

Thèse de Doctorat

Présentée à

L'UNIVERSITE DE LILLE – 1 SCIENCES ET TECHNOLOGIES
École doctorale Sciences de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement
UFR de Chimie

Pour obtenir le titre de

DOCTEUR

Spécialité Sciences des Matériaux

Par

Maxime DELBOVE

Ingénieur diplômé de l'École Nationale Supérieure de Chimie de Lille (ENSCL)

Fatigue et corrosion d'alliages de cuivre pour applications ferroviaires

Soutenue le 28 Février 2017 à Villeneuve d'Ascq devant la commission d'examen :

Bernard NORMAND	Professeur, INSA Lyon, France	Président
Thierry GLORANT	Professeur, INSA Rennes, France	Rapporteur
Bernard VIGUIER	Professeur, ENSIACET, Toulouse, France	Rapporteur
Jérémie BOUQUEREL	Maître de conférences, ENSCL, Lille, France	Examineur
Thierry SOREAU	Ingénieur, Lebronze Alloys, Suippes, France	Invité
Jean-Bernard VOGT	Professeur, ENSCL, Lille, France	Directeur de thèse
Denis NAJJAR	Professeur, École Centrale de Lille, France	Directeur de thèse

Remerciements

Commençons par les remerciements officiels dans l'ordre chronologique. Avant toute chose, j'ai une pensée pour tous les professeurs qui m'ont transmis leur savoir avec passion tout au long de ma scolarité, et qui m'ont donc porté jusqu'ici.

Concernant la thèse, je voudrais remercier tout d'abord Jean-Bernard Vogt d'avoir pensé à moi pour le poste et de m'avoir contacté. En plus de JB, je remercie Denis Najjar et Jérémie Bouquerel pour la confiance qu'ils m'ont accordée au cours de ces 3 ans de thèse.

Je remercie l'entreprise Lebronze Alloys de m'avoir offert la possibilité de participer à leurs projets de recherche (Thierry, Nicolas, François pour les échanges scientifiques et pour leur engagement pour la réussite du projet). Merci également aux partenaires financiers du projet, notamment l'état et la région, sans quoi le projet n'aurait pas abouti aux mêmes résultats.

Je remercie aussi Alexandre Legris, avec sa casquette de directeur du laboratoire, pour m'avoir accueilli au sein de l'UMET. Enfin, je remercie chaleureusement Thierry Gloriant et Bernard Viguiet d'avoir accepté d'être rapporteurs de la thèse et d'avoir tenu les délais serrés exigés par l'université, ainsi que Bernard Normand d'avoir accepté d'être examinateur et président du jury.

Maintenant que j'en ai terminé avec les remerciements officiels, j'aimerais continuer d'une façon beaucoup moins formelle. Vous qui me connaissez, je ne pouvais pas finir sur un discours traditionnel. Du coup, j'ai préparé ces quelques mots.

Au laboratoire, nous n'avons pas l'habitude des compliments, on est plutôt du genre à s'envoyer de bonnes petites piques bien aiguisées. Cela dit, pour citer un illustre poète mexicain, « derrière ce mur de pierre, il y a un cœur qui pleure ». Certains diront que le discours qui suit est tellement mielleux qu'ils ont choppé du diabète. Mais pour une fois, changeons nos habitudes. Spoiler Alert aux âmes sensibles, préparez les mouchoirs !

J'ai eu une révélation le jour où j'ai écrit la carte pour la soutenance de thèse de Saadia. Je ne suis d'ailleurs pas le seul à penser ceci. En fait, la métallurgie, c'est un peu comme une seconde famille ! Et vous allez le comprendre, qui se ressemble s'assemble.

Tout en haut de l'arbre généalogique de cette famille patriarcale, un papa règne. Certains le qualifient même de papi (Marco, assume tes propos). Il essaie tant bien que mal de gérer les salles gosses que nous sommes. Alex, désolé pour toutes les fois où tu as cru que je me moquais de toi. Mais qui aime bien châtie bien !

Au cours des 3 années passées au laboratoire, j'ai surtout travaillé conjointement avec deux papas de thèse. À la fois sérieux et taquins, de bons conseils et bienveillants, je remercie

énormément JB et Denis d'avoir joué ce rôle qui m'a permis de bien vivre la thèse. Par contre, désolé pour les féministes ou les membres de la manif pour tous, mais pas de maman dans cette histoire !

J'ai également eu la chance d'avoir un grand frère qui a veillé sur moi. Fan de voitures comme moi, notre point commun a vite été trouvé, et nous a même conduit à faire le salon de l'auto ensemble ou à dîner en tête à tête ! Avec lui, j'ai été aussi bosseur dans les moments importants que dissipé dans les périodes qui le permettaient. Un grand merci à Jérémie, qui a lui aussi grandement contribué au bon déroulement de ces 3 années.

Comme dans toutes les familles, j'étais entouré au quotidien de tonton rigolos, toujours là pour déconner, pour faire des blagues et surtout pour rendre service (professionnellement parlant). Merci à Damien et Jojo pour leur aide précieuse et pour la complicité que j'ai eue avec vous. Merci aussi à Ludo pour son savoir et son sens de l'humour, sans toi, le cinéma lithuanien n'en serait pas là où il en est aujourd'hui. Enfin, énorme merci à tonton Ahmed, pour le temps qu'il a passé à m'aider en microscopie, pour tes conseils précieux et pour tous les moments partagés ensemble.

De même, le labo compte ses super tata que je remercie : Tata Isa, Tatie Coco et Tata Carmen (désolé, pas de surnom pour toi Carmen, sinon j'aurais eu droit à une nouvelle remarque sur mon humour ras des pâquerettes si je t'avais appelé Tata Caca ...). J'ai eu aussi plaisir à partager de bons moments avec le voisinage, que ce soit les voisins de palier (François, Guillaume, Antoine, Nils, ou Christopher pour ne citer qu'eux) ou les voisins d'en face (notamment le duo Ben et Bebert).

Enfin, cette famille ne serait rien sans sa progéniture nombreuse, digne d'une famille de lapins ! Je veux bien sûr parler des doctorants (actuels et passés).

J'aimerais d'abord remercier énormément mes trois grandes sœurs. Elles m'ont accueilli et m'ont expliqué le fonctionnement du laboratoire. Elles étaient là pour me montrer la voie quand elles étaient encore au laboratoire. Et après leur départ, elles n'ont jamais hésité à me pousser et me soutenir dans les moments plus difficiles, tout cela pour s'assurer que j'aille aussi loin qu'elles dans la réussite. Je pense bien sûr à Juliette et Saadia (#PetiteS.), les plus métallurgistes des polyméristes ! Saadia, encore merci pour ton regard critique sur mon manuscrit. Et je pense bien évidemment à Claire, avec qui j'ai eu la chance de partager le bureau. Merci pour les discussions scientifiques, merci pour les moments de complicité et pour les moments commère.

Comme dans toute bonne fratrie, j'ai eu des frères sur qui compter. Certains m'ont donné beaucoup de leur savoir, de leur culture et de leurs convictions. Je pense bien sûr à Hadrien et Rudy, avec qui je referais volontiers une partie de Small World !

Je ne peux bien évidemment pas oublier le trio infernal des frérots, à savoir, dans l'ordre d'arrivée au tiercé, Marco, Jérôme et Romain ! Avec eux, concours de blagues nulles,

matches de blagues limites et franches rigolades à toutes heures ! Certains diront qu'ils ont été dérangés par mon rire engendré dans ces cas-là, mais en tous cas, merci les gars pour les excellents souvenirs que vous me laissez et pour tous nos moments de complicité.

Enfin, cette famille a su s'adapter aux nouvelles normes et habitudes du show business. Eh oui, à l'image de Brad et Angéline, tels une Madonna ou un Johnny Halliday au meilleur de leur forme, la métallurgie a vite pris le virage de la mondialisation, et n'a pas hésité à adopter des enfants aux quatre coins du globe !

Je remercie donc également tous les frères et sœurs qui ont apporté leur bonne humeur et qui nous ont enrichis de leur culture. Je pense, dans le désordre, à Dev (le plus fou des indiens, qui aurait encore plus apprécié ce discours s'il avait fait l'effort d'apprendre le français), Kaoutar (et son sourire), Yvan et Gabi (tous les deux camerounais, si différents mais tout aussi attachants, #KFC), Gulzar (représentante en vodka à ses heures perdues), et Carla (porte étendard de la chaleur de l'Amérique du Sud).

Alors, bien sûr, je vous ai peint un tableau idyllique de cette famille et c'est parce que je ne veux retenir que les bons côtés de ces 3 années passées au laboratoire. Par exemple, comme dans tous les repas de familles, on doit se coltiner la tata relou, celle que personne n'a invitée mais qui est quand même là ... Mais pourquoi se souvenir de ça alors que je peux garder en mémoire tous les moments de rire et de joie. Encore, une fois, un grand merci à toutes les personnes citées.

Pour conclure ces remerciements beaucoup trop longs mais qui me tenaient à cœur, je ne peux pas oublier ma famille qui a été présente tout au long de la thèse. Merci à mes parents et à mes grands-parents pour leur soutien, direct ou indirect, volontaire ou non. Merci de m'avoir inculqué les valeurs qui me sont chères aujourd'hui. Un énorme merci à ma grande sœur, Caro, toujours là pour moi, sans oublier Thomas et son sourire légendaire.

Merci à ma famille du sud-ouest, qui m'a ouvert leurs portes en avril dernier pour m'offrir un grand bol d'air frais qui m'a donné la force nécessaire à la fin de thèse. Merci à ma famille d'Orchies, dont la porte est toujours ouverte pour fêter les bons moments en famille. Merci à sa partie délocalisée au Luxembourg pour l'accueil au mois de novembre, en pleine rédaction, histoire de faire le plein pour clôturer le manuscrit !

Merci également à mes amis, je pense notamment à Aurélie, Mathilde et Justine, avec lesquels je me suis dépassé dans une frappingue d'anthologie ! Et bien sûr merci à mes Bro, Michel et Nico, toujours à mes côtés et présents pour ce grand moment qu'a été ma soutenance de thèse. Quel plaisir de savoir à quel point on compte les uns pour les autres.

Enfin, je remercie celle qui partage mon quotidien, celle à qui je peux raconter les meilleurs moments de ma journée comme ceux qui m'ont énervé. Je vois déjà les mauvaises langues qui pensent que je parle de ma voiture ... Je veux bien évidemment remercier Laëtitia, qui

Remerciements

m'a soutenu tout au long de la thèse et qui me supporte depuis près de 10 ans, et ça aussi, c'est un exploit !

Merci à tous !

Table des matières

Remerciements	3
Table des matières	9
Liste des symboles et abréviations	14
Introduction	19
• Contexte de l'étude	19
• Problématique	20
• Objectifs de l'étude	21
1. Étude bibliographique	1-25
1.1. Les alliages de cuivre	1-25
1.1.1. Le cuivre, 7000 ans d'histoire	1-25
1.1.1.1. De la préhistoire à la révolution industrielle	1-25
1.1.1.2. De la révolution industrielle à nos jours	1-27
1.1.2. Les différents types d'alliages de cuivre	1-28
1.1.3. Le durcissement structural par précipitation des alliages de cuivre	1-30
1.1.3.1. Principe	1-30
1.1.3.2. Modes de formation des précipités	1-32
1.1.3.3. Impacts de la durée et de la température du vieillissement	1-34
1.2. La fatigue des alliages métalliques	1-36
1.2.1. Généralités	1-36
1.2.2. La fatigue oligocyclique	1-39
1.2.2.1. Présentation générale	1-39
1.2.2.2. Évolution de la contrainte au cours du cyclage	1-40
1.2.2.3. Écrouissage	1-41
1.2.2.4. Critères de résistance à la fatigue	1-41
1.3. Les cupro-nickel-silicium (Cu-Ni-Si)	1-42
1.3.1. Diagrammes de phases	1-43
1.3.1.1. Diagrammes binaires	1-43
1.3.1.2. Le système ternaire Cu-Ni-Si	1-45
1.3.2. Identification des précipités	1-48
1.3.3. Influence du procédé de fabrication sur les propriétés finales	1-53
1.3.3.1. Addition d'un laminage à froid avant revenu	1-53
1.3.3.2. Revenu en deux étapes	1-55
1.3.3.3. Autres procédés existants dans la littérature	1-56

1.3.4.	Impact de la composition chimique sur les propriétés finales	1-57
1.3.5.	Propriétés mécaniques	1-59
1.3.5.1.	Comportement en traction	1-59
1.3.5.2.	Comportement sous sollicitations cycliques	1-62
1.4.	Méthodes de caractérisations expérimentales	1-69
1.4.1.	Microscopie Électronique à Balayage (MEB)	1-70
1.4.1.1.	Principe général	1-70
1.4.1.2.	Équipements utilisés	1-72
1.4.2.	Microscopie Électronique en Transmission (MET)	1-72
1.4.2.1.	Principe général	1-72
1.4.2.2.	Équipements utilisés	1-74
1.4.3.	Electron BackScattered Diffraction (EBSD)	1-74
1.4.3.1.	Principe général	1-74
1.4.3.2.	Qualité d'image	1-75
1.4.3.3.	Orientation Imaging Microscopy (OIM)	1-76
1.4.3.1.	Équipements utilisés	1-78
1.5.	Conclusions	1-78
2.	Fatigue oligocyclique d'alliages CuNi2Si	2-83
2.1.	Présentation du principal matériau étudié	2-83
2.1.1.	Composition et procédé de fabrication	2-83
2.1.2.	Microstructure initiale	2-83
2.1.2.1.	À l'échelle du grain	2-83
2.1.2.2.	À l'échelle des précipités	2-84
2.1.3.	Propriétés monotones	2-85
2.2.	Comportement sous chargement cyclique	2-86
2.2.1.	Protocole des essais	2-86
2.2.2.	Accommodation cyclique	2-87
2.2.2.1.	Caractérisation principale	2-87
2.2.2.2.	Influence de la taille de grains	2-89
2.2.3.	Résistance à la fatigue	2-90
2.2.4.	Amorçage des fissures	2-91
2.2.5.	Influence du signal de déformation	2-93
2.3.	Influence du procédé de fabrication de l'alliage CuNi2Si	2-94
2.3.1.	Description des changements et microstructure résultante	2-94
2.3.2.	Accommodation cyclique	2-95
2.3.3.	Résistance à la fatigue	2-97
2.3.4.	Amorçage des fissures	2-98
2.3.5.	Conclusions	2-98

2.4. Conclusions	2-99
3. Corrosion et fatigue-corrosion d'un alliage CuNi2Si	3-103
3.1. Corrosion aqueuse de l'alliage NS5	3-103
3.1.1. Protocole des essais	3-103
3.1.2. Comportement à potentiel libre	3-104
3.1.3. Comportement à potentiel imposé	3-105
3.1.4. Observations des surfaces corrodées	3-107
3.1.5. Spectroscopie d'impédance électrochimique	3-109
3.2. Fatigue-corrosion de l'alliage NS5	3-112
3.2.1. Protocole des essais	3-112
3.2.2. Accommodation cyclique	3-113
3.2.3. Résistance à la fatigue	3-114
3.2.4. Fissuration des éprouvettes	3-115
3.2.5. Discussion	3-117
3.3. Conclusions	3-119
4. Approche multi-échelle des phénomènes d'endommagement en fatigue d'un alliage CuNi2Si : du nano au méso	4-123
4.1. Échelle nanométrique au MET	4-123
4.1.1. Structures de dislocations	4-123
4.1.2. Nature des bandes observées	4-124
4.1.3. Discussion	4-127
4.1.4. Conclusions	4-129
4.2. Échelle du grain au MEB	4-129
4.2.1. Électrons rétrodiffusés et contraste cristallographique	4-130
4.2.2. Cartographies EBSD grossières	4-131
4.2.3. Cartographies EBSD fines	4-132
4.3. Échelle mésoscopique au MEB	4-136
4.3.1. Méthodologie retenue	4-136
4.3.2. Influence du niveau de déformation en fatigue	4-136
4.4. Mécanismes de plasticité cyclique du NS5	4-142
4.4.1. Apport d'un essai interrompu à la compréhension des phénomènes	4-142
4.4.2. Discussion et proposition d'un mécanisme	4-148
4.4.2.1. Connaissances initiales	4-148
4.4.2.2. Déformation plastique faible	4-149
4.4.2.1. Déformation plastique importante	4-151

4.5. Conclusions	4-153
5. Fatigue-contact d'un alliage CuNi2Si	5-157
5.1. Constat	5-157
5.2. Présentation de la fatigue-contact	5-158
5.2.1. Principe général	5-158
5.2.2. Méthodologie retenue	5-159
5.3. Étude de faisabilité de l'essai	5-160
5.3.1. Essais monotones	5-160
5.3.2. Premiers essais cycliques	5-161
5.3.2.1. Observation des empreintes	5-161
5.3.2.2. Coupes transversales des empreintes	5-163
5.3.2.3. Enseignements	5-165
5.4. Essai prolongé de fatigue-contact	5-166
5.4.1. Paramètres de l'essai	5-166
5.4.2. Observations MEB de l'empreinte	5-166
5.4.3. Observations ECCI de la coupe transversale	5-167
5.4.4. Caractérisation à l'aide des critères EBSD	5-167
5.5. Conclusions	5-173
Conclusions générales et perspectives	179
• Conclusions générales	179
• Perspectives	181
Annexe 1 : Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages Cu-Ni-Si	185
• Le chrome, le phosphore et le cobalt	185
• Le fer	186
• L'aluminium	187
• Le magnésium	187
• Le titane	188
• Le vanadium	190
Annexe 2 : Présentation de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	192
• Principe de fonctionnement	192
• Représentation graphique des résultats	194

• Circuit électrique équivalent _____	195
Annexe 3 : Détermination du pas d'acquisition pour les cartographies EBSD réalisées sur le FEI Quanta 400 _____	197
• Constat initial _____	197
• Expériences mises en place _____	197
• Résultats _____	197
• Discussion et choix du pas optimal _____	199
Annexe 4 : Influence du procédé de fabrication sur les mécanismes de plasticité cyclique _____	200
• Hypothèses de mécanismes d'accommodation cyclique _____	200
• Conclusions et limites de l'EBSD _____	202
Bibliographie _____	207
Résumé _____	218
Abstract _____	218

Liste des symboles et abréviations

Nom	Définition	Nom	Définition
A	Allongement à rupture en traction	$\Delta\sigma/2$	Amplitude de contrainte
ACOM	Automated Crystal Orientation Mapping	DSC	Differential Scanning Calorimetry
APT	Atom Probe Tomography	DTA	Differential Thermal Analysis
A_u	Allongement uniforme en traction	ΔW_p	Énergie plastique par cycle
BCC	Body-Centered Cubic	E	Module d'Young
BSE	BackScattered Electrons	EBSD	Electron BackScattered Diffraction
C_e	Exposant de résistance à la fatigue de la relation de Basquin	ECAP	Equal Channel Angular Pressing
C_{film}	Capacité électrique du film passif	ECCI	Electron Channelling Contrast Imaging
C_p	Exposant de résistance à la fatigue de la relation de Manson-Coffin	EDL	Electrical Double Layer
CPE	Constant Phase Element	EDS	Energy Dispersive x-ray Spectroscopy
C_{PW}	Exposant de résistance à la fatigue de la relation pseudo-Wöhler	ϵ_p	Amplitude de déformation plastique
CR	Cold Rolling	ϵ_{pa0}	Déformation plastique à un quart de cycle
CSC	Corrosion Sous Contrainte	FCC	Face-centered cubic
C_{wp}	Exposant de résistance à la fatigue de la relation de Gollos et Ellyn	FEG	Field Emission Gun
d	Taille de grains (diamètre)	FIB	Focused Ion Beam
$\Delta\epsilon_e$	Variation de déformation élastique	GB	Grain Boundaries
$\Delta\epsilon_{ea}$	Variation de déformation élastique stabilisée	GND	Geometrically Necessary Dislocations
$\Delta\epsilon_p$	Variation de déformation plastique	GOS	Grain Orientation Spread
$\Delta\epsilon_{pa}$	Variation de déformation plastique stabilisée	GROD	Grain Reference Orientation Deviation
$\Delta\epsilon_t$	Variation de déformation totale	HAGB	High Angle Grain Boundaries
$\Delta\epsilon_{ta}$	Variation de déformation totale stabilisée	HCF	High Cycle Fatigue
DRX	Diffraction des Rayons X	HCP	Hexagonal Close Packed
$\Delta\sigma$	Variation de contrainte	HPT	High Pressure Torsion

Nom	Définition	Nom	Définition
HRTEM	High Resolution Transmission Electron Microscope	PSB	Persistent Slip Bands
IACS	International Annealed Copper Standard	R_{ct}	Résistance électrique au transfert de charge
IPF	Inverse Pole Figure	R_e	Limite d'élasticité en traction
IQ	Image Quality	R_{film}	Résistance électrique du film passif
k	Constante de Hall-Petch	R_m	Résistance mécanique en traction
K	Coefficient de résistance monotone	R_s	Résistance électrique de la solution
K'	Coefficient de résistance cyclique	R_e	Rapport de déformation
KAM	Kernel Average Misorientation	σ_0	Constante de contrainte de Hall-Petch
K_e	Coefficient de résistance à la fatigue de la relation de Basquin	σ_a	Amplitude de contrainte stabilisée
K_p	Coefficient de résistance à la fatigue de la relation de Manson-Coffin	σ_{a0}	Amplitude de contrainte à un quart de cycle
K_{PW}	Coefficient de résistance à la fatigue de la relation pseudo-Wöhler	SAXS	Small-Angle X-ray Scattering
K_{PW}	Coefficient de résistance à la fatigue de la relation de Gollos et Ellyn	σ_c	Contrainte critique de Hall-Petch
LAGB	Low Angle Grain Boundaries	SE	Secondary Electrons
LCF	Low Cycle Fatigue	SF	Spray Forming
LSM	Line Segment Method	SIE	Spectroscopie d'Impédance Electrochimique
MEB	Microscope Électronique à Balayage	SPD	Severe Plastic Deformation
MET	Microscope Électronique en Transmission	SSD	Statistically Stored Dislocations
n	Exposant d'écrouissage monotone	ST	Solution Treated
n'	Exposant d'écrouissage cyclique	STEM	Scanning Transmission Electron Microscope
N	Nombre de cycle	VHCF	Very High Cycle Fatigue
N_r	Nombre de cycles à rupture	W_s	Impédance de diffusion de Warburg
ODS	Oxide Dispersion Strengthened	XAFS	X-ray Absorption Fine Structure
OIM	Orientation Imaging Microscopy	Z	Impédance électrochimique

Introduction

Introduction

- Contexte de l'étude

Les travaux de cette thèse ont été réalisés dans le cadre du projet FUI Railconnect+ mis en place à l'initiative de l'entreprise Lebronze Alloys en partenariat avec la SNCF. Ils ont été financés par BPIFrance, le conseil régional du Nord-Pas-de-Calais et par l'entreprise Lebronze Alloys à l'aide d'une convention CIFRE. Ce groupe français, né de l'intégration de différentes sociétés, propose la production de produits et sous-produits en alliages de nickel, d'aluminium, de titane, et d'aciers spéciaux ou inoxydables. Mais, comme son nom l'indique, la spécialisation historique du groupe, notamment sur le site de Suippes (ex-Le Bronze Industriel, dans la Marne), est le cuivre et ses alliages. L'un des marchés du groupe est la fourniture de pièces dédiées à l'industrie ferroviaire, en particulier les connecteurs utilisés à la mise en place et lors de la maintenance des systèmes caténaires. Parmi ces connecteurs, la griffe de jonction, dont une photographie est présentée en [Figure 1](#), est utilisée en cas de rupture du fil de contact, appelée par abus dans les médias « rupture caténaire ». Ainsi, à la suite d'une casse du fil sur lequel le pantographe des trains vient capter le courant, la griffe de jonction permet d'éviter le changement de la totalité du fil en faisant la liaison mécanique et électrique entre les deux morceaux du fil de contact.

