidCop® AL-15 tested in the extrusion direction (ED) and transverse direction (TD).

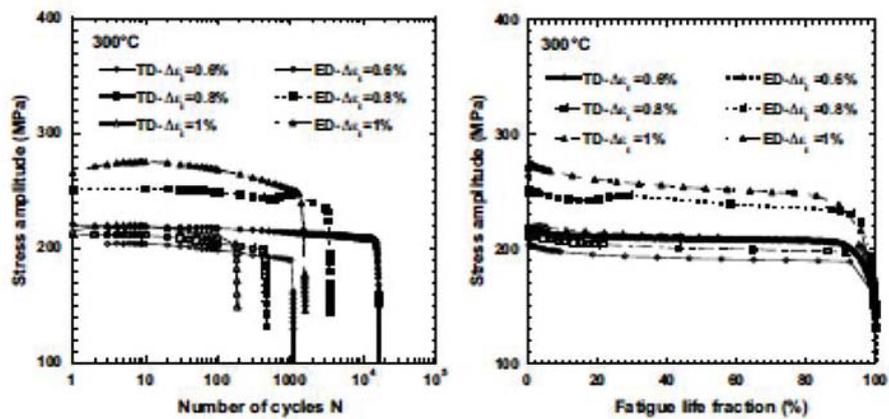


Fig. 9. Evolution of the cyclic stress at 300°C as a function of the number of cycles (a) and of the life fraction (b) for GlidCop® AL-15 tested in the extrusion direction (ED) and transverse direction (TD).

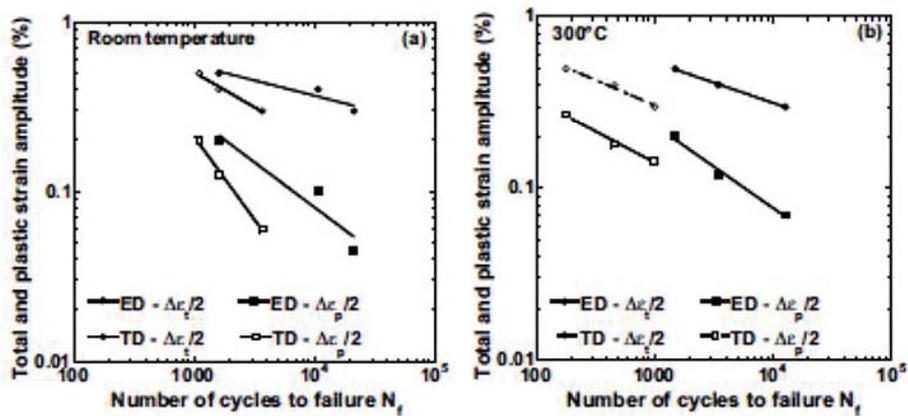


Fig. 10. Fatigue resistance diagrams of GlidCop® AL-15 tested at room temperature (a) and at 300°C (b) in the extrusion direction (ED) and transverse direction (TD).

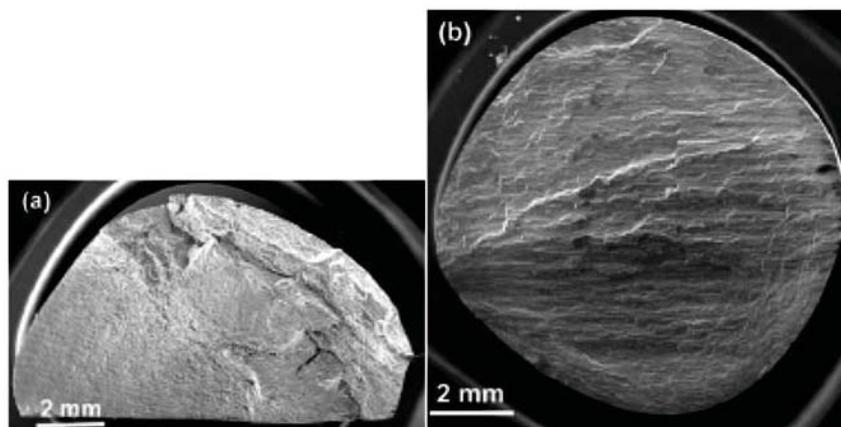


Fig. 11. SEM macrographs of the fracture surfaces of extrusion direction and transverse direction GlidCop® AL-15 specimens after fatigue failure at $\Delta\epsilon_t = 1\%$ and at $T = 300^\circ\text{C}$.

GlidCop® AL-15 exhibited higher fatigue resistance when the loading axis was parallel (extrusion direction specimens) to the direction of extrusion instead of a perpendicular loading axis (transverse direction specimen). Increasing the test temperature from 20°C to 300°C did not modify greatly the fatigue resistance of the extrusion direction specimens in contrast to the transverse direction specimens.

The total strain variation ($\Delta\epsilon_t$) can be expressed as elastic strain variation ($\Delta\epsilon_e$) and plastic strain variation ($\Delta\epsilon_p$):

$$\Delta\epsilon_t = \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p$$

The Manson–Coffin relation is given in the form:

$$\frac{1}{2}\Delta\epsilon_p = \epsilon'_f(N_f)^c$$

where ϵ'_f is the fatigue ductility coefficient and c is the fatigue ductility exponent. The relevant parameters obtained are summarized in Table 3.

3.3.3. Fracture surface

Low magnification observations of the fracture surfaces after fatigue failure at $T = 300^\circ\text{C}$ and at $\Delta\epsilon_t = 1\%$ are shown in Fig. 11.

The fracture surfaces of both transverse direction and extrusion direction specimens exhibited the general features of a typical fatigue fracture. There were multiple crack initiation sites after which a major fatigue crack propagated into the bulk. The final fracture occurred during the last tension cycle when the cross section could not sustain the applied load. However, macroscopically, the cracks were different. The fracture surface of transverse direction specimen appeared rather flat and was characterized by a laminated morphology similar to that observed for the monotonic tensile fracture surface. At higher magnifications, fatigue striations homogeneously covering the surface were visible (Fig. 12). For the

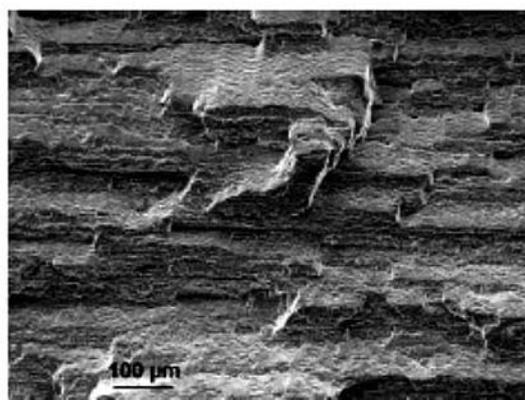


Fig. 12. SEM fractograph showing fatigue striations on the fracture surfaces of transverse direction GlidCop® AL-15 specimen after test at $\Delta\epsilon_t = 1\%$ and at $T = 300^\circ\text{C}$.

extrusion direction specimen, the large area corresponding to the main fatigue crack contained macroscopic beach marks at low magnification (see Fig. 11a). At higher magnification, a noticeable relief was seen consisting of raised marks separated by steep sided valleys. Both marks and valleys were covered by fatigue striations suggesting that the fatigue crack propagated through the bulk in a wavy manner.

4. Discussion

The present study shows that the extruded GlidCop® AL-15 rod features anisotropy resulting from the manufacturing production, and this affects the mechanical behaviour. The effect of adding Al_2O_3 nanoparticles along with the anisotropy effect results in the specific properties of GlidCop® AL-15.

In terms of mechanical strength, loading GlidCop® AL-15 at room temperature in the extrusion direction requires higher stress values (for the same strain value) than in the transverse direction, and the loading is monotonic or cyclic. It is interesting to note that the same hardening rate was measured for both extrusion and transverse directions. This suggests that plasticity should be accommodated by similar mechanisms. The Schmid factor frequency was

Table 3

Fatigue ductility coefficient (ϵ'_f) and fatigue ductility exponent (c) of the Manson–Coffin relation for GlidCop® AL-15 tested at room temperature and at 300°C in the transverse direction and extrusion direction.