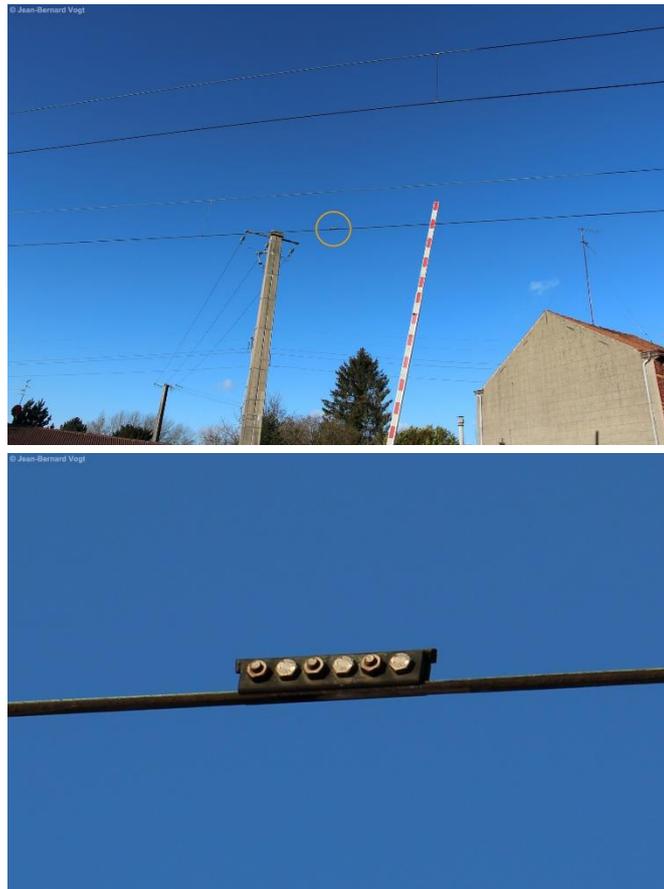


Figure 1 : Photographies d'une griffe de jonction en service au niveau du fil de contact au-dessus d'un passage à niveau

Comme visible plus clairement sur la [Figure 2](#), la griffe de jonction est composée, en plus du fil de contact à réparer, d'un ensemble de boulons servant au serrage de la pièce, d'un contre-fil (en haut) permettant d'équilibrer le serrage, et surtout de deux demi-griffes. Ce sont ces dernières qui assurent réellement la tenue mécanique et la conduction électrique de l'assemblage. Elles sont fabriquées à partir d'un alliage de cuivre à durcissement structural par précipitation de la famille des Cu-Ni-Si.



[Figure 2](#) : Photographie d'une griffe de jonction anciennement en service

- **Problématique**

Actuellement, la SNCF souhaiterait faciliter les opérations de maintenance concernant la réparation des fils de contact à l'aide des griffes de jonction. En effet, ces dernières sont de conception assez ancienne. Elles sont en conséquence lourdes et parfois difficiles à mettre en place, notamment lorsque les conditions de pose sont compliquées (de nuit par exemple).

Ainsi, dans le cadre d'un projet FUI, Lebronze Alloys cherche à développer une nouvelle génération de griffes de jonction. Le but est de produire une nouvelle pièce dont les performances sont optimisées à l'aide de l'amélioration de la formulation de l'alliage, du procédé de fabrication et des propriétés mécaniques et électriques.

Les griffes de jonction en fonctionnement sont soumises aux passages des trains, entraînant leur sollicitation mécanique de manière cyclique. De plus, les lignes peuvent se situer en bordure du littoral, soumettant les pièces à des phénomènes de corrosion en milieu salin chloruré. De ce fait, les travaux portant sur l'étude des propriétés mécaniques sous chargement cyclique et de la résistance à la corrosion des alliages Cu-Ni-Si ont donc été confiés aux laboratoires UMET (Unité Matériaux Et Transformations) et LML (Laboratoire de Mécanique de Lille).

- **Objectifs de l'étude**

À ce jour, le dimensionnement des griffes de jonction permet d'éviter les ruptures par fatigue. Toutefois, en gardant le même alliage, le dimensionnement réduit des futures pièces entraînerait un risque d'apparition de rupture sous l'effet des sollicitations cycliques.

Le but de l'étude est donc de trouver un nouvel alliage plus résistant en fatigue. Les travaux se sont alors articulés en deux grandes parties. La première s'est logiquement focalisée sur l'étude de l'alliage existant pour établir une base comparative des performances. La seconde étape a permis de comparer les performances des nouvelles formulations d'alliage Cu-Ni-Si aux performances de l'alliage actuellement utilisé afin de déterminer la composition la plus prometteuse.

De la même façon, la nouvelle formulation de l'alliage doit idéalement améliorer et à minima ne pas dégrader les propriétés de résistance à la corrosion. Les essais ont été conduits ici de la même façon que pour la fatigue, à savoir l'étude de l'alliage initial suivie d'une comparaison avec les nouvelles compositions d'alliages.

Toutefois, pour des raisons de confidentialité, les travaux effectués sur les nouveaux alliages Cu-Ni-Si élaborés spécialement pour le projet ne seront pas présentés dans ce manuscrit. De ce fait, ce rapport se concentre sur l'alliage actuellement utilisé pour les griffes de jonction, dont la composition et le procédé de fabrication sont présentés au paragraphe 2.2.1.

Ainsi, l'étude du comportement en fatigue et en corrosion d'un alliage Cu-Ni-Si s'articule en cinq chapitres.

- Le premier chapitre correspond à l'état de l'art. Après une présentation du cuivre, de ses alliages, des principes du durcissement structural par précipitation et de la fatigue, ce chapitre s'attarde plus particulièrement sur les alliages de la famille des Cu-Ni-Si, de l'identification des précipités en présence jusqu'à leur comportement mécanique. Cette partie se termine par une présentation des techniques de microscopie utilisées dans la suite du manuscrit.
- Le second chapitre présente, après une description de la microstructure initiale du matériau, les performances en fatigue oligocyclique de l'alliage actuellement utilisé pour les griffes de jonction. L'influence des paramètres d'essais, de la taille de grains du matériau et du procédé de fabrication est également détaillée.
- La troisième partie s'intéresse plus particulièrement aux effets d'environnement. Ce chapitre débute par la caractérisation en corrosion aqueuse de l'alliage en milieu NaCl, notamment à l'aide de la spectroscopie d'impédance électrochimique. Par la

suite, l'influence de ce même milieu est évaluée au cours du chargement cyclique, à l'aide d'essais de fatigue-corrosion.

- Le chapitre quatre est consacré à l'étude des mécanismes de plasticité cyclique de l'alliage à l'aide de différentes méthodes de microscopies électroniques. Les résultats seront présentés selon une échelle croissante, en partant des observations nanométriques à l'échelle des dislocations pour aller jusqu'à l'échelle mésoscopique, c'est-à-dire à l'échelle de la microstructure. Le but est de relier ces observations au comportement macroscopique relevé au cours des essais mécaniques.
- Enfin, le dernier chapitre propose une ouverture sur un nouvel essai pour caractériser le comportement en sollicitation cyclique d'un matériau. Appelée fatigue-contact, cette méthode sera illustrée par des résultats obtenus sur l'alliage utilisé pour les griffes de jonction. Ses avantages et inconvénients seront également mis en avant.

Chapitre 1 :

Étude bibliographique

- 1. Les alliages de cuivre**
- 2. La fatigue des alliages métalliques**
- 3. Les cupro-nickel-silicium (Cu-Ni-Si)**
- 4. Méthodes de caractérisations expérimentales**
- 5. Conclusions du chapitre**

1. Étude bibliographique

L'étude bibliographique se compose de quatre grandes parties. La première présente en guise d'introduction l'histoire du cuivre menant au développement de ses alliages à durcissement structural par précipitation. Ces derniers pouvant être soumis à des sollicitations cycliques, la seconde partie présente de manière succincte l'endommagement en fatigue des métaux. Un type d'alliage faisant partie de cette famille est plus largement développé dans la troisième partie, à savoir les alliages cuivre-nickel-silicium. Enfin, la dernière partie est consacrée aux outils utilisés pour caractériser ces phénomènes. Sauf précision contraire, les compositions chimiques sont données en pourcentages massique.

1.1. Les alliages de cuivre

1.1.1. Le cuivre, 7000 ans d'histoire

1.1.1.1. *De la préhistoire à la révolution industrielle*

Il est difficile de définir à quelle période remonte les premières utilisations des métaux par les êtres humains. Mais les archéologues s'accordent sur le fait que le cuivre a été employé pour la première fois, tout comme l'argent et l'or, il y a plus de 7000 ans dans les régions du Moyen-Orient et en Amérique. Ce n'est toutefois pas l'abondance du cuivre qui a permis son utilisation précoce. En effet, il ne représente que 0,006 % de la masse de la croûte terrestre, alors que le fer et l'aluminium sont présents à une hauteur respective de 6 et 8 %. Cependant, le cuivre apparaît parfois dans la nature à l'état natif (i.e. non oxydé). C'est pourquoi les premières pépites ont pu directement être ramassées par l'homme avant d'être martelées pour être utilisées en tant que bijou ou outil [M. Radetzki, 2009]. Le cuivre, du latin *aes cyprium* signifiant « métal de Chypre », tient d'ailleurs son nom de la région où il fut abondant à l'état métallique.

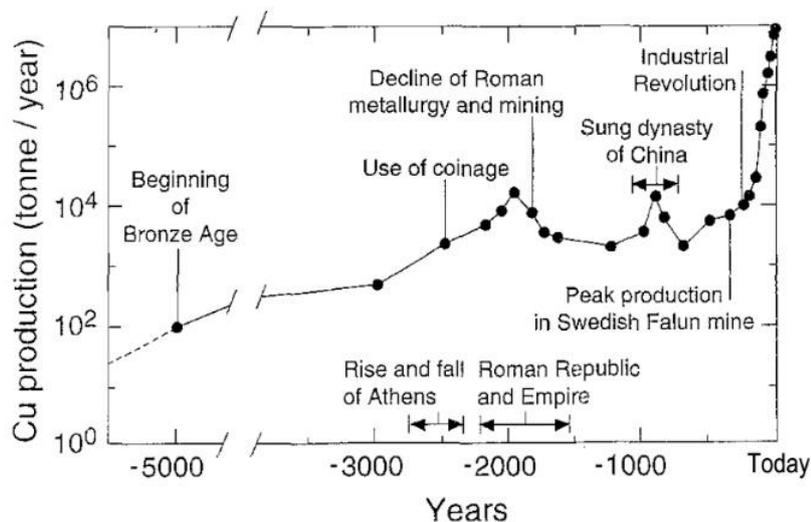
Deux avancées technologiques vieilles de cinq millénaires ont permis d'augmenter la production et la diffusion du cuivre. D'une part, l'utilisation de minerai de cuivre (à la place du cuivre natif) s'est développée grâce à la naissance de la pyrométallurgie. D'autre part, cette période a vu naître les premiers bronzes, résultants probablement de l'extraction des métaux d'un minerai contenant à la fois du cuivre et de l'étain. L'alliage formé présente alors de meilleures propriétés (plus dur, plus tranchant, plus résistant). Les premiers laitons (cuivre + zinc) sont, quant à eux, apparus beaucoup plus tard, à l'époque Romaine (vers le IV^{ème} siècle après J.-C.) [M. Radetzki, 2009].

Ainsi, pendant près de 2000 ans, le cuivre, pur ou allié, fut le métal le plus employé, aussi bien pour des armes et outils que pour des canalisations, de la vaisselle ou des bijoux. Le troc et les échanges technologiques sont à l'origine de son expansion mondiale. Mais, il y a environ 3000 ans, la métallurgie du fer fit son apparition. Bien qu'initialement plus onéreux, les avancées technologiques ont permis de réduire son coût de fabrication, si bien

que, combiné à ses meilleures caractéristiques (plus léger, plus résistant), la consommation de fer a en un siècle surpassé celle du cuivre. De ce fait, au XVI^{ème} siècle, la production de fer était plus de 30 fois supérieure à celle du cuivre (respectivement 300.000 tonnes contre moins de 10.000) [M. Radetzki, 2009].

Toutefois, le cuivre garda l'avantage face au fer dans de nouveaux domaines d'applications, pour la monnaie par exemple. En effet, des pièces de cuivre, de valeur plus faible que celles d'argent ou d'or, ont été émises en Irak et en Turquie il y a environ 2500 ans. De même, à la fin du XIV^{ème} siècle, l'Espagne, la plus grande puissance économique européenne de l'époque, a imposé le cuivre en tant que standard de la monnaie, ce qui entraîna une augmentation de son utilisation. Le cuivre, de par sa meilleure résistance à la corrosion, fut également grandement employé pour les cloches et toitures d'églises. Enfin, à partir du milieu du XIV^{ème} siècle, le bronze a été préféré au fer pour la production des premiers canons, ce dernier risquant suite à sa fragilité de se fissurer sous l'impact de l'explosion. Pour compenser, les canons en fer devaient être beaucoup plus épais, donc plus lourds et moins faciles à manipuler. L'augmentation de l'emploi du cuivre a été possible grâce à une production améliorée suite à l'usage des minerais de cuivre sulfurés (plus abondants que les oxydés) et d'explosifs facilitant leur extraction [M. Radetzki, 2009].

Hong *et al.* [S. Hong, 1996], à l'aide des données qu'ils ont pu récolter, ont estimé la production de cuivre au cours des 6 derniers millénaires. La [Figure 1-1](#) révèle que la production de cuivre a connu deux pics avant la révolution industrielle, le premier correspondant à l'apogée de l'Empire romain (il y a environ 2000 ans), le second étant lié à l'essor d'extraction de minerais sous la dynastie Sung en Chine (il y a près de 1000 ans). Mais c'est la révolution industrielle débutant vers 1750 qui a réellement bouleversé la production et l'utilisation du cuivre et de ses alliages.



[Figure 1-1](#) : Estimation de l'historique de production de cuivre [S. Hong, 1996]

1.1.1.2. De la révolution industrielle à nos jours

La croissance économique moderne débuta vers 1750 en s'appuyant sur les évolutions scientifiques et technologiques. Mais le cuivre a dû attendre une centaine d'années avant d'en profiter. La croissance de son utilisation est en effet liée à l'émergence de l'électricité et peut être résumée en trois dates majeures du XIX^{ème} siècle :

- en 1866, un câble télégraphique en cuivre, déposé au fond de l'océan Atlantique, a permis de relier l'Europe et l'Amérique,
- en 1876, la première conversation fut transmise par des câbles téléphoniques en cuivre par Graham Bell,
- en 1878, un fil électrique en cuivre a été utilisé par Thomas Edison pour apporter l'électricité à son ampoule à incandescence.

S'est ensuivi une campagne d'électrification de nombreuses zones du globe lors du siècle suivant, nécessitant une grande quantité de cuivre, comme le prouve le [Tableau 1-1](#) [M. Radetzki, 2009; Copper Development Association Inc., 2016].

Tableau 1-1 : Production mondiale minière annuelle du cuivre

Année	Production (kilotonne)	Principaux pays producteurs (% du marché)
1750	10	Chine 70, Europe 30
1800	15	Europe 53, Chine 47
1850	53	Royaume Uni 23
1900	490	USA 56, Espagne 11
1910	890	USA 56, Mexique 6
1920	960	USA 58, Chili 10
1930	1540	USA 42, Chili 14, Canada 9
1950	2490	USA 33, Chili 15, Zambie 11
1970	6340	USA 25, URRS 15, Chili 11
1990	8990	Chili 18, USA 18, URRS 10
2000	13.230	Chili 35, USA 8, Pérou 7
2005	16.621	Chili 35, USA 7, Pérou 7
2010	17.676	Chili 34, Pérou 8, Chine 7, USA 7
2015	21.103	Chili 30, Chine 9, Pérou 9, USA 7

Toutefois, d'autres avancées technologiques ont permis de trouver des nouveaux substituts au cuivre. Le procédé Bessemer, introduit dans les années 1850, a réduit le coût de production de l'acier d'environ 80 %. Ainsi, le fer a été plus largement utilisé dans le domaine des outils et des armes par exemple. De même, la production en grande quantité

d'aciers inoxydables a induit la diminution de l'utilisation du cuivre pour sa bonne résistance à la corrosion. De plus, à partir des années 1890, l'emploi d'aluminium a connu également un bond. Ce dernier se présente comme un excellent substituant au cuivre, de par sa plus faible densité (2,70 contre 8,96 pour le cuivre), sa grande résistance à la corrosion et ses bonnes propriétés de conduction électrique et thermique. De nos jours, les alliages d'aluminium sont plus utilisés que ceux de cuivre pour le transport d'électricité sur de longues distances (lignes à haute tension). Enfin, l'émergence de la fibre optique a réduit l'emploi du cuivre dans le domaine des télécommunications [M. Radetzki, 2009].

Malgré tout, au XX^{ème} siècle, la moitié du cuivre était employée pour ses propriétés électriques. De plus, le Tableau 1-1 révèle que les nouveaux adversaires du cuivre n'ont pas empêché la constante augmentation de sa production (et de sa consommation). Désormais, la forte demande oblige l'exploitation de mines dont les minerais sont moins riches en cuivre [M. Radetzki, 2009].

À titre d'exemple, en 2007, 18 millions de tonnes de cuivre ont été utilisées, soit près de 3 kg par habitant, ce qui en fait le troisième métal le plus consommé au monde (en masse) après le fer et l'aluminium (respectivement 940 et 43 millions de tonnes). Cette même année, les revenus générés par l'utilisation du cuivre se sont élevés à hauteur de 128 milliards de dollars, soit l'équivalent du PIB des Philippines ou de l'Ukraine (respectivement 88 et 46 millions d'habitants) [M. Radetzki, 2009].

Ainsi, au cours de l'histoire, le cuivre et ses alliages ont été utilisés à des fins diverses. Trois grandes propriétés se détachent et constituent ensemble un atout face aux concurrents directs que sont l'acier et l'aluminium : leurs bonnes conduction électrique et thermique, leur résistance à la corrosion, et leurs bonnes propriétés mécaniques (une fois allié ou écroui par exemple).

1.1.2. Les différents types d'alliages de cuivre

Selon les propriétés requises, le cuivre pur peut être utilisé. Dans ce cas, il est employé à l'état écroui ou recuit, comme présenté en Figure 1-2 (a). L'état recuit sert d'ailleurs de référence pour la conductivité électrique des métaux. En effet, une conductivité électrique relative égale à 100 % IACS (*International Annealed Copper Standard*) correspond à la résistivité volumique à 20 °C du cuivre recuit, soit 0,017241 $\Omega \cdot \text{mm}^2$ [C.A. Isbell, 2000].

Mais le cuivre pur, du fait de sa faible tenue mécanique, ne permet pas d'être employé dans toutes les situations où ses propriétés thermiques, électriques et électrochimiques seraient optimales. C'est pourquoi il est régulièrement utilisé sous forme d'alliages dont il est le composant majoritaire. Ceux-ci peuvent être classés selon trois grandes familles :

- les alliages « classiques » (bronzes à l'étain, au nickel, à l'aluminium, ...), laitons (Cu-Zn), ..., sous forme monphasée ou polyphasée,

- les alliages à durcissement par dispersion d'une seconde phase constituée d'oxydes nanométriques (comme Al_2O_3 , ZrO_2 , ...), appelés ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*),
- les alliages à durcissement structural par précipitation d'une seconde phase à l'aide d'un traitement thermique adapté (comme Cu-Be, Cu-Ni-Be, Cu-Cr-Zr, ...).

L'ajout d'éléments d'alliage permet le plus souvent d'améliorer les performances mécaniques, comme le prouve la [Figure 1-2](#). Il apparaît ainsi que la famille des alliages de cuivre couvre un large domaine au niveau des propriétés thermiques et mécaniques, la limite d'élasticité (à 0,2 %) balayant par exemple une plage allant de 100 à plus de 1000 MPa.

Dans certains cas, l'addition d'un nouvel élément permet d'améliorer la résistance à la corrosion. Par exemple, l'introduction de nickel dans les cupro-aluminiums ou d'étain dans les laitons limite la dissolution préférentielle d'un élément (respectivement la désaluminisation et la dézincification) [D. Arnaud, 1985].

Toutefois, l'amélioration des propriétés des alliages se fait au détriment de certaines autres. La [Figure 1-2](#) (a) et la [Figure 1-3](#) révèlent respectivement que la présence d'éléments d'addition implique une diminution de la conductivité thermique et de la conductivité électrique par rapport au cuivre pur.

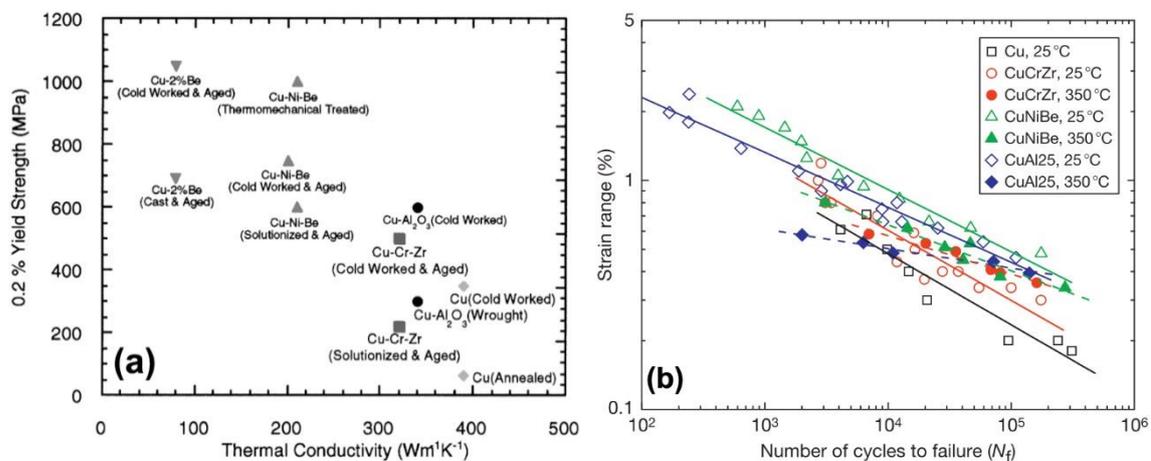


Figure 1-2 : Résistance mécanique, conductivité thermique (a, [G. Li, 2000]) et résistance à la fatigue (b, [M. Li, 2012]) de différents alliages de cuivre

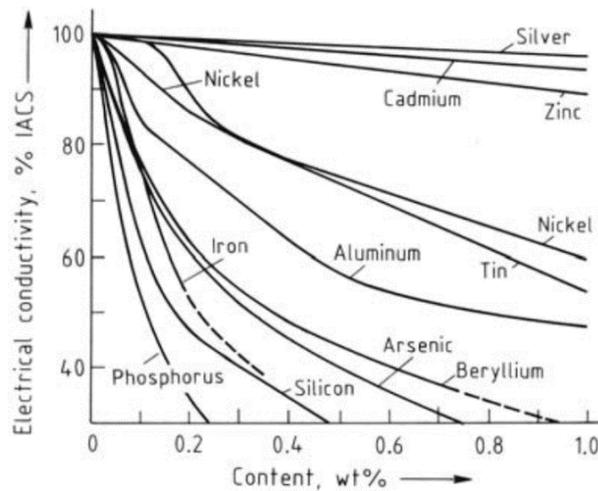


Figure 1-3 : Influence de l'ajout d'éléments d'alliage sur la conductivité électrique du cuivre [J.H. Mendenhall, 1977]

1.1.3. Le durcissement structural par précipitation des alliages de cuivre

1.1.3.1. Principe

Il semble que les alliages de cuivre à durcissement structural par précipitation aient été mis en œuvre pour la première fois par Michael G. Corson à la fin des années 1920. Ils reposent, comme leur nom l'indique, sur la formation de précipités dans la matrice, et ceci grâce à une série de traitements thermiques. Ses études ont même permis un dépôt de brevet sur le sujet dès 1928 [M.G. Corson, 1928]. D'après son travail, l'ajout de silicium combiné au chrome et/ou au cobalt et/ou au nickel, dans une proportion atomique respective proche des composés Cr_3Si , Co_2Si et Ni_2Si , permet la formation de siliciures à la suite de traitements thermiques (de solubilisation, de trempe et de revenu).

Pour y arriver, une fois l'alliage coulé et refroidi, les éléments chimiques doivent tout d'abord passer en solution solide à l'aide d'un traitement thermique de mise en solution. Cela consiste, comme représenté par le marqueur (1) de la [Figure 1-4](#), en un maintien de l'alliage à une température proche de la fusion du métal, pendant une durée suffisamment longue pour espérer s'approcher de l'état d'équilibre. Toutefois, cet état n'est stable qu'à haute température. Une trempe, symbolisée par la flèche passant du marqueur (1) au marqueur (2) de la [Figure 1-4](#), permet de figer cet état et de former ainsi une solution solide sursaturée métastable à température ambiante. La seconde étape consiste alors à faire précipiter les éléments en solution solide sursaturée. Pour cela, un second traitement thermique dit de vieillissement (aging en anglais) et correspondant à un revenu, représenté par le marqueur (3) sur la [Figure 1-4](#), est mis en place à plus faible température que précédemment. La solution solide métastable cherche alors à rejoindre son état d'équilibre à l'aide de l'apport d'énergie thermique, entraînant la précipitation des éléments d'addition. La structure est une nouvelle fois figée à l'aide d'une seconde trempe.

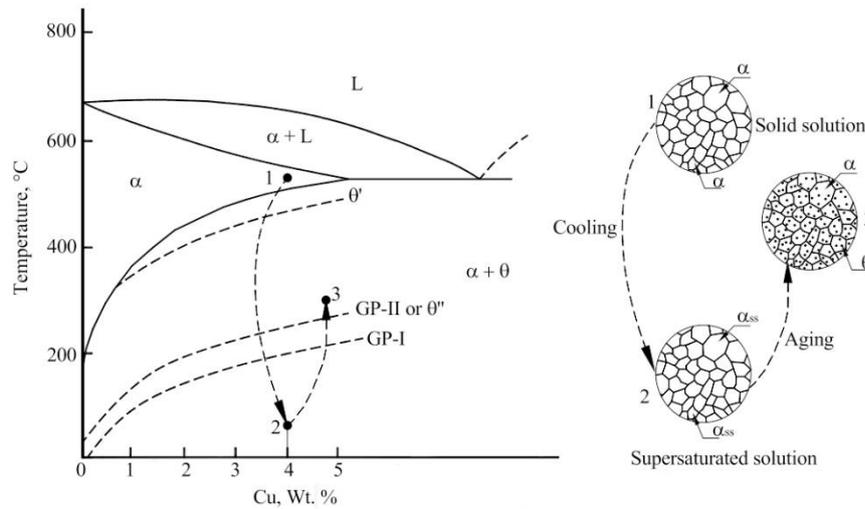


Figure 1-4 : Exemple de traitement thermique d'un alliage Al – 4 % Cu menant à un durcissement structural par précipitation [R.R. Ambriz, 2014]

Ce traitement thermique entraîne un durcissement du matériau. En effet, les précipités entravent le mouvement des dislocations. Comme illustré en [Figure 1-5](#), ils peuvent être franchis par les dislocations selon deux mécanismes :

- dans le premier, les précipités, cohérents ou semi-cohérents avec la matrice, sont cisailés au passage de la dislocation,
- dans le second, la dislocation contourne le précipité, qui est incohérent avec la matrice, laissant alors des boucles de dislocations autour d'eux. Ce phénomène est également connu sous le nom de mécanisme d'Orowan.

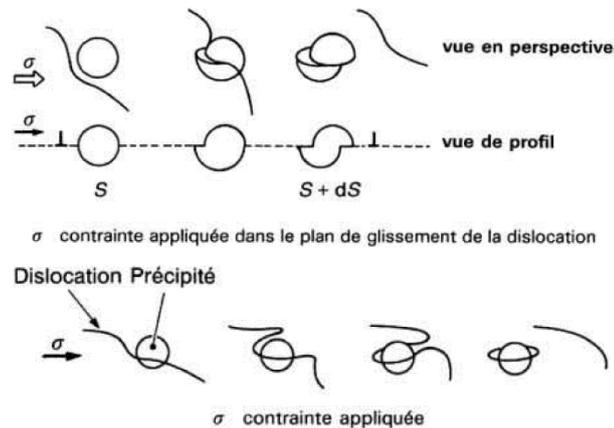


Figure 1-5 : Franchissement de précipités par des dislocations selon les mécanismes de cisaillement (haut) et de contournement (bas) [B. Dubost, 1991]

Toutefois, le mécanisme de franchissement des précipités par les dislocations ne se résume pas à leur cohérence avec la matrice. Leur répartition spatiale et leur taille jouent également un rôle, comme représenté en [Figure 1-6](#). Plus leur diamètre est faible et/ou plus leur densité est importante, plus le cisaillement est privilégié (et inversement).

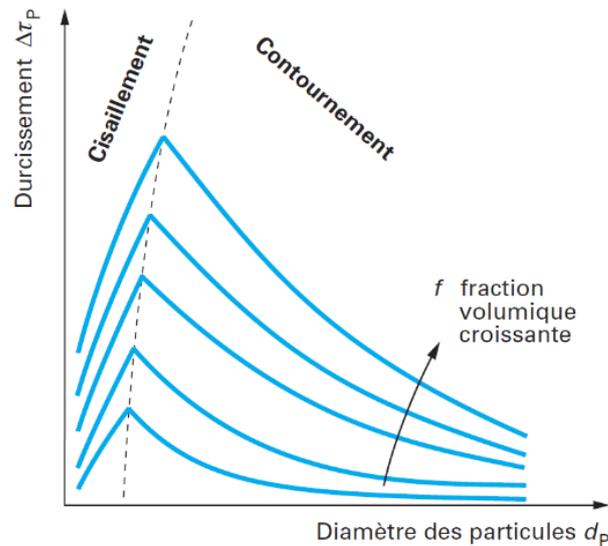


Figure 1-6 : Influence de la taille et de la densité des précipités sur le mode durcissement d'un matériau [B. Thomas, 2002]

1.1.3.2. Modes de formation des précipités

La littérature recense majoritairement deux modes de formation des précipités, quelle que soit leur nature, pour les alliages dont ce manuscrit fait l'objet. En effet, comme le montre la Figure 1-7 pour un exemple binaire simple, une même solution solide sursaturée de concentration en soluté x_0 peut donner lieu à deux types de précipitation à l'état solide :

- d'une part un processus de germination-croissance menant à la formation d'une matrice de concentration en soluté x_α et à un précipité de concentration x_p ,
- d'autre part un phénomène de décomposition spinodale formant une matrice de concentration en soluté x'_α et un précipité de concentration x'_p .

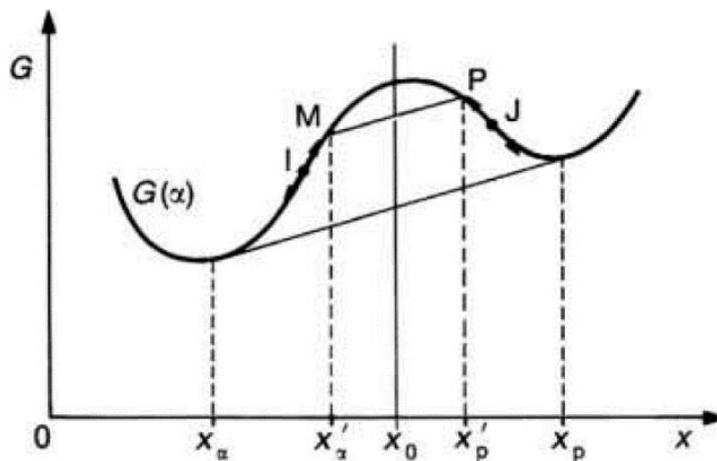


Figure 1-7 : Énergie libre G à basse température d'un alliage de concentration en soluté x_0 [B. Dubost, 1991]

Afin de mettre en avant les différences dans le mode de formation d'une seconde phase pour ces deux processus, les explications qui suivent s'appuient sur la [Figure 1-8](#) représentant deux régions adjacentes, nommées *left* et *right*, d'un alliage binaire A+B. Les deux phases sont représentées respectivement en blanc et noir, au cours de cinq étapes successives à partir d'une même solution solide sursaturée métastable.

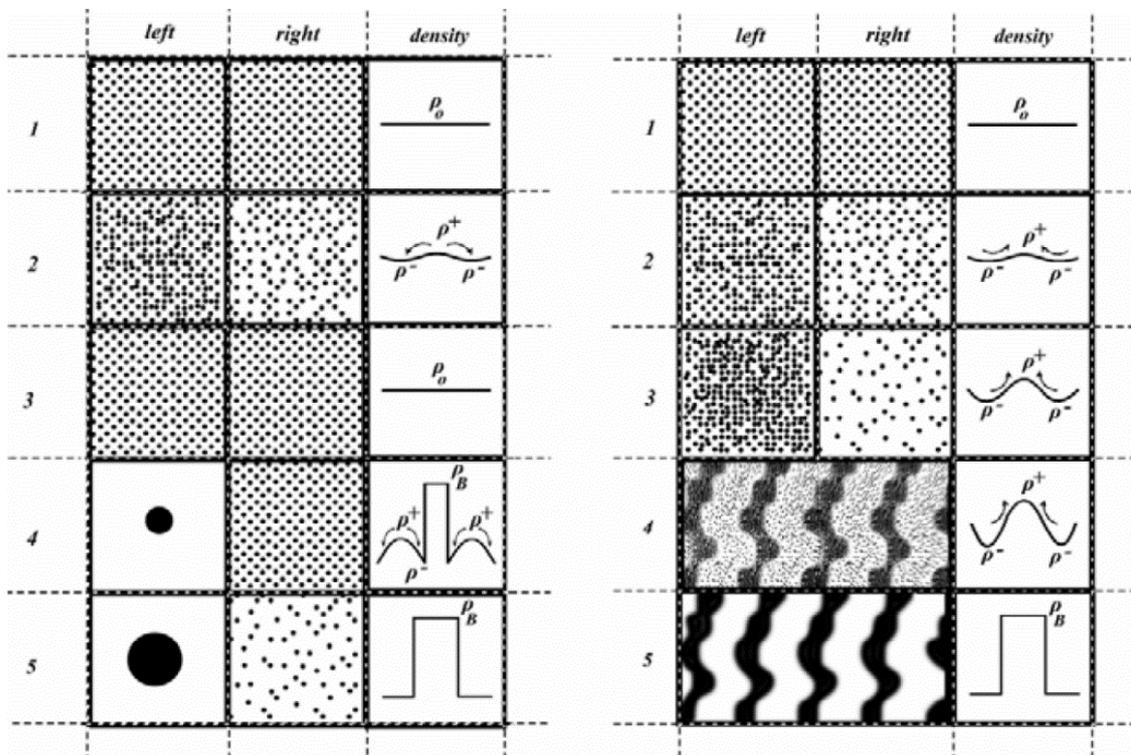


Figure 1-8 : Schématisation de la formation d'une seconde phase par germination-croissance (à gauche) et par décomposition spinodale (à droite) [E.P. Favvas, 2008]

Dans le cas d'une précipitation par germination-croissance, l'étape 2 montre qu'une faible fluctuation de la composition locale ne permet pas de former un germe initial. Ainsi, les zones enrichies en B s'appauvrissent pour retourner à leur point de départ, comme le montre l'étape 3. En revanche, une grande variation de la composition permet la formation d'un germe dont la taille est supérieure à la taille critique, comme l'étape 4 le représente. Ainsi, grâce à l'apport d'énergie thermique, la zone de droite s'appauvrit en B, ce dernier migrant à la frontière du précipité pour le faire croître. L'étape 5 représente alors l'état final du matériau, composé d'une matrice contenant moins de B en solution solide mais désormais parsemée de précipités de B.

Au contraire, une faible fluctuation de la composition chimique n'est pas sans conséquence dans le cadre de la décomposition spinodale. En effet, alors que l'étape 2 est identique à celle de la germination-croissance, les conséquences sont diamétralement opposées. Ainsi, comme le montre l'étape 3, la concentration en B continue d'augmenter dans les zones enrichies (et inversement dans les zones appauvries). De ce fait, la microstructure tend petit à petit vers une séparation de phases, incomplète à l'étape 4 mais finalisée à l'étape 5.

D'ailleurs, la microstructure représentée est caractéristique des alliages à décomposition spinodale.

1.1.3.3. Impacts de la durée et de la température du vieillissement

La durée et la température du traitement thermique de revenu sont deux paramètres importants du procédé de fabrication du matériau qui influent grandement sur les propriétés finales du produit.

Comme le montre la Figure 1-9, la durée du vieillissement fait varier la dureté de l'alliage. Il apparaît ainsi que celle-ci augmente avec le temps, passe ensuite par un maximum avant de chuter si le traitement thermique est prolongé. La qualité du revenu peut être classée en trois catégories en s'appuyant sur les observations des précipités de la Figure 1-10 réalisées en microscopie électronique en transmission (MET) :

- l'état sous-revenu, où la densité des précipités, de faible taille, augmente avec le temps. Ils sont probablement cisailés au passage des dislocations (cf. Figure 1-6),
- l'état sur-revenu, où les précipités sont de grosse taille, diminuant ainsi leur densité et entraînant un durcissement par le mécanisme d'Orowan,
- le revenu au pic, où la dureté est maximale car le cisaillement et le contournement des précipités sont difficiles de par leur taille et leur densité optimales.

Les propriétés mécaniques de l'alliage en traction sont logiquement modifiées en fonction de la durée du vieillissement. Comme le montre la Figure 1-11, la limite d'élasticité et de la résistance mécanique augmentent puis atteignent un palier (après 6 à 8 heures de revenu dans l'exemple) alors que l'allongement à rupture diminue continuellement.

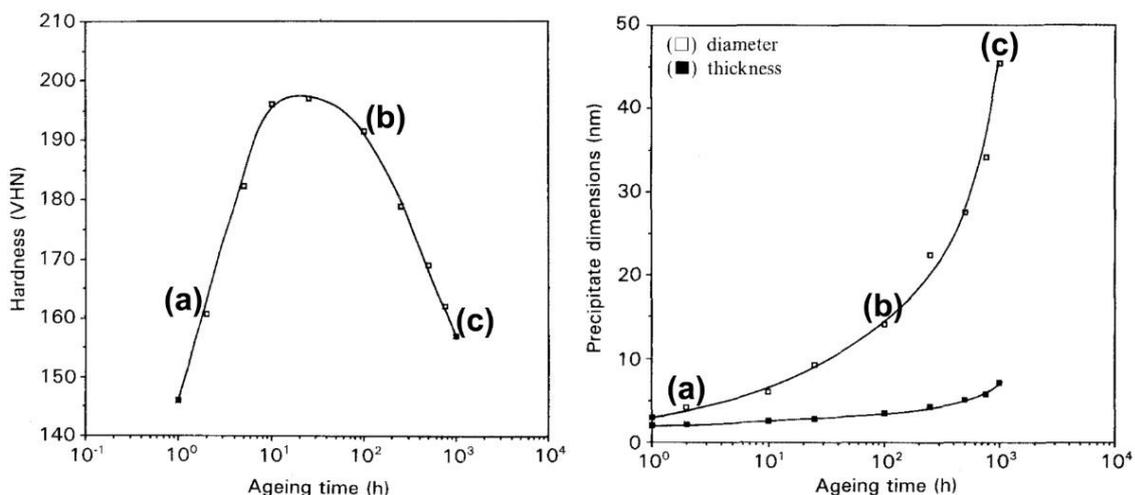


Figure 1-9 : Influence sur la dureté (à gauche) et la taille des précipités (à droite) de la durée du vieillissement à 450 °C d'un alliage Cu – 1,6-2,4 Ni – 0,4-0,8 Si (%) (les marqueurs correspondant aux micrographies MET ci-dessous) [S.A. Lockyer, 1994]

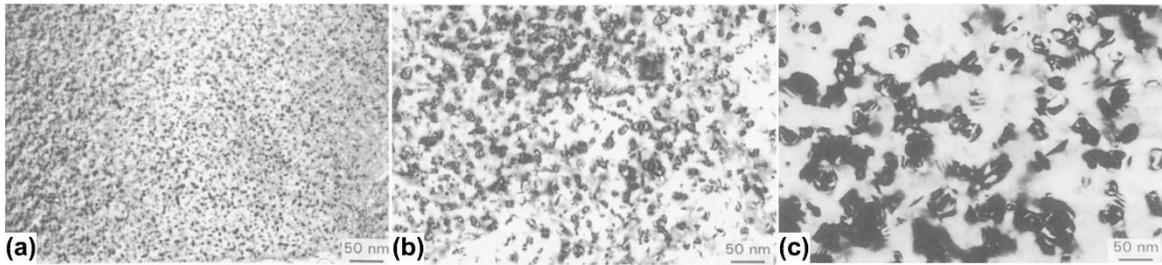


Figure 1-10 : Micrographie MET d'un alliage Cu-Ni-Si vieilli à 450 °C pendant 2 h (a), 100 h (b) et 1000 h (c) [S.A. Lockyer, 1994]

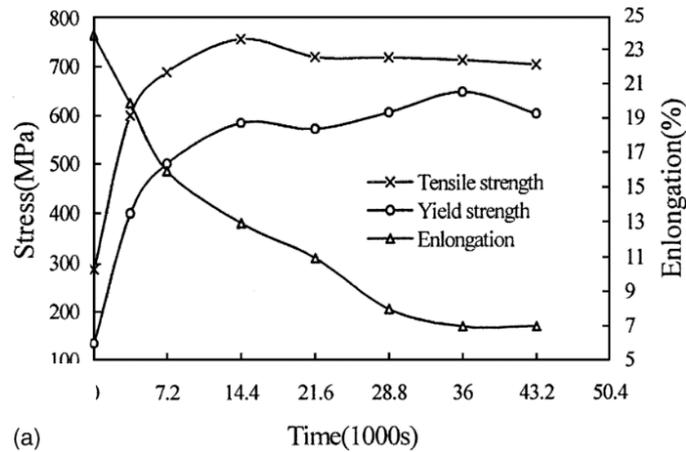


Figure 1-11 : Influence de la durée du vieillissement à 450 °C sur les propriétés en traction d'un alliage Cu – 3,2 Ni – 0,75 Si (%) [D.M. Zhao, 2003]

Le traitement thermique de vieillissement a également un impact sur la résistivité électrique du matériau. En effet, plus le revenu est long, plus les précipités sont volumineux. La matrice s'appauvrit donc de plus en plus en éléments en solution solide. Ainsi, les obstacles au passage du courant y sont moins nombreux, ce qui augmente la conductivité électrique du matériau, comme le montre la Figure 1-12.

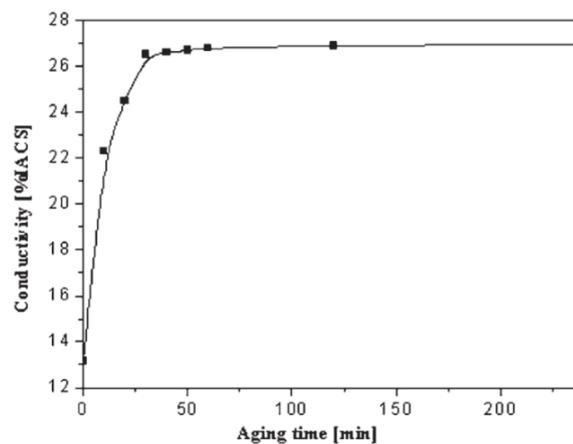
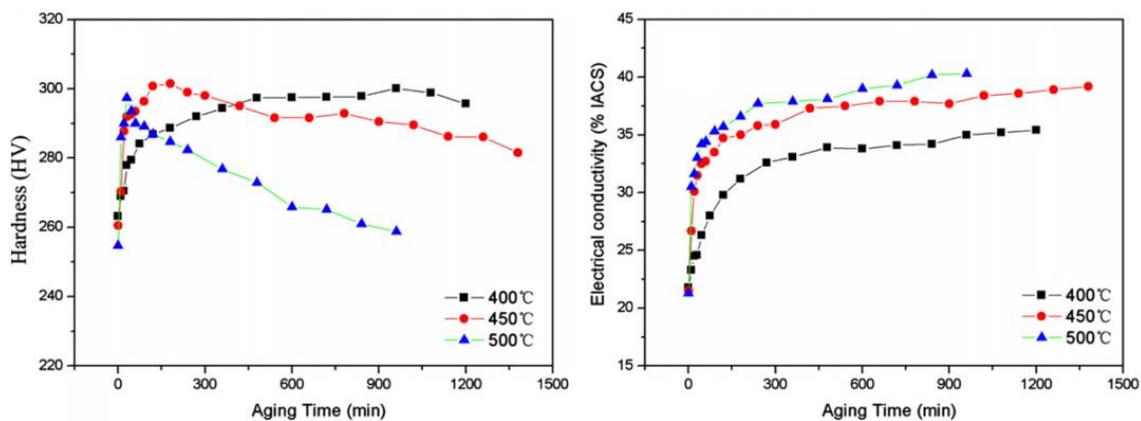


Figure 1-12 : Influence de la durée d'un vieillissement à 500 °C sur la conductivité électrique d'un alliage Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si – 0,6 Sn – 0,15 Mg (%) [Z. Li, 2009]

En plus du temps, la température de revenu joue un rôle important sur les propriétés finales du matériau. Comme le révèle la [Figure 1-13](#), pour une durée de traitement thermique donnée, plus la température augmente, meilleure est la conductivité électrique de l'alliage. En revanche, il n'en va pas de même pour la dureté. En effet, plus la température est élevée, plus le revenu au pic est atteint rapidement. De plus, sur cet exemple, il semble qu'une température de 450 °C permette de maximiser la dureté de l'alliage.

En conclusion, le traitement thermique de revenu du matériau est à optimiser en faisant varier la température et la durée du vieillissement selon les performances électriques et mécaniques souhaitées. Mais plus globalement, c'est la totalité du procédé de fabrication qui a un impact sur le matériau final et ses propriétés. Ce point sera plus spécifiquement développé dans le paragraphe 1.3.3.



[Figure 1-13](#) : Influence de la température de revenu sur la dureté (à gauche) et la conductivité électrique (à droite) d'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,4 Si (%) [Q. Lei, 2013a]

1.2. La fatigue des alliages métalliques

N.B. : Ce paragraphe ne constitue pas une étude bibliographique complète de la fatigue des alliages métalliques. Son but est de fournir les éléments essentiels à la compréhension de l'étude dont ce manuscrit fait l'objet.

1.2.1. Généralités

Alors que la fatigue désigne dans le langage courant l'état d'une personne n'étant plus capable de poursuivre l'effort entamé, ce terme a une signification particulière en science des matériaux. La fatigue (ou endommagement par fatigue) fait ici plus particulièrement référence à une modification des propriétés d'un matériau à la suite de sollicitations mécaniques cycliques dont la répétition peut engendrer sa rupture.

Les premières recherches sur le sujet dateraient de 1837, sachant que le terme fatigue aurait été utilisé pour la première fois par Braithwaite pour qualifier ces phénomènes en 1854 [W.

Schütz, 1996]. Bien que connues depuis près de 180 ans, les problématiques liées à la fatigue restent d'actualité et son étude fait toujours partie des domaines d'intérêts, en témoigne le journal scientifique *International Journal of Fatigue* qui lui est dédiée.

Dans le cadre d'un projet industriel comme celui dans lequel s'inscrit ce manuscrit, l'étude des phénomènes de fatigue a pour but d'éviter la rupture des composants en service, où sont prises en compte à la fois les problématiques liées aux matériaux employés mais également celles en lien avec la géométrie des éléments qui composent le produit fini.

Il est donc indispensable de s'intéresser au préalable à la fatigue des matériaux, et plus particulièrement ici à celle des métaux. Là aussi, ce domaine peut être subdivisé en deux sous-catégories. La première porte sur l'étude de la propagation des fissures sous sollicitations cycliques. Également appelée fatigue-propagation, les essais sont réalisés sur des éprouvettes entaillées. La seconde, dont les travaux présentés dans la suite du manuscrit font l'objet, permet d'étudier l'apparition des fissures menant à la rupture finale du matériau. Plus communément appelée fatigue-amorçage, les expériences sont mises en place sur des éprouvettes lisses, c'est-à-dire exemptes de défauts géométriques.

Dans le cadre de la fatigue-amorçage, le tracé de la contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture, également appelé courbe de Wöhler, permet de déterminer trois domaines de fonctionnement d'un matériau, représentés en [Figure 1-14](#).

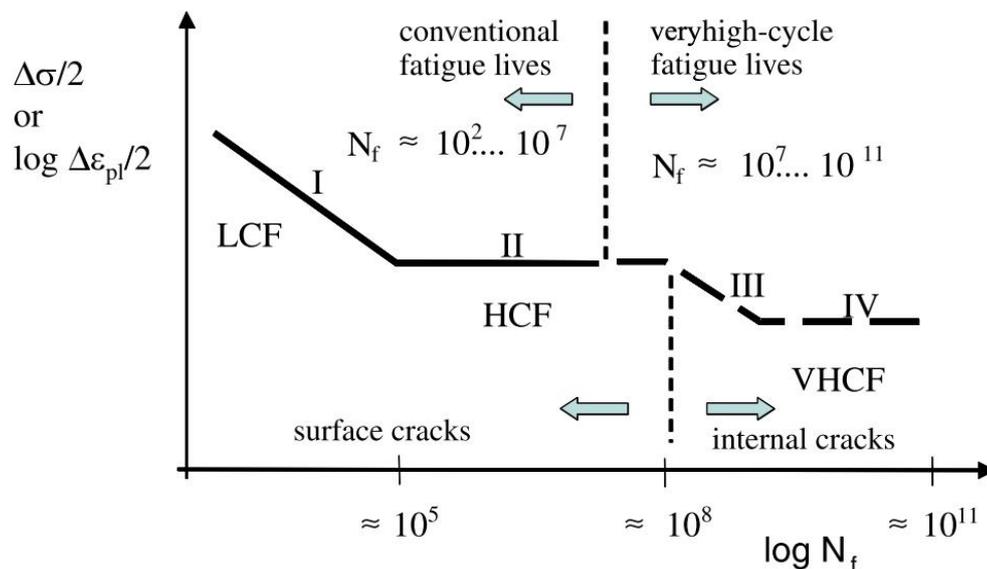


Figure 1-14 : Représentation schématique de l'évolution des amplitudes de contrainte et de déformation plastique en fonction du nombre de cycles à rupture, délimitant les différents domaines de la fatigue [H. Mughrabi, 2006]

Si la contrainte est supérieure à la limite d'élasticité du matériau, ce dernier subit une déformation plastique macroscopique. Correspondant au domaine I sur la [Figure 1-14](#), il est alors soumis à la fatigue oligocyclique (ou LCF en anglais pour *Low Cycle Fatigue*). Comme son nom l'indique, la durée de vie du matériau y est limitée (généralement

inférieure à 10^5 cycles). Ce manuscrit fera d'ailleurs majoritairement l'objet de ce type d'essais, qui seront présentés au paragraphe 1.2.2.