GlidCop® AL-15	$T(^{\circ}\text{C})$	$\epsilon'_f(\%)$	c
Transverse direction	20	174.28	-0.97
Extrusion direction	20	10.75	-0.53
Transverse direction	300	1.76	-0.36
Extrusion direction	300	6.54	-0.48

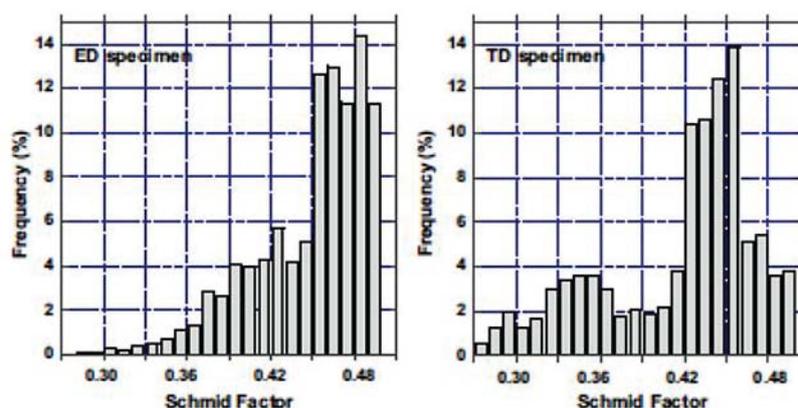


Fig. 13. Schmid factor variation on surface of extrusion direction (left) and transverse (right) direction GlidCop® AL-15 specimens.

represented on extrusion and transverse direction surfaces (Fig. 13a and b, respectively) by calculations based on the crystallographic orientation distribution.

As can be seen, the calculated Schmid factor values for the extrusion direction specimen are in the range of around 0.45 with a relative variation from 0.42 to 0.47. In contrast, for the transverse specimen, two populations of values can be noted: one with a peak at 0.35 and another with a peak at 0.45. Therefore, plastic deformation should be triggered more easily and more homogeneously in an extrusion direction-oriented GlidCop® AL-15 specimen than one oriented in a transverse direction. For the latter especially, one given population of grains is expected to accommodate plasticity with difficulty, while the other is expected to be very active.

However, when considering the morphologic texture, it turns out that the gliding path for dislocations is larger in the transverse direction-oriented specimen than in the extrusion direction-oriented one. Indeed, in the former case, grains are elongated, whereas in the latter they are round. The result of hardening by grain size was effective in the extrusion direction-oriented specimen in which dislocations very frequently encounter grain boundaries acting as obstacles. In fact this last effect prevails over the orientation effect.

Orientation plays a role in the plasticity threshold at a more or less high stress value, but it affects dislocation motion only at the start of the first microvoids in the bulk sample. However, crack initiation by microvoid coalescence and crack growth from the interior to the exterior of the specimen are promoted when the material is loaded in the transverse direction. Indeed, the laminated morphology acts as a favourable path for crack advance. This also explains why necking is unfavoured in the transverse direction specimen as compared to the extrusion direction specimen.

The same explanation applies in the case of cyclic loading where plasticity occurs. The fact that a strong initial cyclic hardening occurred for the extrusion direction specimen during the test at $\Delta\epsilon_1 = 1\%$ supports this assumption. For this condition, a multiple slip is likely to be activated from the beginning of cycling.

The presence of a more homogeneous partition of plastic deformation in the extrusion direction specimen than in the transverse direction specimen had a beneficial effect on fatigue resistance (Fig. 10). Crack initiation should proceed in the same way but it occurred earlier in the transverse direction specimen because of strain localization in the specimen.

This study shows that designers must pay attention to the selection of mechanical properties in modelling or calculating their structure.

5. Conclusions

The aim of the present work was to study the effect of anisotropy of oxide dispersion-strengthened (ODS) copper alloy on the mechanical properties. GlidCop® AL-15, a copper matrix containing 0.3 wt.% of Al_2O_3 provided in the form of extruded rod, was investigated. Both the monotonic tensile response and the low cycle fatigue behaviour were considered by testing the material in the extrusion direction or in the transverse direction.