La diminution de la contrainte appliquée permet au matériau de travailler au niveau macroscopique dans son domaine d'élasticité. Toutefois, à l'échelle microstructurale, certains grains subissent des déformations plastiques dont l'accumulation mène à la rupture du matériau. Correspondant au domaine II sur la [Figure 1-14](#), la durée de vie est généralement comprise entre 10^5 et 10^7 cycles, la fatigue étant alors qualifiée de fatigue endurance (ou HCF en anglais pour *High Cycle Fatigue*). Enfin, lorsque la durée de vie est supérieure à 10^7 cycle, ce qui correspond aux domaines III et IV sur la [Figure 1-14](#), la fatigue est qualifiée de VHCF (pour *Very High Cycle Fatigue*).

Dans le cadre des essais de fatigue oligocyclique et de fatigue endurance, la rupture d'un matériau cristallin sans défaut est usuellement divisée en trois grandes étapes.

Tout d'abord, sous l'effet de la contrainte cyclique, la déformation plastique est localisée dans les grains présentant des plans de glissement orientés favorablement. Le mouvement des dislocations est alors activé, permettant la formation de structures de dislocations qui engendrent l'émergence de bandes de glissement en surface. Ceci génère ainsi une topographie en surface composée d'intrusions et d'extrusions schématisées en [Figure 1-15 \(a\)](#) et photographiées en microscopie électronique à balayage (MEB) en [Figure 1-15 \(c\)](#). Dans le cas d'un matériau initialement dépourvu de défaut en surface, les intrusions agissent alors comme des concentrateurs de contraintes et génèrent ainsi des fissures de dimension micrométrique, qui peuvent être très nombreuses. La première étape de leur propagation (stage I sur la [Figure 1-15 \(b\)](#)) peut alors avoir lieu sur une distance comparable à la taille de grains. Il est à noter que les défauts d'un matériau ont le même effet que celui des intrusions et extrusions.

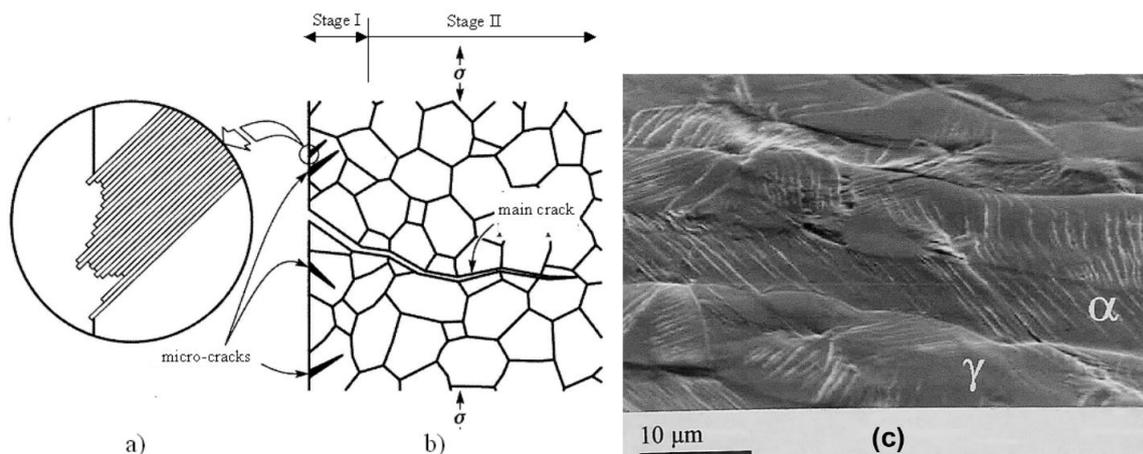


Figure 1-15 : Effet d'une contrainte cyclique sur la surface (a) et la fissuration (b) d'un matériau polycristallin [A. Pineau, 2013] illustrée par une micrographie MEB de la surface d'un acier duplex rompu par fatigue (c) [K. Massol, 2002]

La croissance des microfissures combinée à leur coalescence en surface permet ensuite la formation de quelques fissures longues. Elles agissent également comme concentrateurs de contraintes, l'accumulation locale de la déformation permettant à certaines de franchir les barrières microstructurales et d'atteindre une taille équivalente à quelques grains (stage II sur la [Figure 1-15](#) (b)). Enfin, la propagation en volume de l'une d'entre elles génère une fissure principale, au fond de laquelle se localise désormais la déformation. Ceci mène finalement à la rupture du matériau (stage III).

1.2.2. La fatigue oligocyclique

1.2.2.1. *Présentation générale*

Comme évoqué dans le paragraphe précédent, les phénomènes de fatigue oligocyclique se produisent lorsque la contrainte cyclique appliquée à un matériau dépasse sa limite d'élasticité. En général, les essais de caractérisation sont réalisés à déformation totale imposée, en utilisant un extensomètre directement fixé sur l'éprouvette (mais qui peut être également déporté). En combinant les données relevées par la cellule de force et l'extensomètre, il est possible de tracer à chaque cycle la courbe contrainte-déformation, comme celle représentée en [Figure 1-16](#). Elle est appelée boucle d'hystérésis, car la contrainte résultant de la sollicitation cyclique est différente lorsque la déformation est croissante ou décroissante.

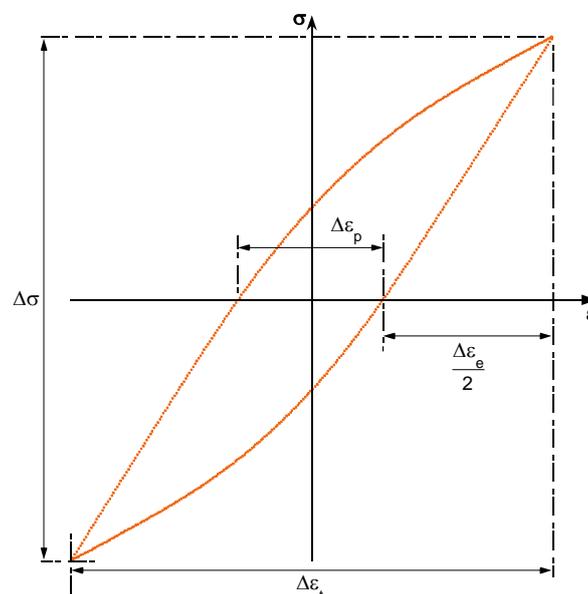


Figure 1-16 : Boucle d'hystérésis et grandeurs mesurées

Il est possible d'y mesurer l'amplitude de contrainte (égale à $\Delta\sigma/2$) et les variations de déformation totale $\Delta\varepsilon_t$, plastique $\Delta\varepsilon_p$ et élastique $\Delta\varepsilon_e$. Ces données sont essentielles à la caractérisation d'un matériau en fatigue, notamment de l'écrouissage (voir paragraphe 1.2.2.3) et de la résistance à la fatigue (voir paragraphe 1.2.2.4).

1.2.2.2. Évolution de la contrainte au cours du cyclage

L'étude en fatigue oligocyclique passe également par le suivi de l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles, dont un exemple est représenté en Figure 1-17. Deux échelles sont usuellement utilisées, l'une semi-logarithmique pour apprécier au mieux le début de l'essai, l'autre linéaire en fraction de durée de vie (N/N_r) pour mieux comparer les essais dont les durées de vie (N_r) sont différentes. Cette réponse cyclique est généralement composée de trois grandes phases.

Dans le premier temps, la contrainte évolue en réponse à la sollicitation cyclique, à la hausse ou à la baisse. Ces phases sont alors appelées respectivement adoucissement ou durcissement cyclique. Elles peuvent apparaître séparément ou successivement au sein d'un même essai (comme à $\Delta\epsilon_t = 2,5\%$ sur la Figure 1-17). La durée de cette étape, plus généralement appelée accommodation cyclique, est grandement dépendante de l'histoire thermomécanique du matériau étudié.

Cette période est la plupart du temps suivie d'une stabilisation du comportement mécanique du matériau étudié, où les boucles d'hystérésis cessent d'évoluer. Occupant généralement la majorité de la durée de l'essai, cette phase est considérée comme représentative du comportement du matériau. Les grandeurs caractéristiques y sont alors relevées, le plus souvent à 50 % de la durée de vie.

Enfin, la propagation de la fissure principale en volume engendre une baisse de contrainte en traction, son ouverture étant de plus en plus simple au fil des cycles. L'amplitude de contrainte diminue donc également et le matériau rompt alors en quelques cycles.

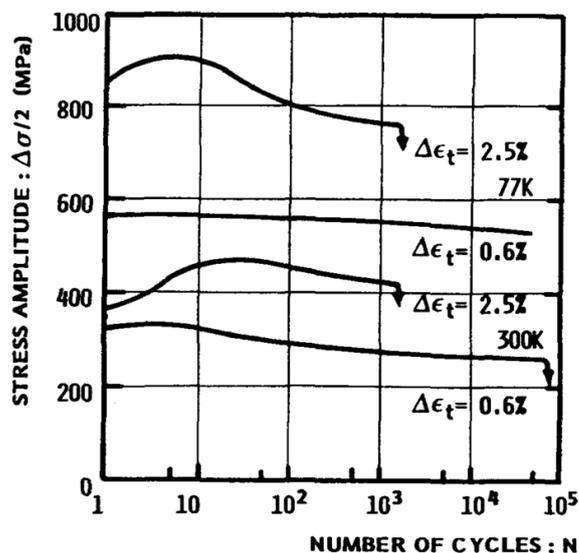


Figure 1-17 : Évolution de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour des essais de fatigue oligocyclique réalisés sur un acier 316LN [J.-B. Vogt, 1991]

1.2.2.3. Écrouissage

Comme expliqué dans le paragraphe précédent, les propriétés mécaniques d'un matériau peuvent évoluer en réaction aux sollicitations cycliques. Pour les comparer aux propriétés initiales du matériau, à savoir les propriétés en traction monotone, il est possible de tracer les courbes dites d'écrouissage (monotone et cyclique), représentant la contrainte en fonction de la déformation plastique du matériau. Pour la courbe d'écrouissage monotone, les données sont relevées à la fin du premier quart de cycle, tandis que la courbe d'écrouissage cyclique s'obtient à partir de la boucle d'hystérésis de référence, généralement enregistrée au cours de l'état stabilisé en fatigue.

L'écrouissage monotone est ainsi calculé selon l'Équation 1, avec σ_{a0} et ε_{pa0} respectivement les amplitudes de contrainte et de déformation plastique à un quart de cycle, et n et K respectivement l'exposant d'écrouissage monotone et le coefficient de résistance monotone.

Équation 1 : Écrouissage monotone

$$\sigma_{a0} = K \varepsilon_{pa0}^n$$

De la même façon, l'écrouissage cyclique suit l'Équation 2, avec σ_a et $\Delta\varepsilon_{pa}/2$ respectivement les amplitudes de contrainte et de déformation plastique stabilisées, et n' et K' respectivement l'exposant d'écrouissage cyclique et le coefficient de résistance cyclique.

Équation 2 : Écrouissage cyclique

$$\sigma_a = K' \left(\frac{\Delta\varepsilon_{pa}}{2} \right)^{n'}$$

1.2.2.4. Critères de résistance à la fatigue

La caractérisation de la résistance à la fatigue passe quant à elle par la mise en relation de la durée de vie N_r du matériau étudié aux différentes grandeurs mesurables sur les boucles d'hystérésis (comme celle présentée en Figure 1-16), généralement relevées à l'état stabilisé. Dans tous les cas présentés ci-dessous, K et C représentent respectivement le coefficient et l'exposant de résistance à la fatigue associés à la relation décrite.

Les lois de Manson-Coffin (sans doute la plus populaire) et de Basquin permettent de relier respectivement les déformations plastique et élastique à la durée de vie du matériau. Ces relations correspondent respectivement à l'Équation 3 et l'Équation 4. La variation de déformation totale, somme des variations de déformations plastique et élastique, peut ainsi être décrite selon l'Équation 5.

Équation 3 : Relation de Manson-Coffin

$$\Delta\varepsilon_{pa} = K_p (N_r)^{C_p}$$

Équation 4 : Relation de Basquin

$$\Delta\varepsilon_{ea} = K_e(N_r)^{C_e}$$

Équation 5 : Variation de déformation totale

$$\Delta\varepsilon_{ta} = \Delta\varepsilon_{pa} + \Delta\varepsilon_{ea} = K_p(N_r)^{C_p} + K_e(N_r)^{C_e}$$

Il est également possible de représenter l'amplitude de contrainte en fonction de la durée de vie du matériau, semblable à la Figure 1-14 et respectant l'Équation 6. Dans le cas des essais de fatigue oligocyclique, ce diagramme est qualifié par analogie de pseudo-Wöhler, les essais étant conduits à déformation imposée et non à contrainte imposée.

Équation 6 : Relation pseudo-Wöhler

$$\sigma_a = K_{PW}(N_r)^{C_{PW}}$$

Enfin, un critère basé sur l'énergie dissipée à chaque cycle a été développé à la fin des années 80 [K. Golos, 1988]. Cette approche présente l'avantage de prendre en compte à la fois la contrainte et la déformation. En effet, l'énergie plastique dissipée par cycle ΔW_p est proportionnelle au produit de l'amplitude de contrainte et de la variation de déformation plastique, et peut être décrite selon la relation présentée dans l'Équation 7. D'un point de vue graphique, cette énergie correspond à l'aire incluse dans les boucles d'hystérésis, comme représenté en Figure 1-18.

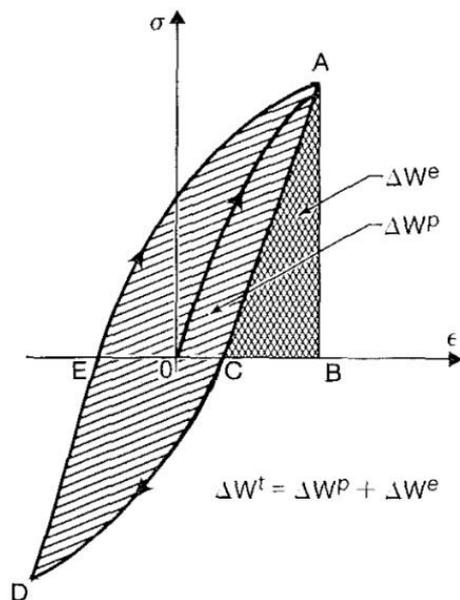


Figure 1-18 : Énergies totale, plastique et élastique mesurées sur une boucle d'hystérésis [K. Golos, 1988]

Équation 7 : Relation de Golos et Ellyn

$$\Delta W_p = K_{Wp}(N_r)^{C_{Wp}} \propto \sigma_a \cdot \Delta\varepsilon_{pa}$$

La fatigue (et plus particulièrement la fatigue oligocyclique) ayant été présentée, ce manuscrit va maintenant s'intéresser à la famille d'alliage dont il fait l'objet : les cupro-nickel-silicium (ou Cu-Ni-Si).

1.3. Les cupro-nickel-silicium (Cu-Ni-Si)

Parmi les alliages de cuivre à durcissement structural par précipitation, la famille des cuivre-nickel-silicium fait partie des solutions les plus avantageuses, grâce au bon équilibre entre leurs différentes propriétés physiques. Avec une proportion massique allant dans la littérature de 1,5 à 8 % en nickel et de 0,3 à 1,8 % en silicium, ils constituent une bonne solution de remplacement des alliages cuivre-béryllium, connus pour leur toxicité [I.

Altenberger, 2015]. Le nombre de publications scientifiques sur les Cu-Ni-Si s'est ainsi logiquement multiplié à partir des années 2000, et encore plus ces cinq dernières années.

1.3.1. Diagrammes de phases

Avant toute chose, il convient de s'intéresser aux diagrammes de phases à l'équilibre donnés par la thermodynamique, à la fois les binaires mais aussi les ternaires et leurs coupes à une composition ou une température données. Pour illustrer la lecture des différents diagrammes présentés par la suite, l'exemple d'un alliage CuNi2Si (nom commercial explicité au paragraphe 2.1.1), composé selon la norme de 1,6 à 2,5 % de nickel et de 0,4 à 0,8 % de silicium, a été retenu.

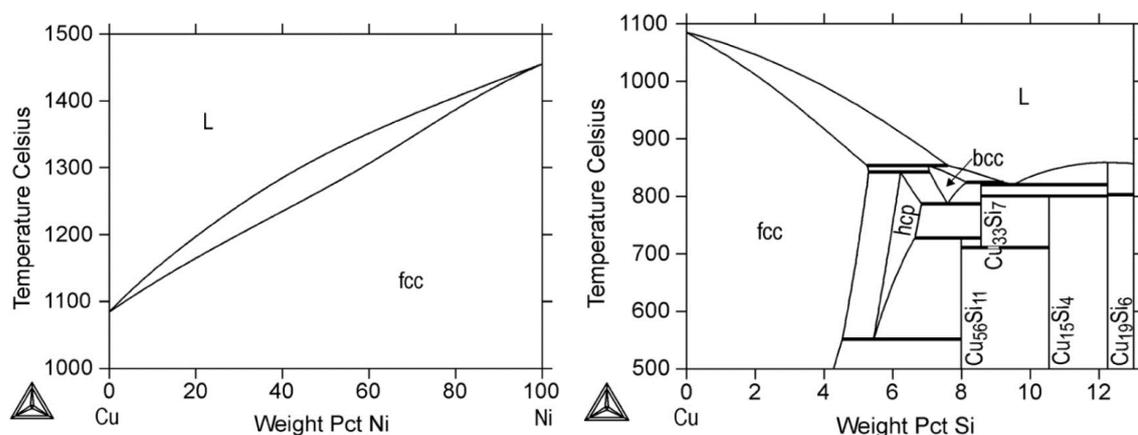
1.3.1.1. Diagrammes binaires

Le système Cu-Ni est le plus simple qui puisse exister. Côte à côte dans la table périodique des éléments et tous deux de structure cristalline cubique à faces centrées, ils forment une fois mélangés une solution solide sans limite de solubilité, comme le montre le diagramme présenté en [Figure 1-19](#).

Beaucoup plus complexe que le Cu-Ni, le mélange Cu-Si peut mener à la formation de nombreux composés intermétalliques. La limite de solubilité du silicium dans le cuivre est de l'ordre de 4,5 % à 850 °C.

Enfin, le mélange Ni-Si est également assez complexe, présentant une dizaine de composés intermétalliques, comme le montre son diagramme de phases en [Figure 1-20](#).

Ainsi, le [Tableau 1-2](#) résume les différentes phases pouvant être observées à l'état solide en mélangeant ces trois espèces chimiques. Il est donc désormais possible de se pencher sur les diagrammes ternaires du mélange Cu-Ni-Si.



[Figure 1-19](#) : Diagrammes de phases calculés du système Cu-Ni (à gauche) et de la zone riche en cuivre du Cu-Si (à droite) [J. Miettinen, 2005]

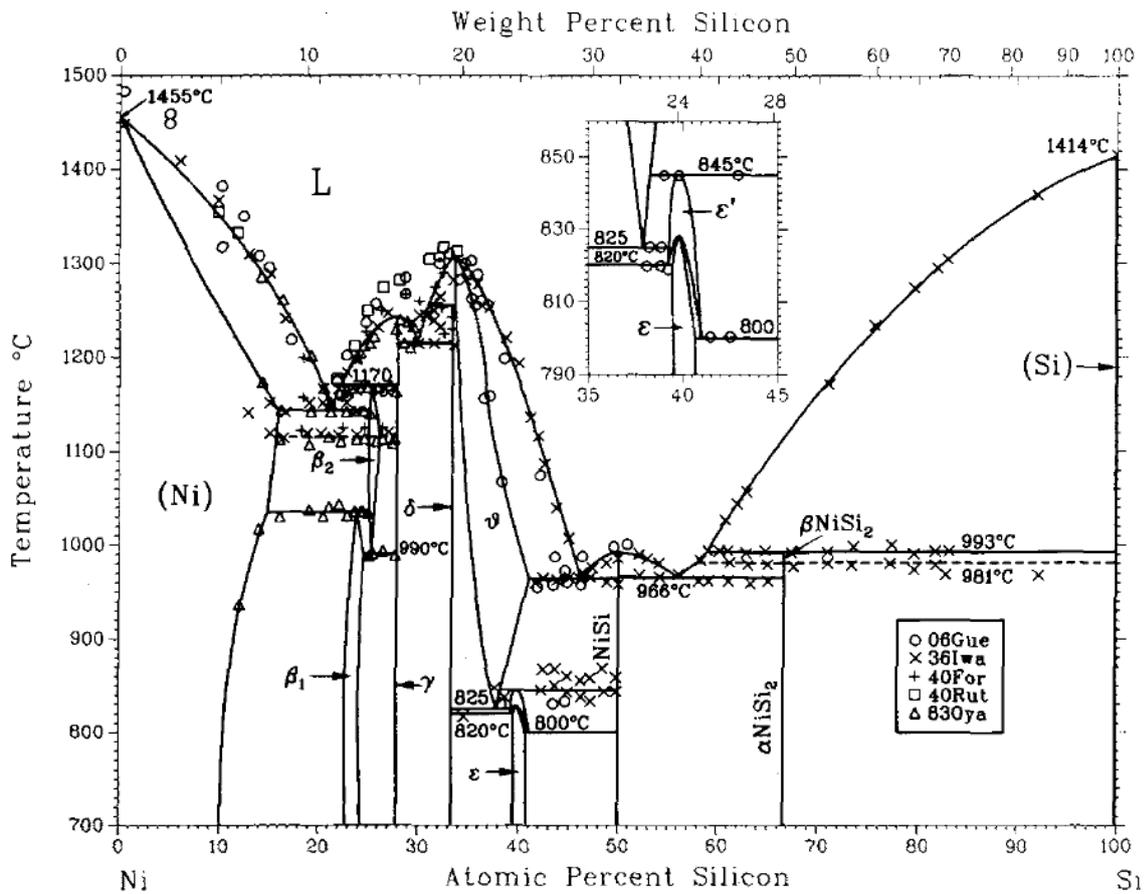


Figure 1-20 : Diagramme de phases expérimental du système Ni-Si [P. Nash, 1987]

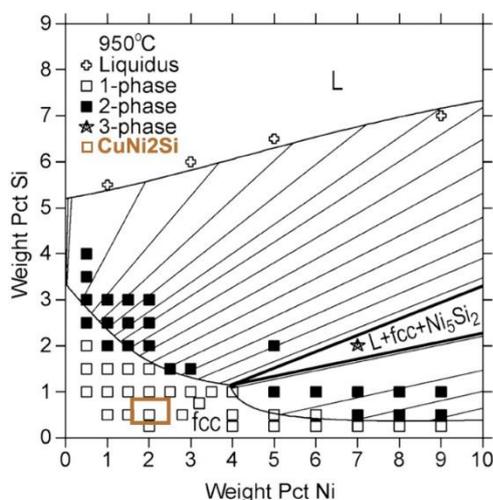
Tableau 1-2 : Les phases solides stables du système Cu-Ni-Si [X. Liu, 2013]

Système	Phase	Symbole de Pearson	Groupe d'espace	Notation Strukturbericht	Prototype
Cu - Ni	(Cu)	cF4	Fm-3m	A1	Cu
	(Ni)	cF4	Fm-3m	A1	Cu
Cu - Si	(Cu)	cF4	Fm-3m	A1	Cu
	κ (Cu ₇ Si)	hP2	P6 ₃ /mmc	A3	Mg
	β (Cu ₆ Si)	cI2	Im-3m	A3	W
	γ (Cu ₅ Si)	cI20	P4 ₁ 32	A13	β Mn
	δ (Cu ₅ Si)	Quadratique	-	-	-
	ϵ (Cu ₁₅ Si ₄)	cI76	I-43d	-	ϵ (Cu ₁₅ Si ₄)
	η (Cu ₃ Si)	Rhomboédrique	R-3m	-	-
	η' (Cu ₃ Si)	Rhomboédrique	R-3	-	-
	η'' (Cu ₃ Si)	Orthorhombique	-	-	-
	(Si)	cF8	Fd-3m	A4	C (diamant)

Système	Phase	Symbole de Pearson	Groupe d'espace	Notation Strukturbericht	Prototype
Ni - Si	(Ni)	cF4	Fm-3m	A1	Cu
	β_1 (Ni ₃ Si)	cP4	Pm-3m	L12	AuCu ₃
	β_2 (Ni ₃ Si)	cP2	Pm-3m	D019	CsCl
	β_3 (Ni ₃ Si)	oP16	Pmmna	D85	Fe ₃ C
	γ (Ni ₃₁ Si ₁₂ ou Ni ₅ Si ₂)	hP43	P321	-	γ (Ni ₃₁ Si ₁₂)
	θ (Ni ₂ Si)	hP6	P6 ₃ /mmc	-	Ni ₂ In
	δ (Ni ₂ Si)	oP12	Pnma	-	Co ₂ Si
	ϵ (Ni ₃ Si ₂)	oC80	Cmc2 ₁	-	Ni ₃ Si
	ϵ' (Ni ₃ Si ₂)	-	-	-	-
	NiSi	oP8	Pnma	B31	MnP
	β (NiSi ₂)	-	-	-	-
	α (NiSi ₂)	cF12	Fm-3m	C1	CaF ₂
	(Si)	cF8	Fd-3m	A4	C (diamant)

1.3.1.2. Le système ternaire Cu-Ni-Si

Ce système a tout d'abord été décrit dans la littérature pour un mélange riche en cuivre (au maximum 40 % de Ni et 8 % de Si) soumis à des températures supérieures à 700 °C [J. Miettinen, 2005]. D'après ces calculs, un traitement thermique à 950 °C de l'alliage CuNi₂Si permet d'obtenir, une fois l'équilibre atteint, une matrice de cuivre (de structure cubique à faces centrées (FCC pour *face-centered cubic*)) avec Ni et Si en solution solide, comme représenté dans la [Figure 1-21](#).