The following conclusions can be drawn:

1. The extrusion process provokes both a morphologic and crystallographic texture in the GlidCop® AL-15 with grains elongated along the extrusion direction and featuring a duplex $(111)/(100)$ texture.
2. Anisotropy effects on tensile and cyclic response are clear. Higher strength values are measured for specimen loading in the extrusion direction.
3. Specimens cyclically loaded in the extrusion direction exhibit higher fatigue resistance. A factor of 10 in the fatigue lifetime is measured between transverse direction and extrusion direction specimens.
4. The plastic deformation ability is controlled by the grain morphology which provides a glide path rather than by the crystallographic texture.
5. After fracture, fractography differs between extrusion and transverse direction specimens on a macroscopic scale but not on a microscopic scale.
6. Flat surface fractures with a laminated aspect are observed for the transverse direction specimens.
7. On a microscopic scale, microvoids are observed after tensile fracture and fatigue striations after cyclic loading in both extrusion and transverse direction specimen specimens.

References

- [1] T. Sunao, S. Mutsumi, T. Mochizuki, A. Watanabe, H. Kitamura, *J. Synchrotron Rad.* 15 (2008) 144–150.
- [2] V. Ravindranath, S. Sharma, B. Rosthoven, M. Gosz, L. Zhang, J.-C. Blasci, Proceedings of the International Workshop on mechanical engineering design of Synchrotron Radiation Equipment and Instrumentation, Himeji, Hyogo, Japan, 2006.
- [3] K.D. Leedy, J.F. Stubbins, B.N. Singh, F.A. Gamer, *J. Nucl. Mater.* 233–237 (1996) 547–552.
- [4] M. Al-Hajri, A. Melendez, R. Woods, T.S. Srivatsan, *J. Alloys Compd.* 290 (1999) 290–297.

- [5] Jongsang Lee, Yong Chan Kim, Sunghak Lee, Sangho Ahn, Nack Kim, *Metall. Mater. Trans. A* 35A (2004) 493–502.
- [6] M.X. Guo, M.P. Wang, L.F. Cao, R.S. Lei, *Mater. Charact.* 58 (2007) 928–935.
- [7] J.D. Troxell, *Proc. 13th Symposium on Fusion Engineering*, vol. 2, 1989, pp. 761–765.
- [8] S. Sato, T. Hatano, T. Kuroda, K. Furuya, S. Hara, M. Enoeda, H. Takatsu, *J. Nucl. Mater.* 258–263 (1998) 265–270.
- [9] M.A. Morris, D.G. Morris, *Mater. Sci. Eng. A* 111 (1989) 115–127.
- [10] J.R. Groza, J.C. Gibeling, *Mater. Sci. Eng. A* 171 (1993) 115–125.
- [11] T. Srivatsana, N. Narendrab, J.D. Troxell, *Mater. Des.* 21 (2000) 191–198.
- [12] F.J. Humphreys, *Acta Metall.* 25 (1977) 1323–1344.
- [13] T. Hatano, M. Gotoh, T. Yamada, Y. Nomura, M. Saito, *Fusion Eng. Des.* 49–50 (2000) 207–212.
- [14] S. Tahtinen, A. Laukkanen, B.N. Singh, *J. Nucl. Mater.* 283–287 (2000) 1028–1032.
- [15] S.D. Preston, I. Bretherton, C.B.A. Forty, *Fusion Eng. Des.* 66–68 (2003) 441–446.
- [16] L. Thomas-Ogbuji, D.L. Humphrey, *Oxidation-reduction resistance of advanced copper alloys*. NASA/TM.2003-212549.
- [17] P. Wycliffe, *Literature Search on High Conductivity Copper Based Alloys*, Final Report IDWANA.6458-2, Rockwell International Sci. Center, R5739TQ/sn, 1984.
- [18] D.J. Alexander, S.J. Zimid, A.F. Rowcliffe, *J. Nucl. Mater.* 271–272 (1999) 429–434.
- [19] R. Solomon, D. Troxell, V. Nadkarni, *J. Nucl. Mater.* 233–237 (1996) 543–550.
- [20] A.V. Nadkarni, J.D. Troxell, F. Verniers, *GlidCop: dispersion strengthened copper: an advanced copper alloy system for automotive and aerospace applications*; Internal Report: SCM Metal Products Inc; Cleveland, OH, USA.
- [21] M. Li, J.K. Heuer, J.F. Stubbins, D.J. Edwards, *J. Nucl. Mater.* 283–287 (2000) 977–981.

RÉSUMÉ

Les absorbeurs de photons, tels que ceux présents à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), sont soumis à des cyclages thermo mécaniques en raison du caractère pulsé et d'intensité variable du faisceau X auquel il est soumis. L'ambition d'accroître les intensités de faisceau implique une connaissance et une compréhension des mécanismes d'endommagement par fatigue thermique des matériaux constitutifs de l'absorbeur et leur modélisation. L'objectif de la thèse consiste donc à répondre à ces questions.

Une étude métallurgique des matériaux constitutifs de l'absorbeur a d'abord été réalisée. Ce composant comprend une partie en Glidcop AL-15 qui reçoit le faisceau de rayons X, un circuit de refroidissement et une plaque en cuivre OFHC, le tout relié par une brasure. Le Glidcop AL-15 est un cuivre pur renforcé par une fine dispersion d'oxydes d'alumine Al_2O_3 obtenu par oxydation interne d'un alliage Cu-Al.

Les comportements monotone et cyclique des deux matériaux, Glicop AL15 et cuivre OFHC, ont été étudiés dans une large gamme de température [20-600°C] et de vitesse de déformation [10^{-2} - 10^{-4} S⁻¹]. Nous montrons que le Glidcop AL-15 présente des caractéristiques mécaniques et de résistance à la fatigue nettement supérieures à celles du cuivre OFHC. A partir d'analyses au MEB et au TEM des éprouvettes post mortem, il apparaît que, l'ajout de nanoparticules d' Al_2O_3 ne modifie pas de manière radicale le mode de glissement des dislocations. Le rôle de l'anisotropie résultant du procédé de fabrication est mis en évidence.

A haute température, un modèle viscoplastique de type *Chaboche* avec un écrouissage cinématique non linéaire, et une viscosité non-linéaire, a été choisi. Un critère de ruine est finalement discuté afin de prédire la durée de vie des absorbeurs sous leurs nouvelles conditions d'utilisation.

ABSTRACT

Crotch absorbers, such as used at ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), are subjected to thermo mechanical cycling since they are submitted to a pulsed X beam of variable intensity. Since the wish is to increase beam intensities, then the identification and understanding of thermal fatigue damage mechanisms of materials present in the crotch absorber and their modeling become necessary. The PhD thesis aimed at answering these questions..

A metallurgical investigation of the materials that constitute the crotch absorber has been carried out. This component comprises a part made of Glidcop AL-15 which catch the X ray beam, a cooling system and an OFHC copper plate, all being assembled by brazing. Glidcop AL-15 is a pure copper matrix reinforced with a fine dispersion of Al_2O_3 nanoparticles and is elaborated by internal oxidation of a Cu-Al alloy.

Monotonic and cyclic behaviours of Glicop AL15 and OFHC copper have been studied in a wide range of temperatures [20-600°C] and of strain rates [10^{-2} - 10^{-4} s⁻¹]. It is shown that Glidcop AL-15 exhibited mechanical properties and fatigue resistance much better than those of OFHC copper. From SEM and TEM analysis of post mortem specimens, it is found that the presence of Al_2O_3 nanoparticles did not modify very much the slip mode of dislocations. The role of anisotropy resulting from the manufacturing process is then pointed out.

At high temperature, a *viscoplastic material model* of the *Chaboche type* with a non linear kinematic hardening and a non-linear viscosity has been chosen. Finally, a *fatigue damage* criterion is discussed in order to predict the fatigue life of crotch absorbers according to their new use conditions.