[Figure 1-21](#) : Section isotherme à 950 °C du diagramme de phases calculé du système Cu-Ni-Si riche en cuivre [J. Miettinen, 2005]

De plus, la [Figure 1-22](#) permet de mettre en avant l'influence de la température et de la composition chimique sur les phases en présence. Ainsi, pour l'alliage CuNi₂Si, un traitement thermique à 850 °C entraînerait la formation de précipités de Ni₅Si₂ dans la matrice de cuivre une fois l'équilibre atteint. De même, pour un traitement thermique à 950 °C, l'ajout de nickel à l'alliage CuNi₂Si aurait une conséquence identique alors que l'addition de silicium impliquerait une fusion partielle du métal [J. Miettinen, 2005].

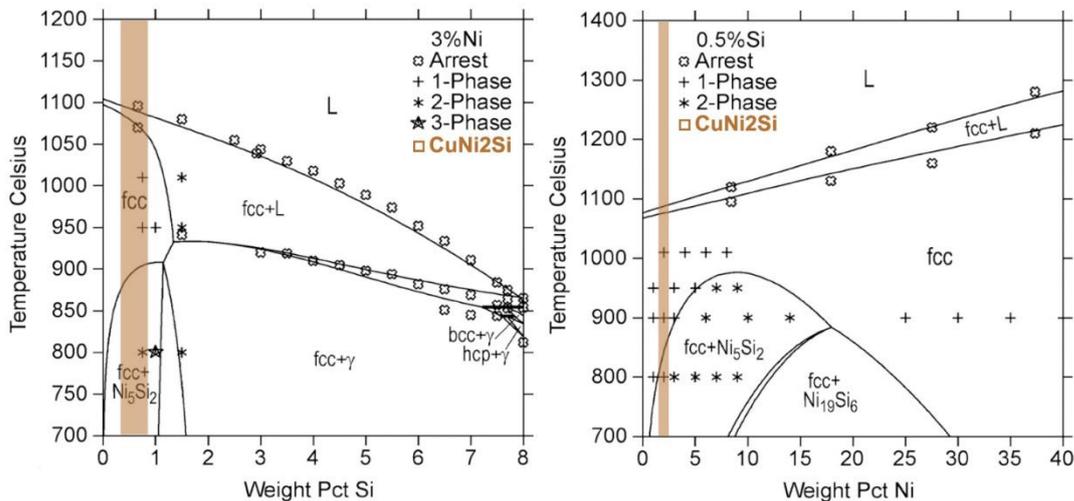


Figure 1-22: Isoplèthes à 3 % de Ni (à gauche) et 0,5 % de Si (à droite) du diagramme de phases calculé pour le système Cu-Ni-Si riche en cuivre [J. Miettinen, 2005]

Par la suite, ces travaux ont été complétés par de nouvelles publications [W. Sun, 2011; X. Liu, 2013; C. Wang, 2014]. Dans la plus récente, le système ternaire est étudié dans sa globalité. La composition de nombreux alliages y est décrite. À titre d'exemple, un mélange Cu – 10 Ni – 2 Si (%) recuit 45 jours à 900 °C est composé de deux phases, d'une part du Cu FCC avec 8,65 %at de Ni et 0,89 %at de Si, et d'autre part des précipités de γ -Ni₃₁Si₁₂ (63,46 %at de Ni pour 27,68 %at de Si). Leurs différents essais ont permis de construire des diagrammes ternaires, dont un exemple est présenté en [Figure 1-23](#) [C. Wang, 2014].

Ces données sont essentielles pour prédire les espèces présentes à la suite du traitement thermique de mise en solution solide. Concernant celui de durcissement structural par précipitation, le mélange ternaire a été étudié pour les températures moyennes, allant de 300 à 600 °C pour le système Cu-Ni-Si riche en cuivre [D. Lu, 2007]. Les diagrammes générés sont présentés en [Figure 1-24](#). Les auteurs ont vérifié leurs calculs à l'aide de caractérisations expérimentales. Une analyse au MET a permis de vérifier que pour un alliage Cu – 3,2 Ni – 0,75 Si (%) à 500 °C, la matrice de cuivre est bien durcie principalement par des précipités δ -Ni₂Si, mais également γ -Ni₅Si₂ en plus faible proportion. L'alliage se situe en effet à la limite des zones FCC+ δ -Ni₂Si et FCC+ δ -Ni₂Si+ γ -Ni₅Si₂.

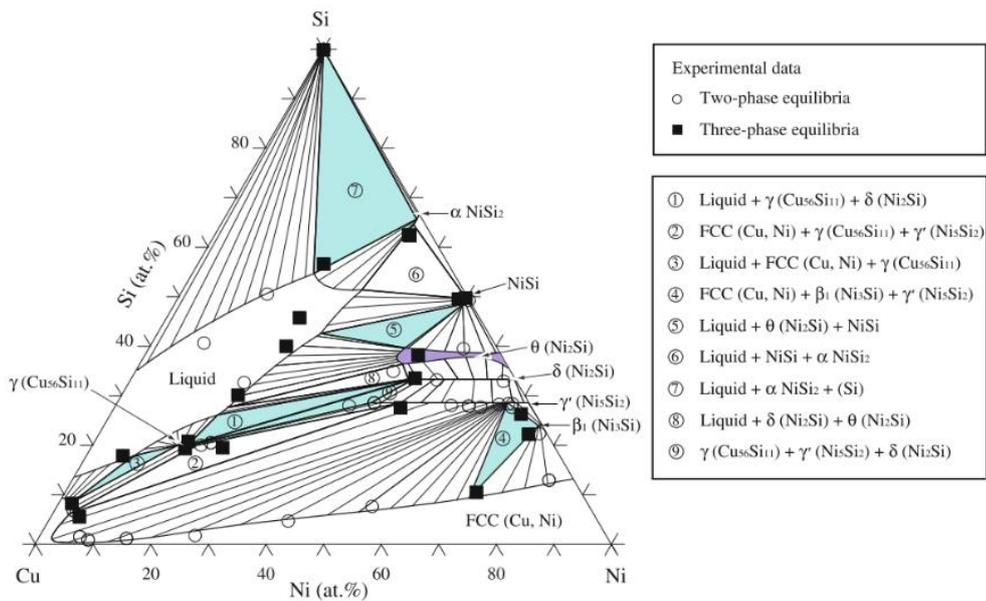


Figure 1-23 : Section isotherme à 900 °C du diagramme de phases du système Cu-Ni-Si [C. Wang, 2014]

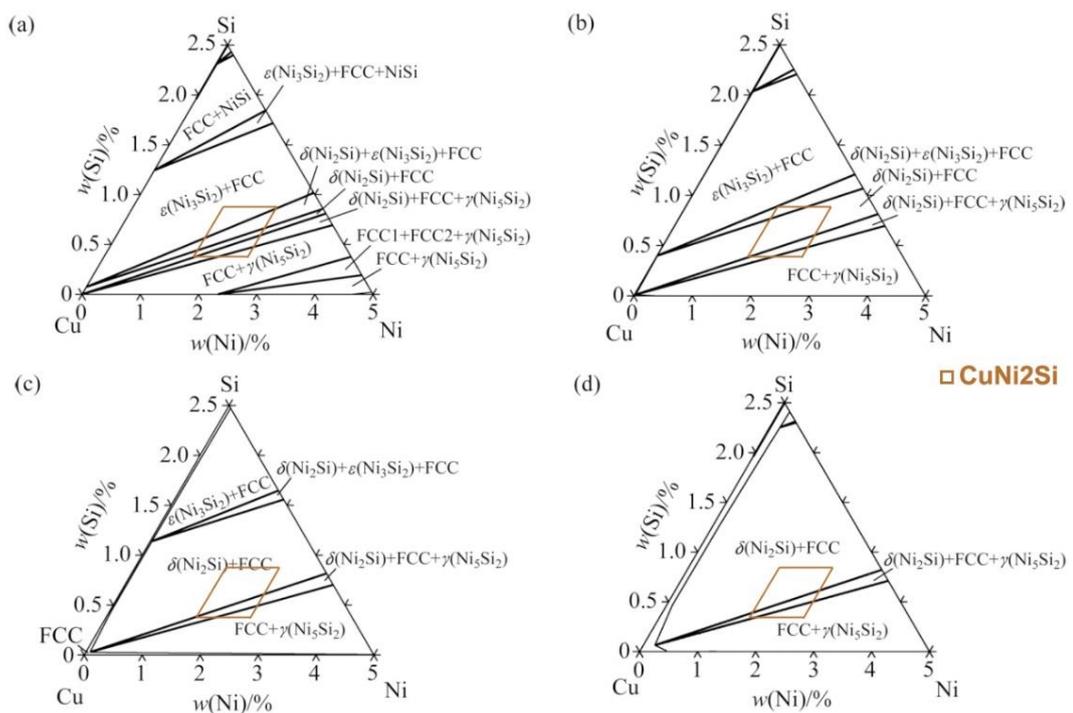


Figure 1-24 : Sections isothermes à 300 °C (a), 400 °C (b), 500 °C (c) et 600 °C (d) de la zone riche en cuivre du diagramme de phases calculé du système Cu-Ni-Si [D. Lu, 2007]

Ainsi, selon leur modèle et en utilisant les diagrammes ternaires de la Figure 1-24, l'alliage CuNi₂Si (dans sa composition moyenne, soit au centre du losange) est composé à l'équilibre de deux phases entre 400 et 600 °C. Des précipités de δ -Ni₂Si se forment en effet dans la matrice de cuivre (+ éléments en solution solide). De plus, un composé intermétallique supplémentaire précipite à 300 °C : ϵ -Ni₃Si₂.

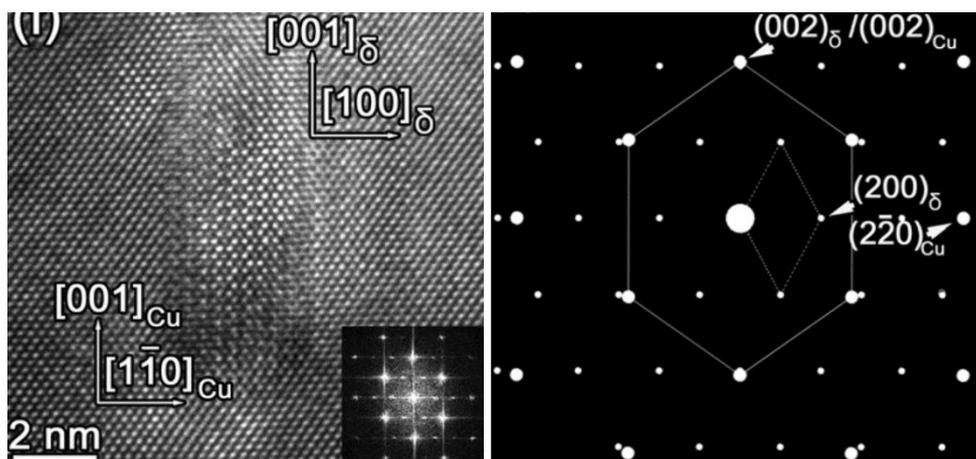
La thermodynamique apparaît comme une aide précieuse pour comprendre et interpréter les compositions et les phases en présence dans les alliages Cu-Ni-Si. De par leur faible nombre, les différents résultats sont concordants. Toutefois, la thermodynamique ne peut expliquer que les phénomènes à l'équilibre, ce qui est éloigné de la réalité de la production de pièces à base de ces alliages. Ces diagrammes de phases restent toutefois très utiles à la prédiction du résultat des traitements thermiques.

1.3.2. Identification des précipités

D'après le dépôt de brevet de Corson [M.G. Corson, 1928], les précipités responsables du durcissement structural sont, selon ses propres termes, ultramicroscopiques, c'est-à-dire indétectables par les technologies de microscopie optique de l'époque. La modernisation des techniques permettra beaucoup plus tard – à compter des années 1980 – de prolonger son travail et ainsi d'identifier les précipités.

Le MET est dorénavant l'outil principalement utilisé afin d'identifier de tels précipités. En effet, comme le montre la [Figure 1-10](#), ils peuvent être d'une taille de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Les techniques de microscopie optique et de microscopie électronique à balayage (MEB) ne permettent donc pas, du fait de leur trop faible grandissement, d'identifier ces précipités.

Grâce au MET, il est possible d'imager et de définir les caractéristiques cristallines des précipités. La [Figure 1-25](#) (gauche) correspond à une observation de la structure atomique du matériau, accessible en utilisant le mode Haute Résolution (HRTEM). Enfin, l'indexation des clichés de diffraction des électrons, schématisé en [Figure 1-25](#) (droite), permet de remonter à sa structure cristalline et d'apprécier sa cohérence avec la matrice de cuivre.



[Figure 1-25](#) : Image HRTEM (à gauche) d'un précipité de δ -Ni₂Si et son cliché de diffraction (réel à gauche, simulé à droite) d'un alliage Cu – 2,4 Ni – 0,7 Si – 0,4 Cr (%) [T. Hu, 2013]

Ainsi, en utilisant le MET, la majeure partie de la littérature s'accorde sur la formation de précipités cohérents δ -Ni₂Si prenant la forme de disques [S.A. Lockyer, 1994; H. Fujiwara, 1998; F. Huang, 2003; J. Lei, 2005; C. Watanabe, 2007, 2011; R. Monzen, 2008; X.-P. Xiao, 2013a; Y. Jia, 2013] dans les alliages Cu-Ni-Si de composition proche de la nuance CuNi₂Si et contenant moins de 10 % d'éléments d'addition. De plus, ces analyses MET sont parfois couplées à une quantification chimique des éléments à l'aide d'un détecteur EDS (*Energy Dispersive x-ray Spectroscopy*), mesurant un rapport atomique Ni:Si proche de 2 pour 1 [J. Kinder, 2007; Z. Li, 2009; Z. Sun, 2011; E. Donoso, 2012; Q. Lei, 2013a]. La microscopie électronique à transmission a également permis, dans un nombre plus faible de publications, d'identifier des précipités β -Ni₃Si [H. Fujiwara, 1998; Qian Lei, 2010; Q. Lei, 2013a, 2013b]. L'ensemble de ces données tend à montrer que la formation des précipités se fait par germination-croissance.

Toutefois, certaines publications présentent d'autres formes de précipitation. Par exemple, il a été montré que seuls les précipités de δ -Ni₂Si sont responsables du durcissement d'un alliage Cu – 1,0 Ni – 0,25 Si – 0,1 Zn (%) [D. Zhao, 2003]. En revanche, pour un alliage Cu – 3,2 Ni – 0,75 Si – 0,3 Zn (%), d'autres précipités se forment lors du traitement thermique de vieillissement [D. Zhao, 2003; D.M. Zhao, 2003]. Une théorie semblable a été proposée pour un alliage Cu – 2,8 Ni – 0,6 Si (%) [X.-P. Xiao, 2013b].

- Un revenu à une température inférieure à 500 °C déclenche la décomposition spinodale de l'alliage, agissant alors comme lieu de germination de (Cu, Ni)₃Si de structure D0₂₂. Enfin, δ -Ni₂Si apparaît dans les régions riches en (Ni, Si).
- Un vieillissement au-delà de 500 °C permet la formation de δ -Ni₂Si au sein des grains et au niveau des joints de grains par germination-croissance.

Une micrographie MET présentée en [Figure 1-26](#) montre la coexistence des précipités de δ -Ni₂Si et de la décomposition spinodale au sein d'un alliage Cu – 2,1 Ni – 0,5 Si – 0,2 Zr (%) [X.-P. Xiao, 2013a].

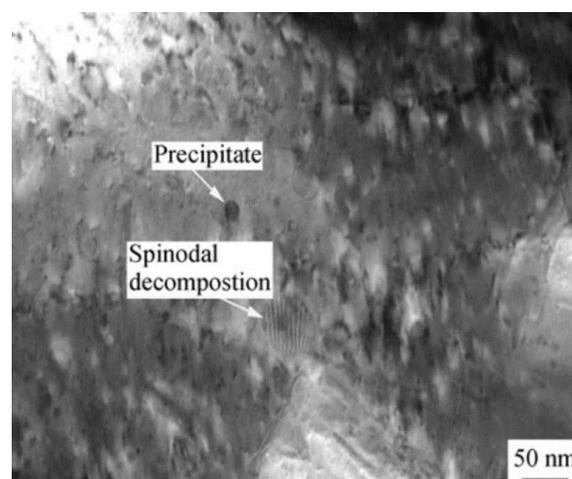


Figure 1-26 : Microstructure au MET d'un alliage Cu – 2,1 Ni – 0,5 Si – 0,2 Zr (%) vieilli 1 h à 450 °C [X.-P. Xiao, 2013a]

Lei *et al.* ont également émis une théorie semblable à celle de Zhao *et al.* Dans un premier temps, ils ont étudié l'influence de la durée du vieillissement à 450 °C sur un alliage Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si – 0,15 Mg (%). La séquence de précipitation suivante a été identifiée : décomposition spinodale + mise en ordre (β -Ni₃Si) → mise en ordre (β -Ni₃Si) + δ -Ni₂Si → δ -Ni₂Si + β -Ni₃Si. Dans tous les cas, les produits de précipitation permettent un durcissement de l'alliage [Q. Lei, 2010]. Dans une seconde publication, Lei *et al.* ont construit le diagramme TTT (Temps Température Transformation) d'un alliage semblable (Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si (%)). Ce dernier est présenté en [Figure 1-27](#). Une précipitation discontinue a lieu pour une durée de revenu très courte (moins de 300 secondes) à des températures allant de 500 à 650 °C. La mise en ordre se produit également pour des traitements thermiques courts (moins de 1000 secondes) à des températures plus faibles (de 375 à 475 °C). Dans tous les autres cas, le durcissement de l'alliage est la conséquence de la précipitation continue de δ -Ni₂Si et β -Ni₃Si [Q. Lei, 2011].

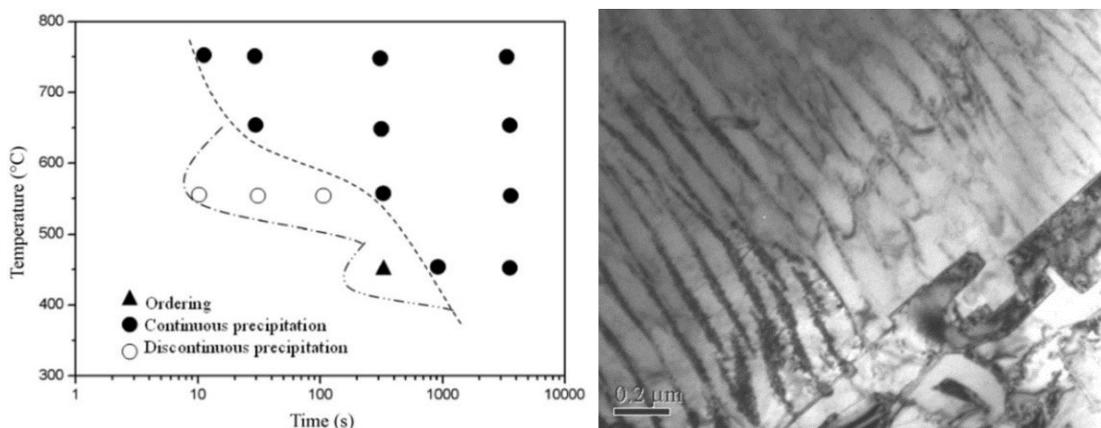


Figure 1-27 : Diagramme TTT d'un alliage Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si (%) (à gauche) et micrographie MET de la précipitation discontinue (à droite) [Q. Lei, 2011]

La possibilité d'une précipitation discontinue a de nouveau été observée très récemment [S.Z. Han, 2016]. L'étude portant sur un alliage Cu – 6 Ni – 1,5 Si (%) montre que la durée du revenu a un impact sur le mode de précipitation. Ainsi, si le vieillissement est court (30 minutes), une précipitation continue de δ -Ni₂Si se produit. En revanche, en augmentant la durée du revenu à 3 h, la précipitation de δ -Ni₂Si est alors discontinue et génère une structure lamellaire. La microstructure résultant de ces deux traitements thermiques est regroupée en [Figure 1-28](#). D'après cet article, la précipitation discontinue est facilitée lorsque la quantité de nickel et de silicium est importante, augmentant de ce fait la force motrice de la précipitation, et lorsque la taille de grain est faible, augmentant la proportion de sites de nucléations potentiels.

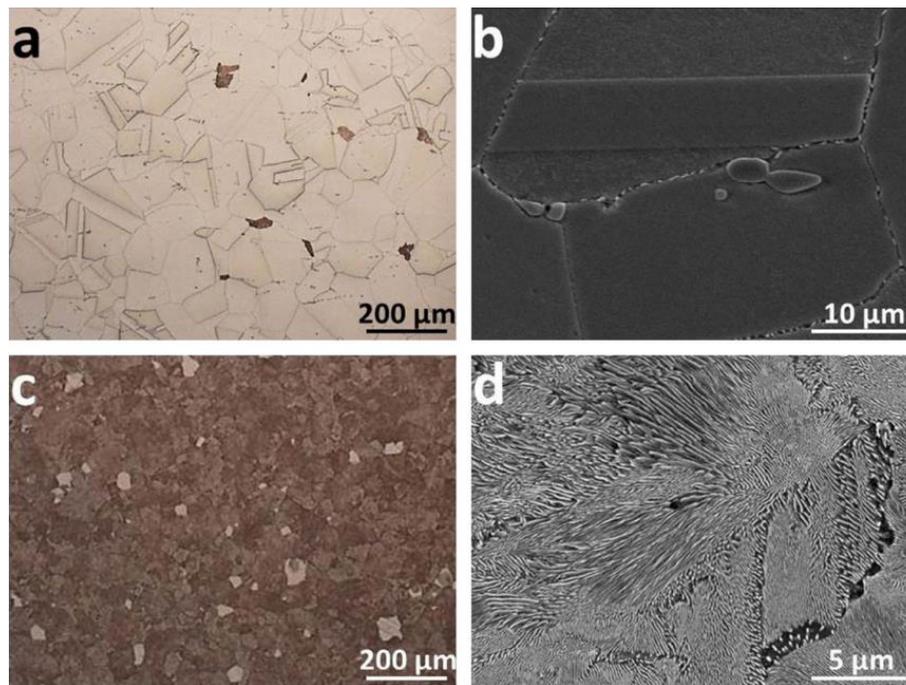


Figure 1-28 : Impact du mode de précipitation (continue (a et b) ou discontinue (c et d)) sur la microstructure d'un alliage Cu – 6 Ni – 1,5 Si (%) [S.Z. Han, 2016]

L'identification MET des précipités est parfois complétée par la Diffraction des Rayons X (DRX) [T.-J. Cho, 1994; D. Zhao, 2003; H. Xie, 2009; L. Jia, 2012; Q. Lei, 2013a; H. Azzeddine, 2014], comme illustré en [Figure 1-29](#). Toutefois, leur faible proportion rend leur détection difficile (les pics sont de très faible intensité), voire même impossible, le pic ne ressortant pas du bruit de fond bien que leur présence soit suspectée [A. Khereddine, 2011].

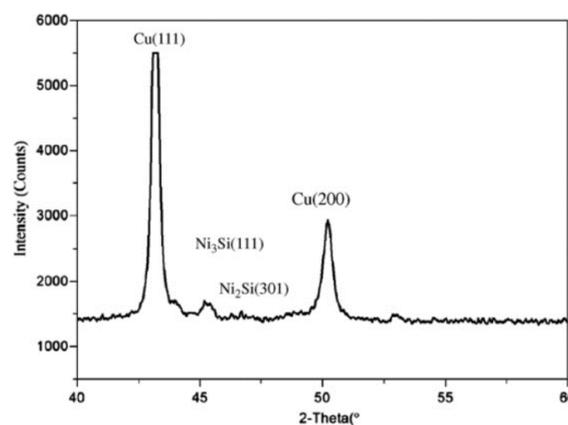


Figure 1-29 : Identification des précipités d'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,4 Si (%) par DRX [Q. Lei, 2013a]

D'autres techniques ont également été utilisées pour essayer d'identifier les précipités ou pour détecter leur présence, comme la DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) [E. Donoso, 2012], la DTA (*Differential Thermal Analysis*) [H. Xie, 2009], les SAXS et XAFS

(*Small-Angle X-ray Scattering et X-ray Absorption Fine Structure*) [Y. Takahashi, 2007; S. Sato, 2008] ou encore l'APT (*Atom Probe Tomography*) [S. Lee, 2014].

La totalité des résultats référencés pour cette étude est regroupée dans le Tableau 1-3.

Tableau 1-3 : Récapitulatif de l'identification des différents précipités des alliages Cu-Ni-Si considérés en fonction des différentes méthodes recensées dans la littérature

δ -Ni ₂ Si	
MET	[Y.G. Kim, 1986; S.A. Lockyer, 1994; T.-J. Cho, 1994; H. Fujiwara, 1998; H.J. Ryu, 2000; D. Zhao, 2003; F. Huang, 2003; J. Lei, 2005; C. Watanabe, 2007, 2011; H.-A. Kuhn, 2007; J. Kinder, 2007; R. Monzen, 2008; Z. Li, 2009; Q. Lei, 2010, 2011, 2013a, 2013b; Qian Lei, 2010; Z. Sun, 2011; E. Donoso, 2012; T. Hu, 2013; X.-P. Xiao, 2013a; Y. Jia, 2013; J.Y. Cheng, 2014; M. Goto, 2016; S. Semboshi, 2016; S.Z. Han, 2016; Y. Zhang, 2016]
MET + EDS	[J. Kinder, 2007; Z. Li, 2009; Z. Sun, 2011; E. Donoso, 2012; Q. Lei, 2013a; J.Y. Cheng, 2014]
DRX	[Y.G. Kim, 1986; T.-J. Cho, 1994; D. Zhao, 2003; H. Xie, 2009; L. Jia, 2012; Q. Lei, 2013a; H. Azzeddine, 2014; S. Semboshi, 2016]
Autre	DSC [E. Donoso, 2012] / DTA [H. Xie, 2009] / XFAS [S. Sato, 2008] / APT [S. Lee, 2014]
β -Ni ₃ Si	
MET	[H. Fujiwara, 1998; Q. Lei, 2010, 2011, 2013a, 2013b; Qian Lei, 2010; S. Dymek, 2012; J.Y. Cheng, 2014]
MET + EDS	[J.Y. Cheng, 2014]
DRX	[H. Xie, 2009; L. Jia, 2012; Q. Lei, 2013a]
Autre	DTA [H. Xie, 2009]
Décomposition spinodale	
MET	[D. Zhao, 2003; D.M. Zhao, 2003; Q. Lei, 2010, 2011; X.-P. Xiao, 2013a; X. Xiao, 2016]
Ni ₃ Si ₂	
DRX	[H. Azzeddine, 2014]
Autre	APT [S. Lee, 2014]
Ni ₅ Si ₂	
DRX	[H. Azzeddine, 2014]
Cu ₃ Ni ₅ Si ₂	
Autre	APT [S. Lee, 2014]

1.3.3. Influence du procédé de fabrication sur les propriétés finales

Maintenant que le principe du durcissement structural de l'alliage a été expliqué, il est intéressant de se pencher sur le procédé de fabrication du matériau et sur son influence sur les propriétés finales.

Comme expliqué dans le paragraphe 1.1.3.1, les étapes du procédé de fabrication qui suivent la coulée reposent toujours sur la même base. Dans le but de permettre la précipitation des éléments d'addition, celle-ci est composée d'une série des deux traitements thermiques, le premier de mise en solution (suivi d'une trempe), et le second de vieillissement. L'impact de la durée et de la température de ce dernier a déjà été évoqué. Il est à noter que la température à laquelle est effectuée la solubilisation joue également un rôle sur les propriétés finales, mais dans une moindre mesure [Y.G. Kim, 1986; H.J. Ryu, 2000]. Ainsi, comme le révèle la Figure 1-30, une augmentation de la température entraîne une légère diminution de la dureté, probablement liée à une plus grande taille de grains initiale, et une faible augmentation de la résistivité car la mise en solution a été plus efficace. Ce dernier phénomène engendre ainsi une plus grande gêne au mouvement des électrons.

Toutefois, des étapes supplémentaires peuvent être ajoutées afin de modifier les propriétés conférées au matériau.

1.3.3.1. Addition d'un laminage à froid avant revenu

Quelques publications se sont intéressées à l'addition d'une étape supplémentaire : un laminage à froid intercalé entre le traitement thermique de mise en solution et le revenu [H.J. Ryu, 2000; F. Huang, 2003; S. Suzuki, 2006; C. Watanabe, 2007; Q. Lei, 2013a]. À la vue de la Figure 1-31, cette transformation mécanique présente un double avantage car elle permet d'améliorer les propriétés mécaniques sans détériorer les propriétés électriques.

Un laminage à froid (noté CR pour *Cold-Rolling* sur la figure, sachant que ST signifie *Solution Treated*) permet d'atteindre un revenu au pic à une température plus basse pour

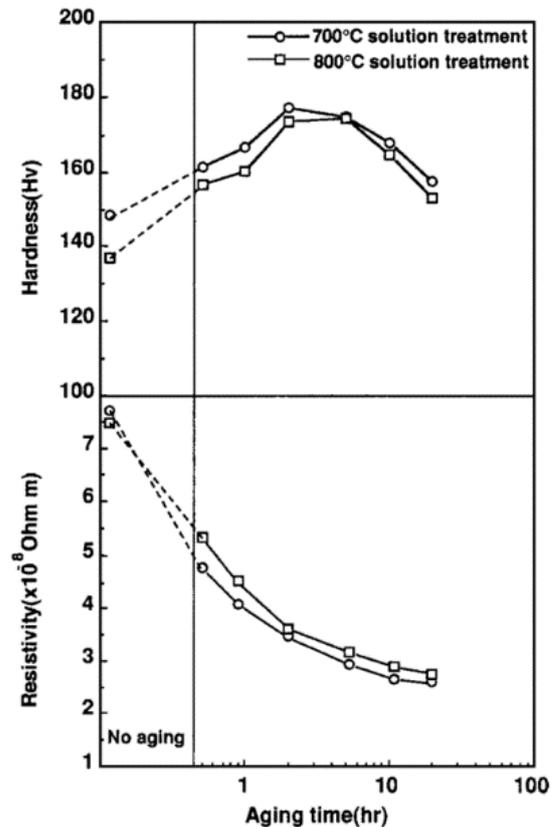


Figure 1-30 : Influence de la température de solubilisation lors d'un vieillissement à 450 °C d'un alliage Cu - 1,5 Ni - 0,3 Si - 0,03 P - 0,05 Mg (%) [H.J. Ryu, 2000]

une durée donnée ou plus rapidement à une température fixée. De plus, la dureté atteinte est dans les deux cas légèrement supérieure à celle d'un alliage non déformé à froid. De même, bien que la résistivité électrique soit plus forte avant le vieillissement, ce qui est dû à une plus grande densité de dislocations gênant le mouvement des électrons, le revenu permet de supprimer quasi-totalement l'écart entre les deux procédés de fabrication une fois le traitement thermique terminé [S. Suzuki, 2006].

Ces deux phénomènes sont liés à un meilleur durcissement de l'alliage. En effet, le laminage à froid permet d'augmenter la densité de dislocations du matériau. Les résultats tendent à montrer que ces dernières agissent comme un site de germination préférentiel lors du durcissement structural. Ainsi, la densité de précipités augmente, ce qui améliore la dureté tout en diminuant la résistivité, puisque la matrice de cuivre s'appauvrit en éléments d'addition en solution solide [F. Huang, 2003; S. Suzuki, 2006].

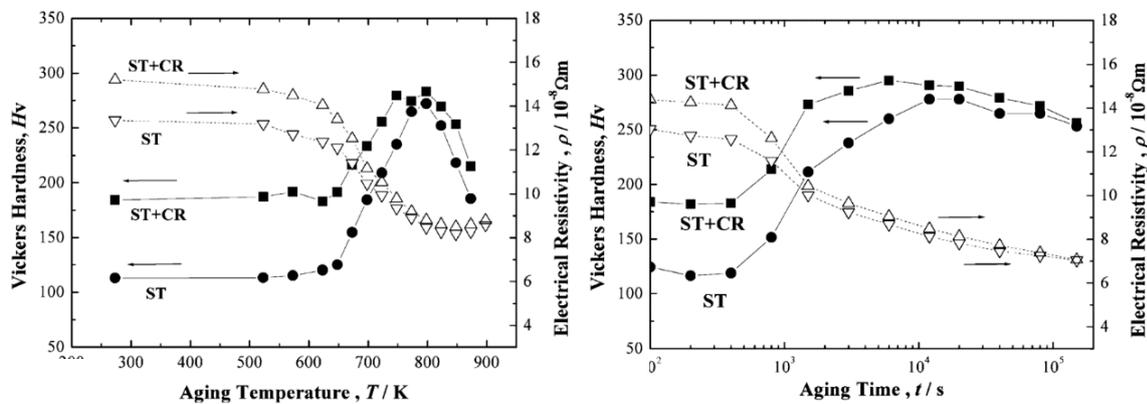


Figure 1-31 : Influence d'un laminage à froid sur la dureté et la résistivité électrique d'un alliage Cu – 2,4 Ni – 2,0 Si (%) lors d'un traitement thermique de vieillissement isochrone (à gauche) et isotherme (à droite) [S. Suzuki, 2006]

Le taux de réduction de section joue également un rôle sur les propriétés finales du matériau. Comme le montrent Lei *et al.* [Q. Lei, 2013a], un passage de 50 % à 80 % de réduction de section lors du laminage, illustré en [Figure 1-32](#), permet d'augmenter la conductivité électrique grâce à une meilleure cinétique de précipitation, mais réduit quelque peu la dureté (identique pour un revenu au pic). De plus, une augmentation de ce taux permet une précipitation plus fine de δ -Ni₂Si selon Ryu *et al.* [H.J. Ryu, 2000], menant à l'amélioration de la résistance mécanique en traction au détriment de l'allongement à rupture, comme présenté en [Figure 1-33](#).

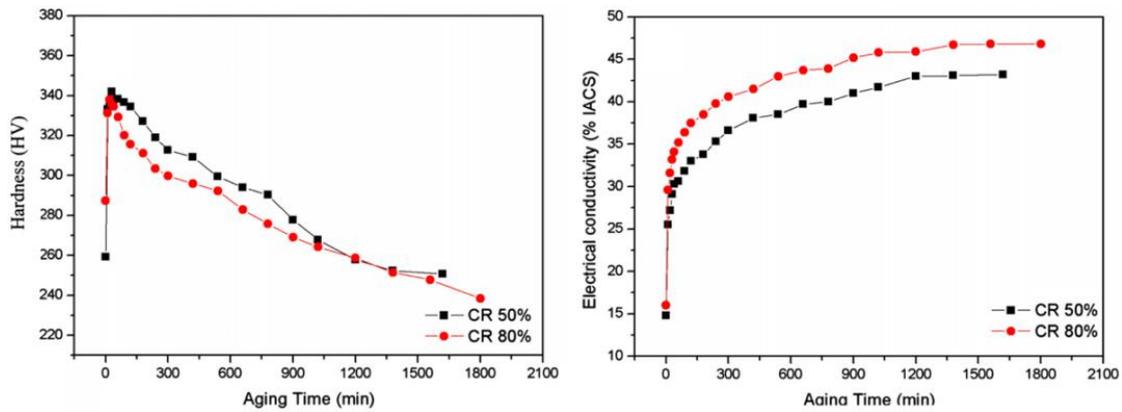


Figure 1-32 : Influence d'un laminage à froid sur la dureté et la conductivité électrique d'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,4 Si (%) lors d'un revenu à 450 °C [Q. Lei, 2013a]

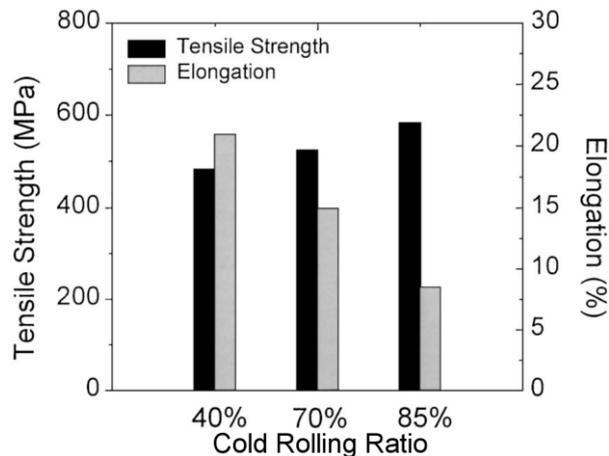


Figure 1-33 : Impact du taux de réduction par laminage à froid sur les propriétés en traction d'un alliage Cu – 1,5 Ni – 0,3 Si – 0,03 P – 0,05 Mg (%) [H.J. Ryu, 2000]

1.3.3.2. Revenu en deux étapes

Pour améliorer les propriétés finales du matériau, il est possible d'effectuer le traitement thermique de durcissement structural en deux étapes, à différentes températures, avec ou sans laminage à froid intermédiaire [H.J. Ryu, 2000; F. Huang, 2003; S. Suzuki, 2006; C. Watanabe, 2007; R. Osorio-Galicia, 2012]. Comme le montre la Figure 1-34, ce type de revenu permet d'améliorer la conductivité électrique avec une dureté quasi-identique (sauf pour des temps de vieillissement courts). De plus, les propriétés en traction sont également meilleures [H.J. Ryu, 2000].

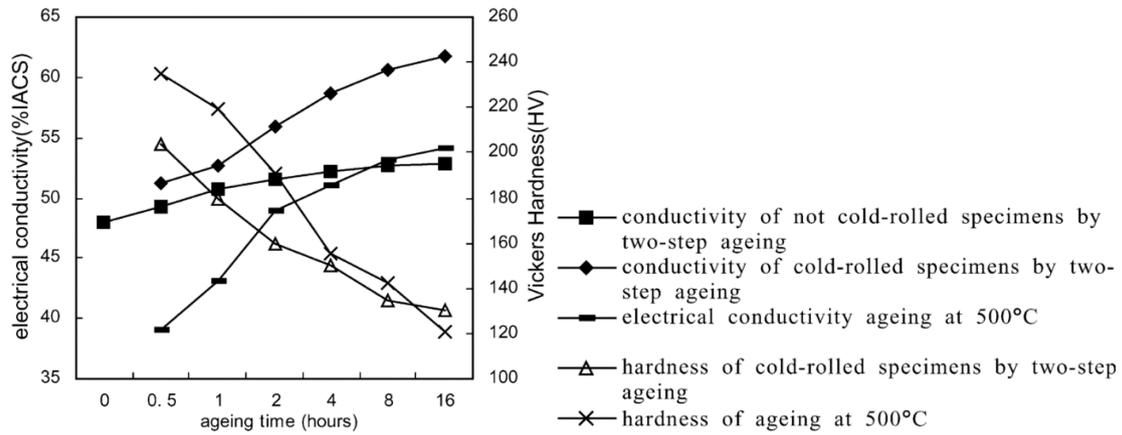


Figure 1-34 : Influence de la durée d'un revenu à 400 °C à la suite d'un premier vieillissement de 4 h à 500 °C sur la conductivité électrique et la dureté d'un alliage Cu – 3,2 Ni – 0,7 Si – 0,3 Zn (%) [F. Huang, 2003]

1.3.3.3. Autres procédés existants dans la littérature

Dans toutes les publications évoquées jusqu'à présent, l'élaboration du matériau débutait par une étape de coulée de l'alliage. Toutefois, celle-ci peut être remplacée par une méthode de production par formage par projection (SF pour Spray Forming) permettant de sortir des conditions d'équilibre lors de la solidification [V.C. Srivastava, 2004a, 2004b]. En la combinant à une étape de laminage à froid (CR) et sans traitement de mise en solution (ST), le matériau final présente de bonnes propriétés électriques et mécaniques, illustrés en Figure 1-35.

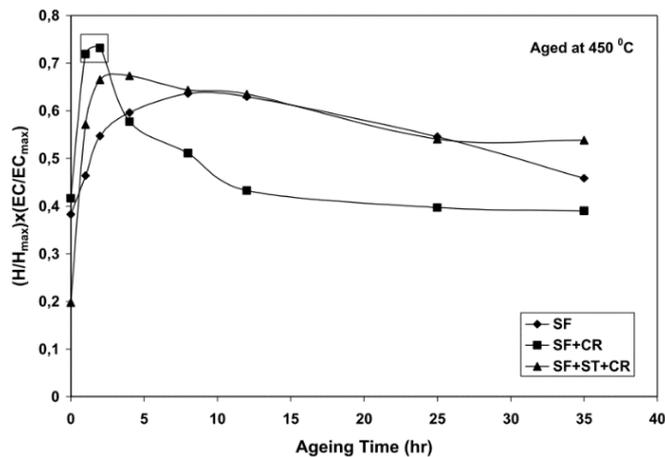
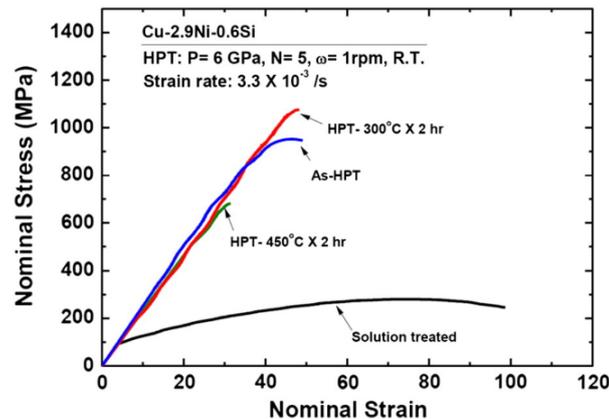


Figure 1-35 : Optimisation de la dureté et de la conductivité électrique en fonction du procédé de fabrication d'un alliage Cu – 2,4 Ni – 0,6 Si (%) [V.C. Srivastava, 2004a]

La littérature recense également un durcissement du matériau à l'aide d'une étape de transformation mécanique à déformation plastique sévère (SPD pour *Severe Plastic Deformation*), comme l'ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*), l'HPT (*High Pressure Torsion*) ou le matriçage rotatif [J. Stobrawa, 2009, 2011; A. Khereddine, 2011; A.Y.

Khereddine, 2013a, 2013b; H. Azzeddine, 2014; I. Altenberger, 2014; S. Lee, 2014; F. Hadj Larbi, 2015]. Le matériau est alors pourvu par exemple d'une excellente résistance mécanique, comme le prouve la [Figure 1-36](#). Toutefois, la ductilité du matériau est considérablement réduite.



[Figure 1-36](#) : Courbes de traction d'un alliage Cu – 2,9 Ni – 0,6 Si (%) en fonction de son procédé de fabrication [S. Lee, 2014]

Ces résultats, qui n'ont été que brièvement mentionnés, ne seront toutefois pas plus développés dans ce rapport car ils s'éloignent du procédé de fabrication des alliages étudiés. En revanche, ils montrent l'étendue des procédés à disposition pour des alliages de cuivre à durcissement structural. Cette variété est à multiplier par les nombreuses possibilités liées aux différentes compositions chimiques possibles.

1.3.4. Impact de la composition chimique sur les propriétés finales

Comme dans de nombreux alliages, les éléments d'addition, même en faible quantité, peuvent grandement influencer sur les propriétés finales du matériau. Il est donc indispensable de se pencher d'une part sur l'impact de la teneur globale en nickel et silicium, et d'autre part sur le rapport atomique entre ces deux espèces chimiques.

Pour un rapport atomique Ni:Si donné, par exemple 2 dans le cadre de la publication dont est issue l'illustration en [Figure 1-37](#), une augmentation de la proportion massique des deux éléments dans l'alliage permet d'améliorer la dureté du matériau. En effet, plus leur concentration est élevée, plus le nombre de précipités qui peuvent se former est important. Ainsi, le durcissement de l'alliage est amplifié [D. Zhao, 2003].

De plus, en s'appuyant sur la [Figure 1-38](#), l'augmentation de la proportion massique en Ni et Si entraîne une diminution de la conductivité électrique. Toujours pour un rapport Ni:Si égal à 2 (c'est-à-dire en comparant les nuances Cu – 5,2 Ni – 1,2 Si et Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si (%)), la conductivité électrique maximale passe de 45 à 30 %IACS lors d'un vieillissement à 500 °C [Qian Lei, 2010]. En effet, plus les éléments d'addition sont présents, plus il est difficile de les faire précipiter totalement lors de l'étape de durcissement structural. Ainsi,

à la fin du traitement thermique, la matrice de cuivre est donc plus riche en éléments d'addition en solution solide, gênant d'autant plus le mouvement des électrons et diminuant de ce fait la conductivité électrique de l'alliage.

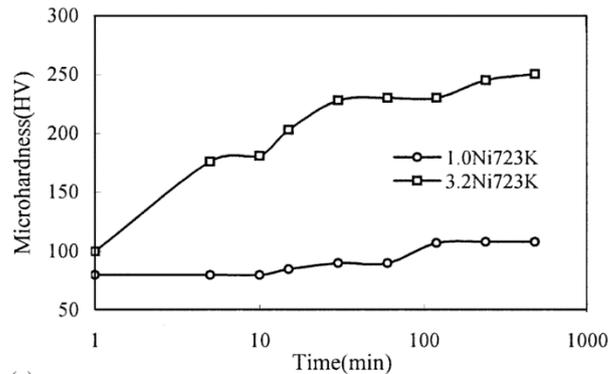


Figure 1-37 : Dureté d'alliages Cu – 1,0 Ni – 0,25 Si (%) et Cu – 3,2 Ni – 0,75 Si (%) au cours d'un revenu à 450 °C [D. Zhao, 2003]

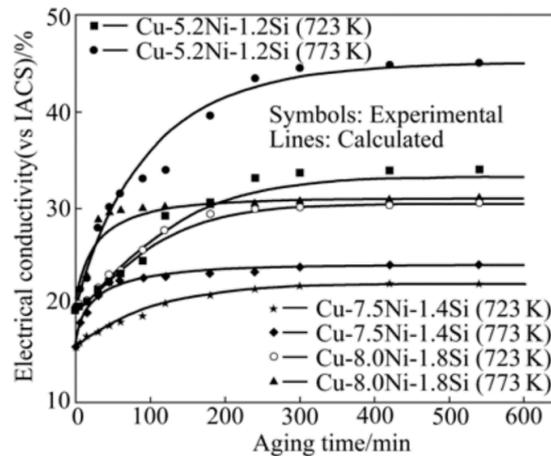


Figure 1-38 : Conductivité électrique de différents alliages Cu-Ni-Si lors d'un vieillissement à 450 et 500 °C [Qian Lei, 2010]

Enfin, toujours en exploitant la Figure 1-38, il apparaît que l'augmentation du rapport atomique Ni:Si fait croître la résistivité électrique. La nuance Cu – 8,0 Ni – 1,8 Si (%) (rapport Ni:Si égal à 2) a une meilleure conductivité électrique par rapport à l'alliage Cu – 7,5 Ni – 1,4 Si (%) (rapport Ni:Si égal 2,5), avec respectivement 30 contre 23 % IACS, bien que le second contienne moins d'éléments d'addition. Une analyse MET complémentaire détecte deux types de précipités, δ -Ni₂Si et β -Ni₃Si [Qian Lei, 2010]. En supposant que le premier se forme plus facilement, il peut être conclu que d'avantage de nickel demeure en solution solide lorsque le rapport atomique Ni:Si augmente, ce qui détériore le mouvement des électrons, diminuant ainsi la conductivité électrique.

À la vue de ces résultats, il convient qu'un compromis entre propriétés électriques et mécaniques doit être fait lors de l'élaboration de la composition chimique de l'alliage Cu-Ni-Si, tout comme il faut optimiser les traitements thermiques en fonction du cahier des charges du produit final.

Les éléments d'addition secondaires (autres que le nickel et le silicium) ont également un impact important sur les propriétés finales de l'alliage. Toutefois, comme ils ne feront pas l'objet des discussions liées aux travaux exposés dans ce manuscrit, leur rôle n'a pas été explicité dans la suite de ce paragraphe. Il a en revanche été décrit au sein de l'Annexe 1 : Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages Cu-Ni-Si.

Maintenant que l'influence du procédé de fabrication et de la composition chimique a été expliquée, les propriétés mécaniques des alliages Cu-Ni-Si peuvent désormais être présentées.

1.3.5. Propriétés mécaniques

1.3.5.1. Comportement en traction

En complément des essais de dureté (qui constituent la majeure partie des essais mécaniques pour ces alliages dans la littérature) et des résultats déjà exposés dans les paragraphes précédents (Figure 1-11 par exemple), d'autres publications se sont penchées plus spécifiquement sur le comportement en traction d'alliages de la famille des Cu-Ni-Si, notamment l'alliage commercial Siclanic® de composition Cu – 2,5 Ni – 0,6 Si (%) [P.A. Ageladarakis, 1999]. Après un traitement de solubilisation suivi d'une trempe, les éprouvettes ont subi un traitement thermique de durcissement optimisé selon les exigences du cahier des charges. Des essais de traction à une vitesse de déplacement de traverse de 2 mm.min⁻¹ suivis par extensométrie ont permis la construction de la Figure 1-39.

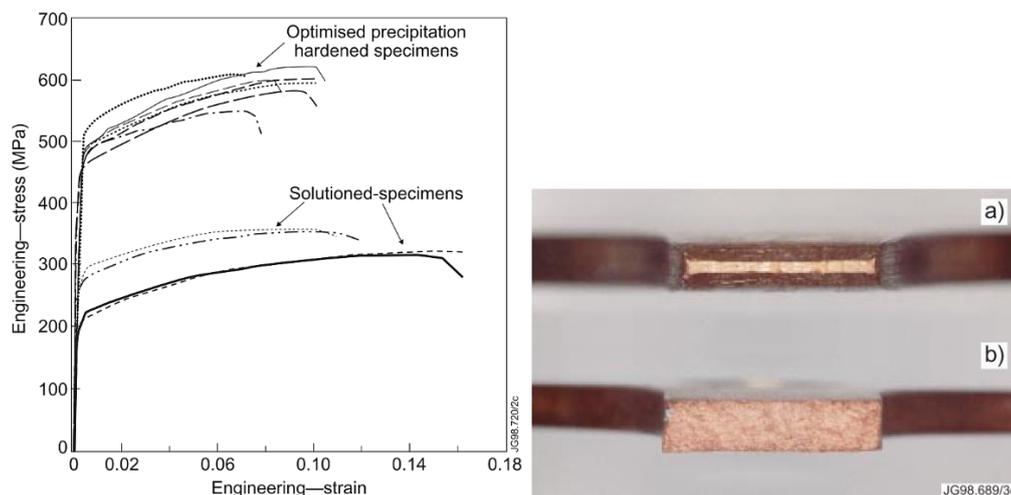
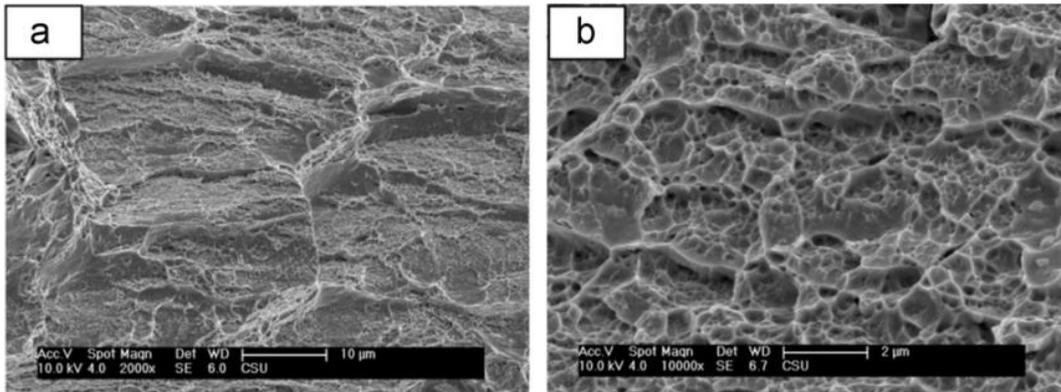


Figure 1-39 : Courbes contrainte-déformation d'essais de traction à température ambiante d'un alliage Cu-Ni-Si (gauche) et faciès de rupture correspondants (droite, (a) = après traitement de mise en solution, (b) = après revenu de durcissement structural par précipitation) [P.A. Ageladarakis, 1999]

Le matériau après le durcissement structural a, en moyenne, une limite d'élasticité (R_e) de 430 MPa, une résistance mécanique (R_m) de 593 MPa et une contrainte à rupture de 575 MPa (± 20 MPa pour les trois) et son module d'Young est égal à 125 ± 1 GPa. Enfin, la

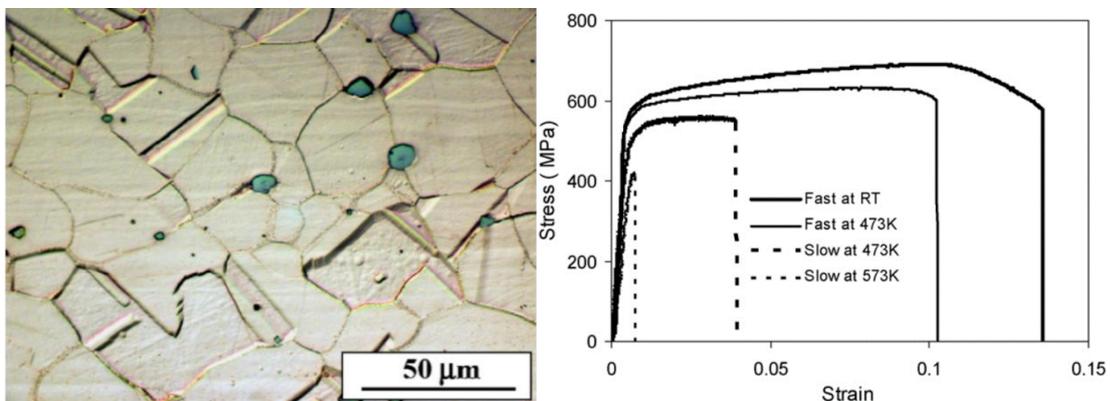
ductilité de l'alliage est plus faible après vieillissement. Pour compléter l'étude, les faciès de rupture ont été observés. Comme le montre la [Figure 1-39](#), la rupture est ductile avec un phénomène de striction significatif (coefficient de striction de 88 %) pour l'alliage non durci tandis que l'alliage durci présente une rupture fragile avec peu de striction (coefficient de striction de 15 %).

Pour illustrer le mode de rupture de ces nuances à l'échelle microscopique, la [Figure 1-40](#) révèle qu'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,4 Si (%) durci présente une rupture par quasi-clivage avec présence de cupules, révélant sa nature fragile et sa faible ductilité [Q. Lei, 2013a].



[Figure 1-40](#) : Fractographie MEB d'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,4 Si (%) présentant un quasi-clivage (a) et quelques cupules (b) [Q. Lei, 2013a]

Le comportement en traction à chaud d'un alliage Cu – 2,16 Ni – 0,72 Si – 0,23 Zr – 0,02 Fe (%), dont la microstructure et les courbes expérimentales sont présentées en [Figure 1-41](#), a également été étudié [Z. Sun, 2008]. Comme le montre l'allure de la courbe contrainte-déformation à température ambiante, il semble que la résistance mécanique et la ductilité soient plus fortes que dans les publications évoquées précédemment. De plus, ces graphes révèlent que la fragilité du matériau augmente avec l'élévation de température d'essai et la diminution de la vitesse de traction. Ces observations sont concordantes avec l'étude au MEB des faciès de ruptures, présentée en [Figure 1-42](#).



[Figure 1-41](#) : Microstructure (à gauche) et influence de la température d'essai et de la vitesse de sollicitation en traction (à droite) d'un alliage Cu-Ni-Si [Z. Sun, 2008]

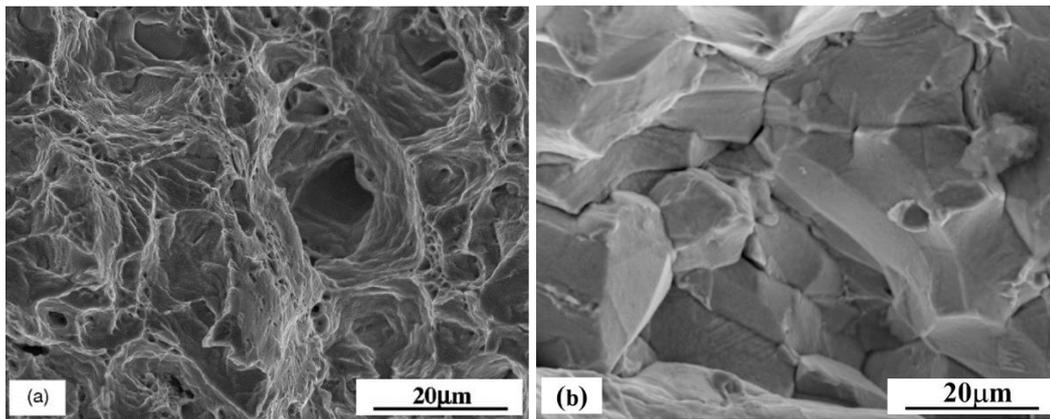


Figure 1-42 : Faciès de rupture d'un alliage Cu-Ni-Si-Zr après essai de traction (a = Fast at RT ; b = Slow at 473 K) [Z. Sun, 2008]

Le faciès, initialement ductile à température ambiante, devient mixte à 200 °C, contenant en effet de la rupture intergranulaire et de la ductilité. Enfin, l'abaissement de la vitesse de traction génère une rupture purement fragile à 200 et 300 °C. Ces manifestations peuvent être expliquées par un phénomène de fragilisation dynamique, c'est-à-dire la diffusion d'un élément fragilisant (ici le soufre) assistée par la contrainte et sous l'effet de la température au cours de l'essai de traction [Z. Sun, 2008].

Il est également à noter que cette publication mentionne l'effet bénéfique d'un traitement thermique de durcissement structural en deux étapes sur l'allongement à rupture et la ductilité du matériau au détriment de sa résistance mécanique [Z. Sun, 2008].

Enfin, dans le cadre de sa thèse, Sun a étudié une autre nuance de Cu-Ni-Si (Cu – 2,28 Ni – 0,73 Si – 0,29 Cr (%)), ayant subi le même traitement thermique que l'alliage contenant du zirconium. Ses courbe de traction, présentées en [Figure 1-43](#), combinées aux coupes microscopiques révélant des microfissures intergranulaires, permettent de déduire que cet alliage présente une ductilité beaucoup plus faible. [Z. Sun, 2008].

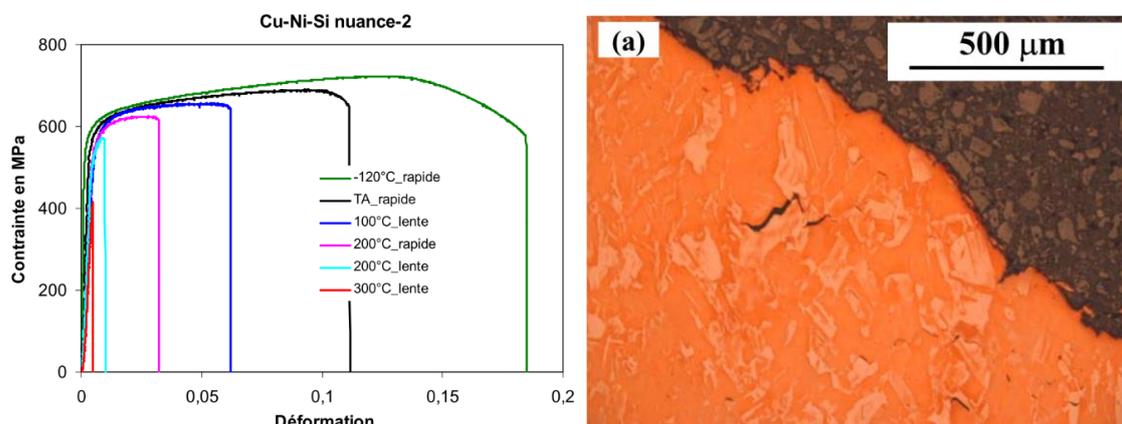
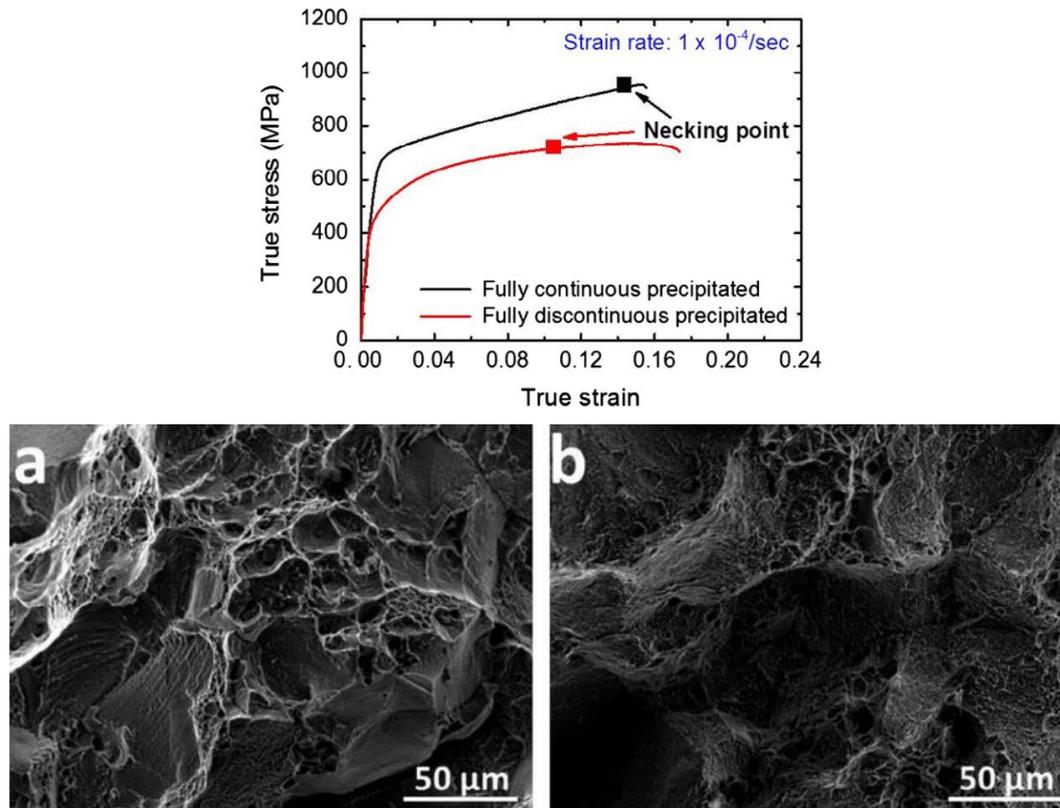


Figure 1-43 : Influence des paramètres d'essais de traction d'un alliage Cu-Ni-Si-Cr (à gauche) et coupe transversale de l'éprouvette correspondant à l'essai TA_Rapide (à droite) [Z. Sun, 2008]

Dernièrement, l'importance du mode de précipitation (continue ou discontinue, cf. paragraphe 1.3.2) sur la résistance mécanique et la ductilité d'un alliage Cu – 6 Ni – 1,5 Si (%) a été mise en évidence [S.Z. Han, 2016]. Il en ressort que la précipitation continue améliore la résistance mécanique mais réduit la ductilité, comme le prouve la [Figure 1-44](#). La différence entre les faciès de rupture est d'ailleurs encore plus marquée à la suite d'un essai de résilience. Enfin, cette publication montre que la précipitation discontinue génère une forte dépendance de la ductilité en fonction de la vitesse de sollicitation, les deux augmentant conjointement.



[Figure 1-44](#) : Propriétés en traction et faciès de rupture d'un alliage Cu-Ni-Si en fonction de son mode de précipitation (a = continue, b = discontinue) [S.Z. Han, 2016]

1.3.5.2. Comportement sous sollicitations cycliques

Lockyer et Noble [S.A. Lockyer, 1999] ont étudié le comportement en fatigue sous contrainte imposée d'un alliage Cu-Ni-Si durci par précipitation (alliage commercial Colsibro, Cu – 1,6 à 2,4 % Ni – 0,4 à 0,8 % Si) . D'après leurs travaux, en général, plus la résistance à la traction est grande, plus la limite d'endurance en fatigue est élevée, comme le révèlent les graphiques présentés en [Figure 1-45](#). Il est à noter que l'alliage commercial possède une très bonne résistance mécanique et un faible allongement à rupture en traction, car son traitement thermique de durcissement structural est précédé d'une étape d'écroutissage à froid.

En revanche, ils ont remarqué qu'un alliage à l'état sous-revenu (vieillessement plus court que celui au pic, correspondant ici à un vieillissement de 2 heures à 450 °C) a une limite d'endurance encore plus élevée que celle de l'alliage revenu au pic (ici, 25 heures à 450 °C). Les précipités de δ -Ni₂Si sont en effet cisailés du fait de leur faible taille. Mais il est supposé que leur grande différence de structure avec la matrice de cuivre génère des dislocations interfaciales, ce qui empêche un cisaillement ultérieur des précipités, améliorant ainsi le comportement en fatigue. Lorsque les précipités sont plus gros, c'est-à-dire à partir du revenu au pic, Lockyer et Noble supposent que le durcissement suit le mécanisme d'Orowan [S.A. Lockyer, 1999].

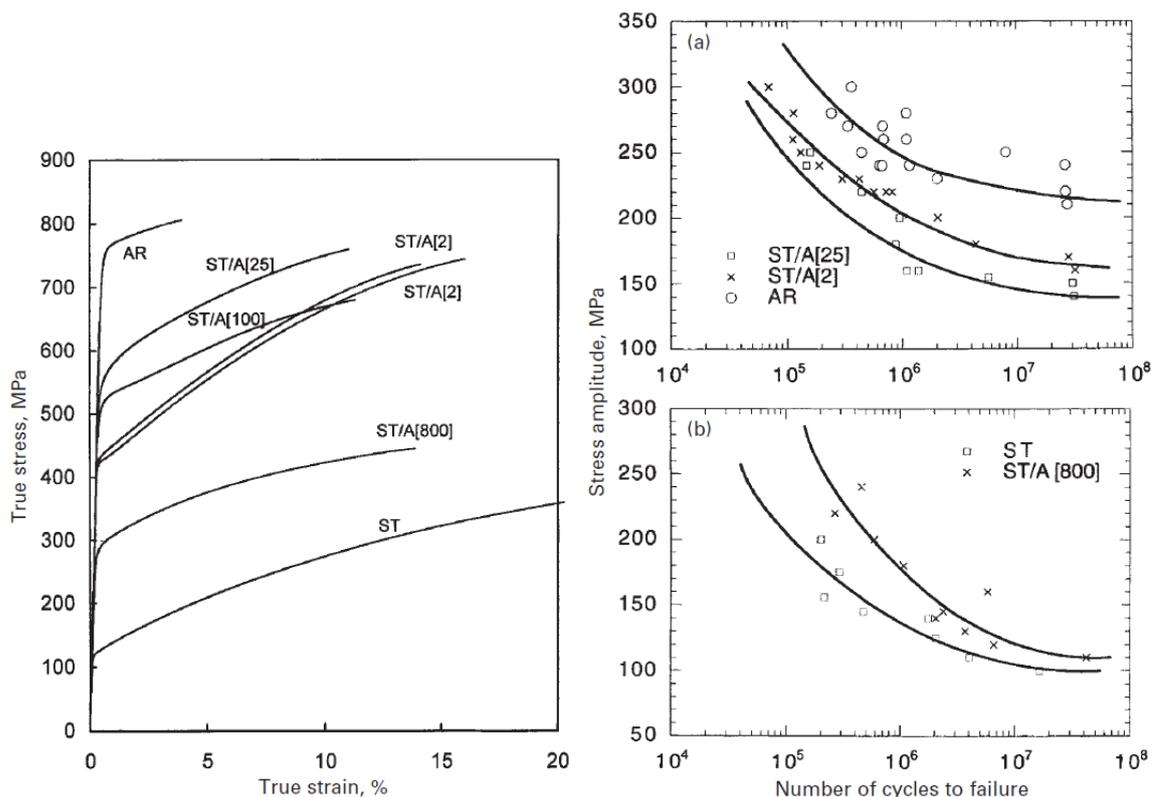


Figure 1-45 : Évolution de la résistance à la traction (à gauche) et à la fatigue (à droite) d'un alliage Cu-Ni-Si en fonction de son traitement thermique (AR = As Received ; ST = Solution Treated 2 h, 800 °C ; A[h] = Aged h hours at 450 °C) [S.A. Lockyer, 1999]

L'étude d'échantillons sous-revenus soumis à des essais de fatigue oligocyclique et de fatigue endurance a révélé l'existence de bandes dénuées de précipités, visibles en [Figure 1-46](#). Leur formation est probablement liée aux cisaillements successifs des précipités qui finissent par les détruire. Les éléments repassent alors en solution solide [S.A. Lockyer, 1999]. Elles ont également été observées lors d'essais de fatigue oligocyclique réalisés à déformation plastique contrôlée sur des monocristaux de Cu-Ni-Si [T. Fujii, 2010].

Ce phénomène permet d'interpréter le comportement lors d'un essai de fatigue oligocyclique des échantillons sous-revenus (ST/A[2]), présenté en [Figure 1-47](#). Après un

durcissement initial lié à une accumulation de dislocations, ces dernières cisailent les précipités, créant des bandes dénuées de précipités qui dégradent les propriétés mécaniques. C'est pourquoi un adoucissement est ensuite observé. Toutefois, de telles bandes n'ont pas été observées sur le matériau commercial (nommé AR). Dans ce cas, l'adoucissement observé a été associé à une réorganisation de la structure de dislocations générée au cours de l'étape d'érouissage à froid [S.A. Lockyer, 1999].

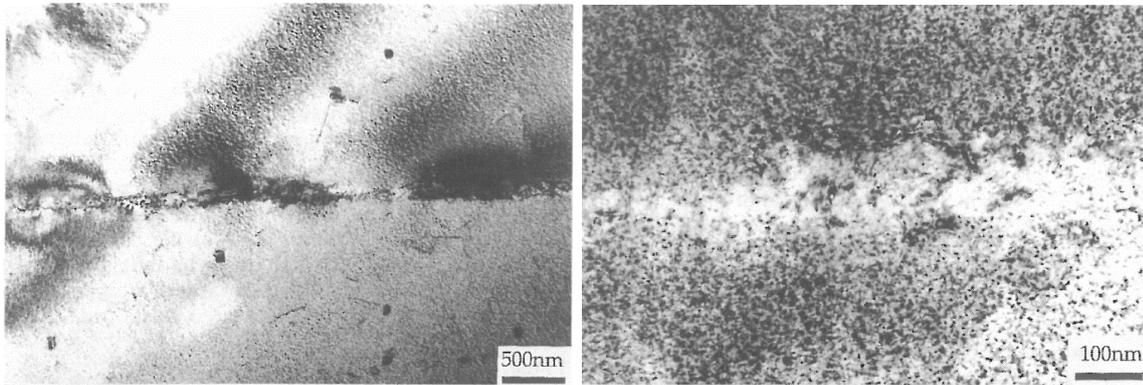


Figure 1-46 : Observations MET d'un alliage Cu-Ni-Si à l'état sous-revenu après un essai de fatigue oligocyclique [S.A. Lockyer, 1999]

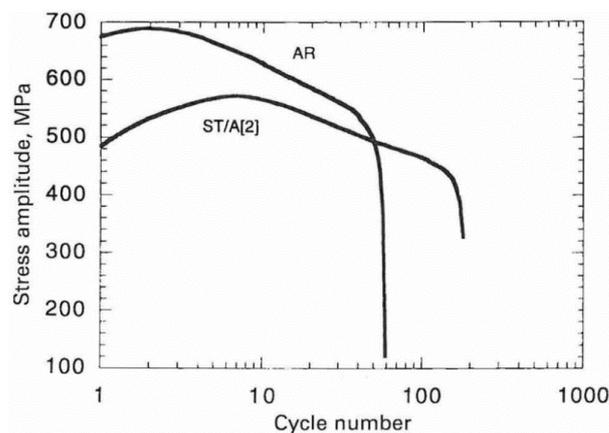


Figure 1-47 : Évolution de l'amplitude de contrainte en fatigue oligocyclique à déformation totale imposée (1 %) d'un alliage Cu-Ni-Si [S.A. Lockyer, 1999]

Ces travaux ont été complétés par Sun *et al.* [Z. Sun, 2011]. Comme représenté en Figure 1-48, le passage de l'application de cycles symétriques à contrainte moyenne nulle ($R = -1$) à l'application de cycles à contrainte moyenne positive ($R = 0,4$) entraîne la diminution du nombre de cycles à rupture (N_r) pour une même amplitude de contrainte (σ_a). La température a peu d'influence pour un essai de fatigue aux cycles symétriques. En revanche, l'élévation de la température de l'essai fait baisser le nombre de cycles à rupture pour un essai conduit à contrainte moyenne positive. Cet effet est d'ailleurs amplifié par l'amplitude de la contrainte moyenne. Pour l'étude de fractographie de cet alliage, les informations ont été tirées de la thèse de Sun [Z. Sun, 2008], dans laquelle les descriptions sont plus approfondies et les illustrations plus nombreuses que dans ses publications.

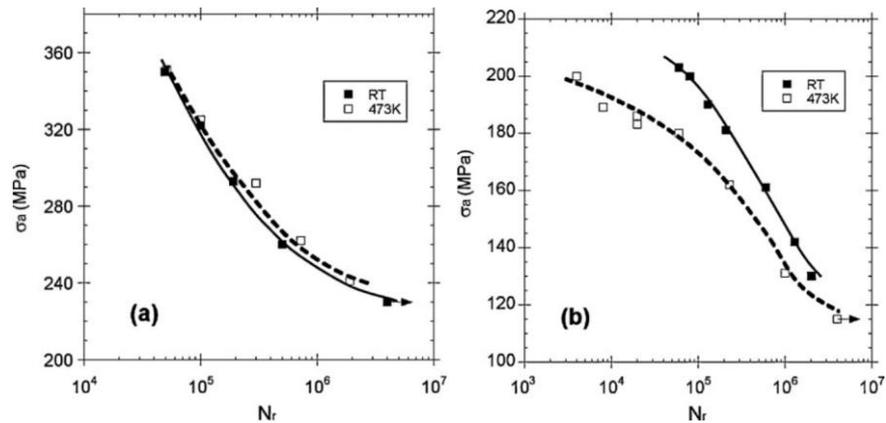


Figure 1-48 : Courbes de Wöhler $N_r = f(\sigma_a)$ d'un alliage Cu – 2,16 Ni – 0,72 Si – 0,23 Zr (%) sollicité en fatigue (5 Hz) à $R = -1$ (a) et $R = 0,4$ (b) [Z. Sun, 2011]

Il en ressort que pour $R = -1$, les faciès de rupture ont été difficiles à observer du fait d'un matage lié aux demi-cycles de compression. Toutefois, malgré l'incertitude quant à la localisation des sites d'amorçage, il semble que les fissures se propagent de la surface vers le centre. Les rares zones observables présentent des facettes intergranulaires et des facettes planes vraisemblablement transgranulaires, comme celles représentées en Figure 1-49.

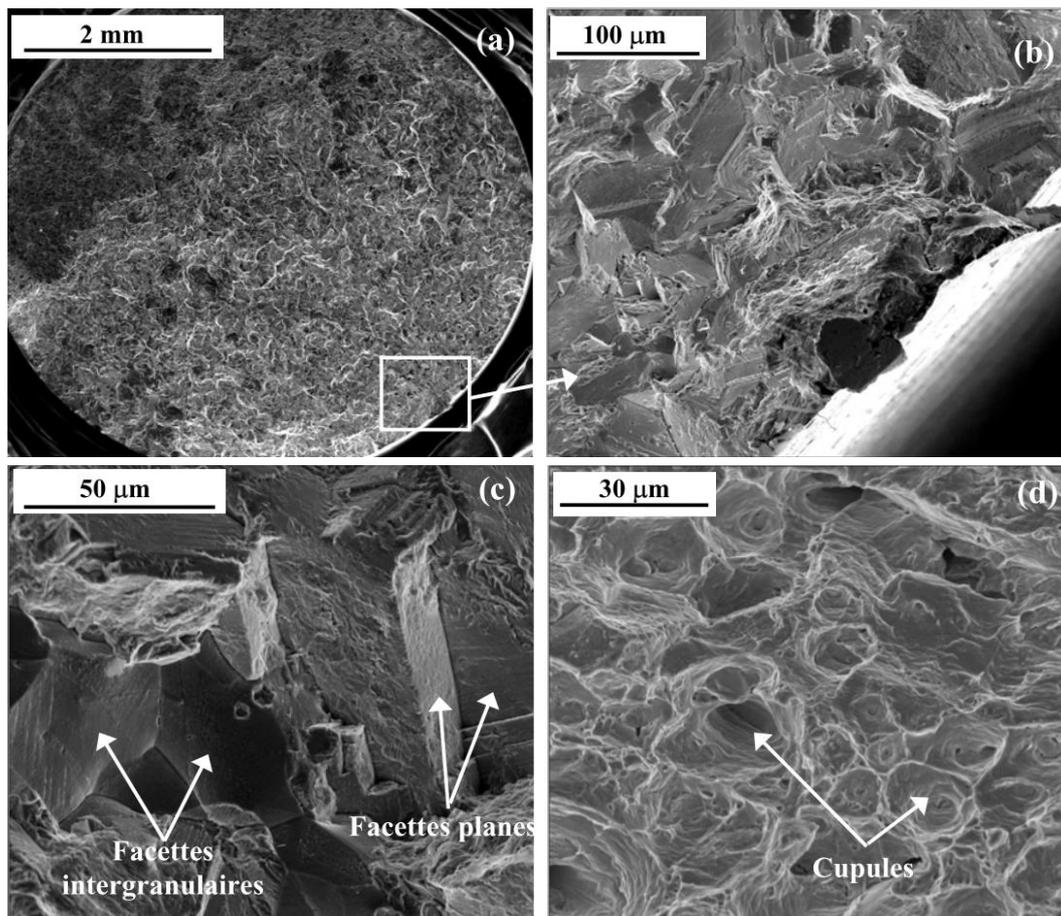
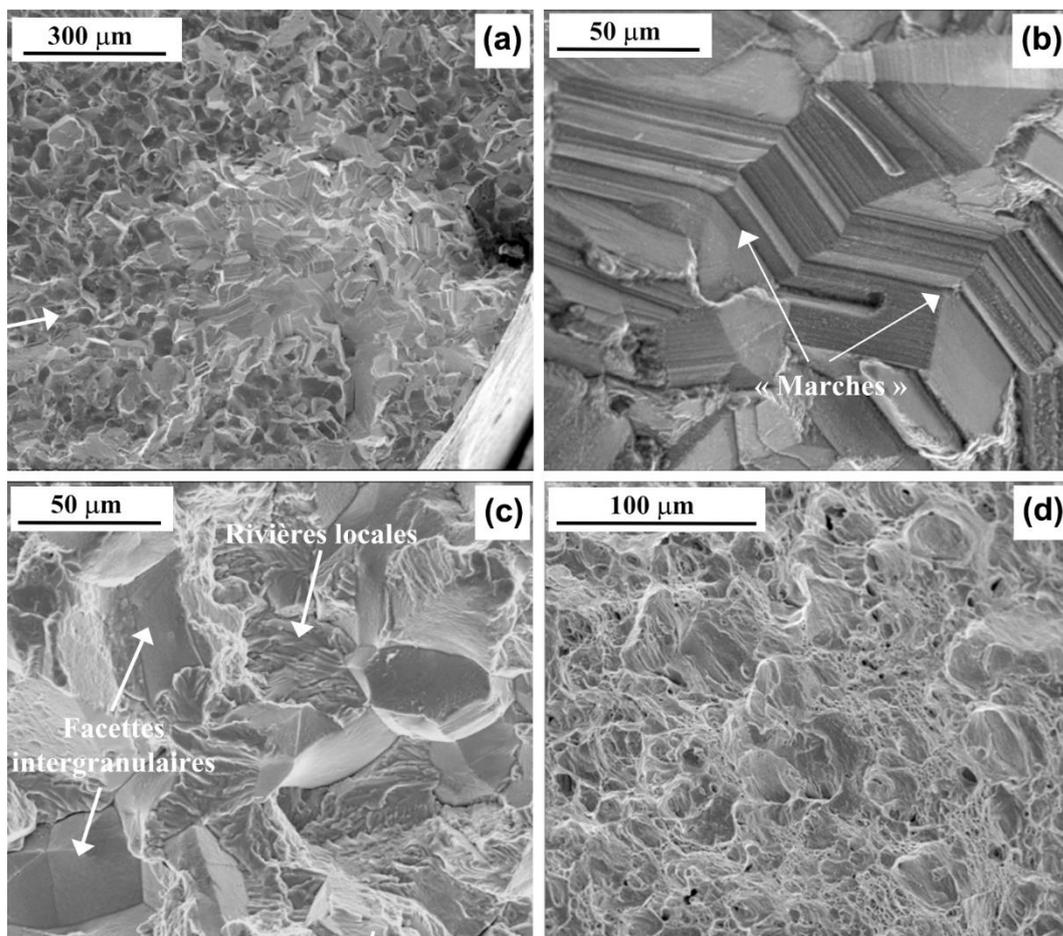


Figure 1-49 : Observations MEB du faciès de rupture par fatigue ($R = -1$; $\sigma_a = 290$ MPa ; TA) d'un alliage Cu-Ni-Si avec (a) vue d'ensemble ; (b) zone d'amorçage ; (c) zone de propagation ; (d) = zone de rupture [Z. Sun, 2008]

Enfin, le dernier cycle est assimilable à un essai de traction car la striction empêche la machine d'atteindre la contrainte cible et l'asservissement génère alors une traction rapide. Un faciès à cupules, semblable à celui présenté en [Figure 1-42](#) (a) est ainsi observé dans les zones de rupture finale [Z. Sun, 2008].

Les observations ont en revanche été plus faciles pour $R = 0,4$. La zone d'amorçage, très proche de la surface de l'éprouvette, visible en [Figure 1-50](#) (a et b), est constituée d'une partie contenant des « marches », celles-ci révélant la formation de bandes de glissement. Ces dernières constituent probablement des sites d'amorçage de fissures. La zone de propagation, très large et exposée en [Figure 1-50](#) (c), présente de nombreuses facettes intergranulaires séparées par des rivières synonymes de ruptures transgranulaires. Enfin, la zone de rupture est à nouveau ductile. Elle présente des cupules comme le prouve la [Figure 1-50](#) (d), se formant sous l'effet d'une déformation plastique importante [Z. Sun, 2008].



[Figure 1-50](#) : Observations MEB des zones d'amorçage (a et b), de propagation (c) et de rupture (d) par fatigue ($\sigma_a = 160$ MPa, TA, $R = 0,4$) d'un alliage Cu-Ni-Si [Z. Sun, 2008]

Pour terminer, un faciès de rupture a été observé selon une coupe transversale, comme présenté en [Figure 1-51](#). La zone de fissuration par fatigue occupe ici environ la moitié de la surface du faciès, le reste correspondant à la déformation plastique menant à la rupture

ductile. La fissure intergranulaire est visible au niveau de l'image (d). Cette dernière et la micrographie (c) ne présentent pas de grains déformés plastiquement, contrairement aux photos (a) et (b) montrant la microstructure de l'alliage sous la zone de rupture ductile. Ceci conforte donc les résultats présentés plus haut. [Z. Sun, 2008, 2011].

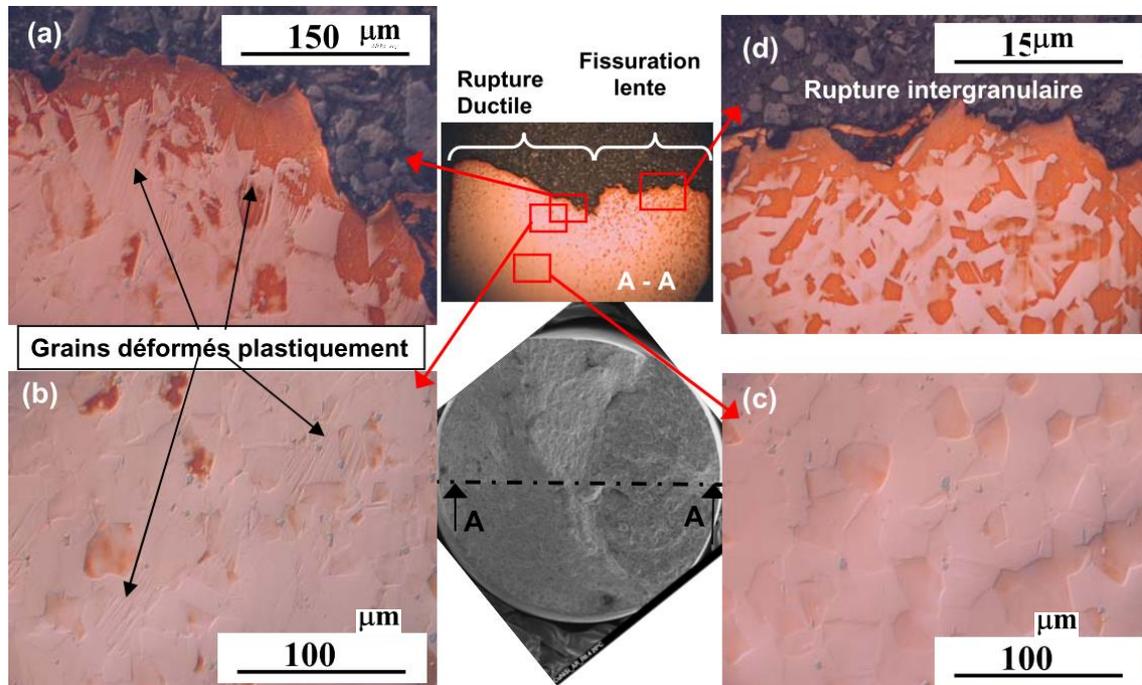


Figure 1-51 : Coupes micrographiques transversales au microscope optique d'un faciès de rupture par fatigue ($\sigma_a = 160$ MPa, TA, R = 0,4) d'un alliage Cu-Ni-Si [Z. Sun, 2008]

Très récemment, un nouvel article s'est intéressé au rôle de la microstructure d'un alliage Cu – 6 Ni – 1,5 Si (%) sur les phénomènes de fissuration par fatigue. Comme présenté en [Figure 1-52](#), les sites d'amorçage des fissures se situent aux joints de grains. Leur fragilité est due à une absence de précipitation de δ -Ni₂Si à leur niveau (vérifié par des observations MET). La propagation des fissures se fait ensuite essentiellement le long des plans de glissement dans les grains adjacents mais peut parfois être intergranulaire lorsque l'orientation des plans de glissement est moins favorable. Enfin, bien que l'alliage présente certains grains moins résistants mécaniquement à cause d'une précipitation discontinue (ils apparaissent en noir sur la [Figure 1-52](#)), leur faible proportion n'a qu'un effet négligeable sur les propriétés en fatigue [M. Goto, 2016].

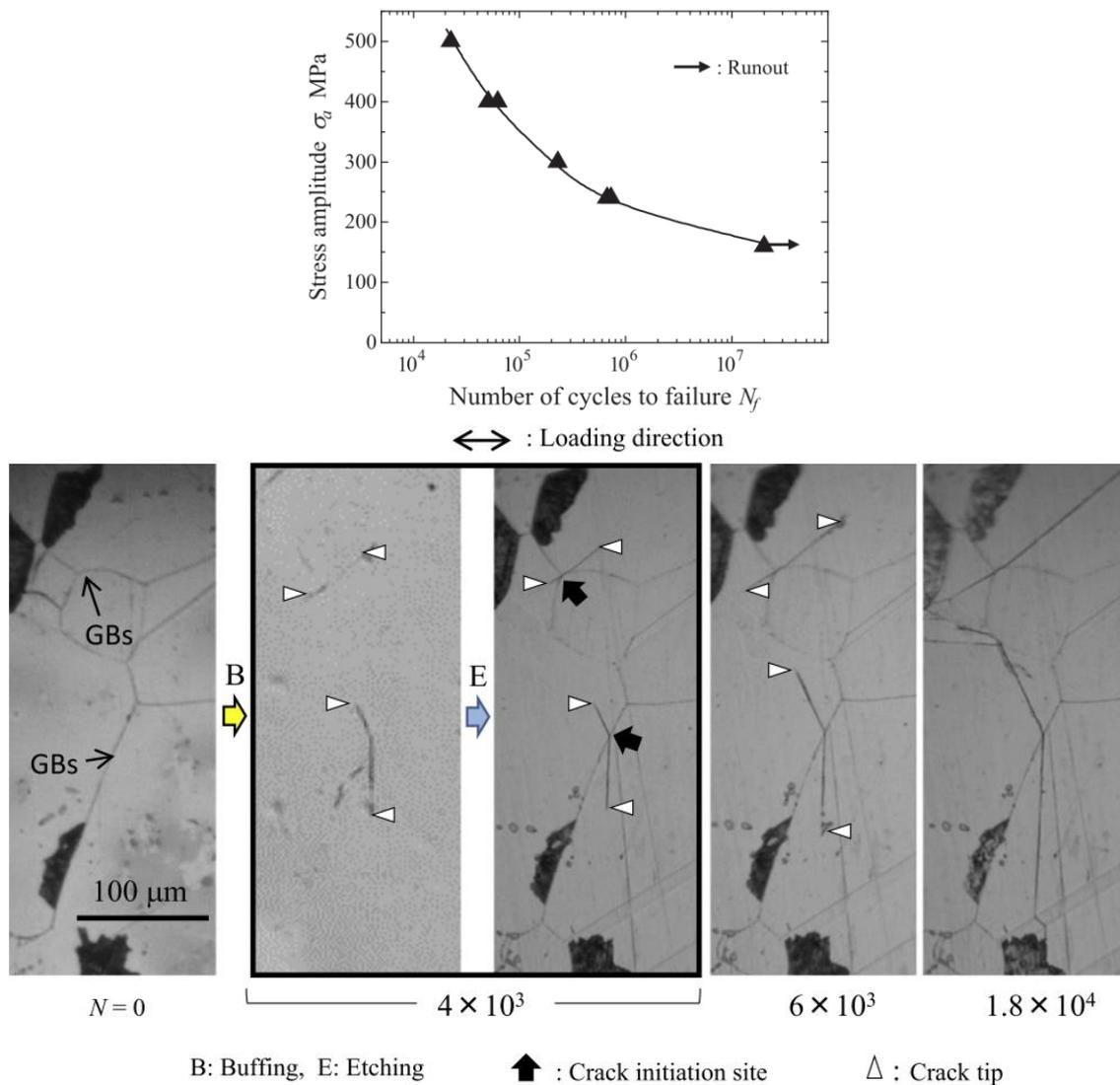


Figure 1-52 : Courbe de Wöhler (haut) et micrographies optiques (bas) de l’amorçage et de la propagation de fissures en fatigue ($\sigma_a = 400$ MPa) d’un alliage Cu – 6 Ni – 1,5 Si (%) [M. Goto, 2016]

Enfin, un article de la littérature porte sur la fatigue-roulement d’un alliage Cu-Ni-Si. Comme le montre la [Figure 1-53](#), la microstructure en surface est totalement détruite à la suite de la sollicitation cyclique. Pour comprendre le mécanisme d’endommagement, des lames minces ont été prélevées à une profondeur comprise entre 100 et 200 μm sous la surface, ce qui correspond à la zone la plus contrainte, et ont été étudiées en microscopie en transmission. Comme le prouvent les micrographies de la [Figure 1-53](#), l’endommagement se caractérise par la formation de bandes de glissement, mais également de cellules de dislocations micrométriques et de joints de grains de faibles désorientations d’une taille comprise entre 100 et 200 nm. D’après les auteurs, les précipités $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ responsables du durcissement initial de l’alliage disparaissent après seulement 100 cycles subis par l’éprouvette [S. Medina, 2006].

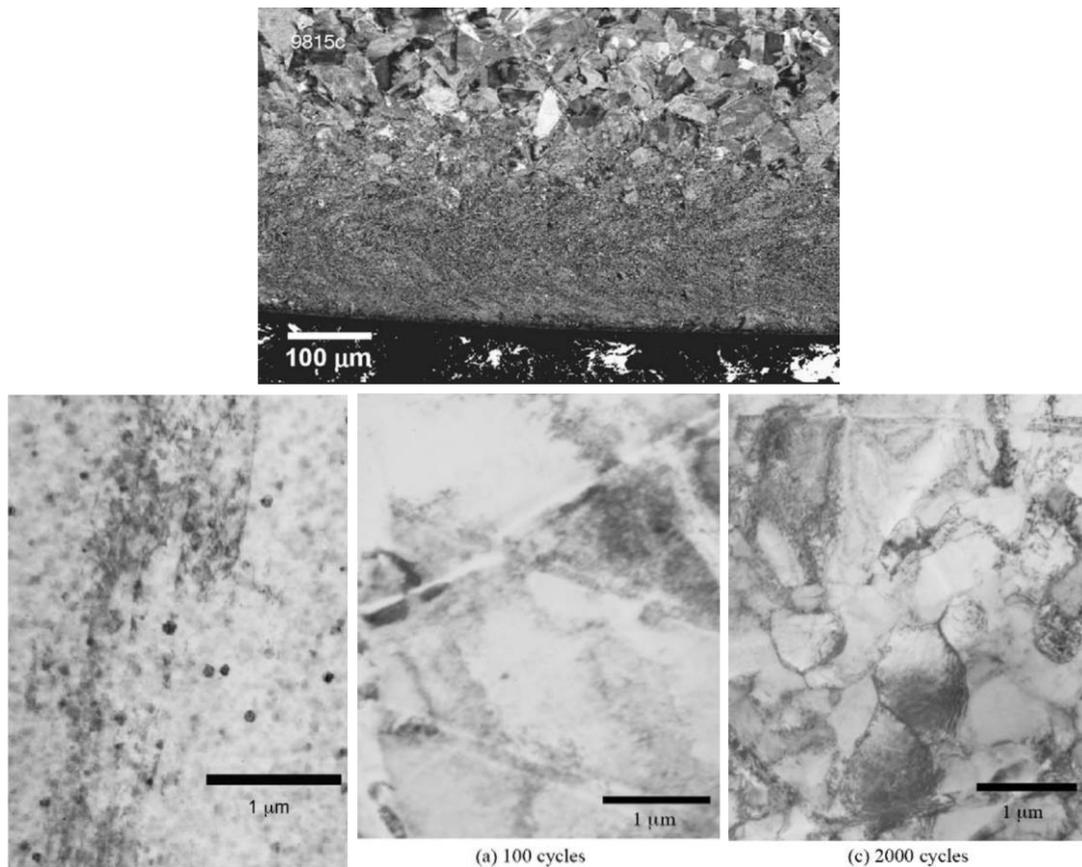


Figure 1-53 : Micrographie MEB de la surface après 2500 cycles (haut) et micrographies MET (bas) du matériau initial (gauche), après 100 cycles (milieu) et 2000 cycles (droite) d'un alliage Cu-Ni-Si soumis à de la fatigue-roulement [S. Medina, 2006]

Ce paragraphe traitant de l'étude de nuances soumises à la fatigue conclut donc la partie traitant des alliages de la famille des Cu-Ni-Si. La revue des différentes publications à leur sujet démontre à quel point les possibilités de microstructures finales sont vastes, grâce à la large gamme de composition et de procédés de fabrication. Les propriétés finales en sont grandement dépendantes, ce qui nécessite donc au préalable une description précise de l'alliage étudié. La caractérisation précise de l'état initial et/ou final est donc nécessaire à la bonne compréhension des différents phénomènes mis en jeu. Les méthodes retenues dans le cadre de cette étude seront donc brièvement présentées dans le paragraphe suivant.

1.4.Méthodes de caractérisations expérimentales

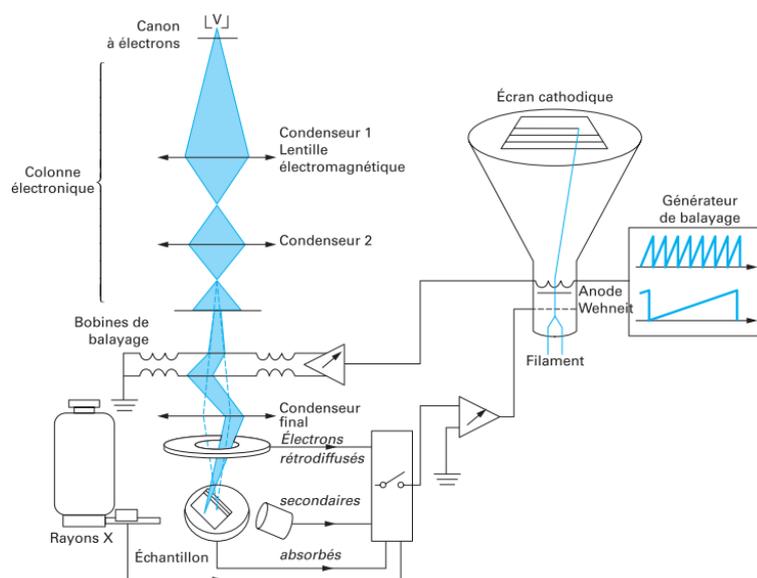
L'utilisation d'outils d'observation pour l'étude des métaux a débuté en 1665, lorsque Hooke observa sa lame de rasoir à l'aide d'un système optique de grossissement. La métallographie s'est ensuite plus largement développée au milieu du XIX^{ème} siècle, notamment grâce au développement des premiers microscopes optiques. Le Chatelier a, par exemple, inventé le premier microscope à platine inverse en 1897.

Les microscopes optiques sont limités en grandissement à cause de la source de lumière utilisée pour former l'image. En effet, la résolution spatiale dépend de la longueur d'onde de la source utilisée. Ils sont également limités en profondeur de champ, et ce d'autant plus que le grandissement est important. C'est pourquoi la microscopie électronique a été développée dès 1928 pour améliorer le pouvoir de grandissement des microscopes optiques.

1.4.1. Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

1.4.1.1. Principe général

Le MEB, dont le fonctionnement est schématisé en [Figure 1-54](#), repose comme son nom l'indique sur le balayage de la surface d'un échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons. La tension d'accélération des électrons est généralement comprise entre 5 et 30 kV. L'interaction électron/matière d'un volume, de l'ordre d'un micromètre cube, réémet notamment des électrons secondaires et rétrodiffusés permettant d'imager la surface de l'échantillon, comme présentée en [Figure 1-55](#). De plus, le MEB permet l'étude d'échantillons massifs [J. Ruste, 2013a].



[Figure 1-54](#) : Schéma du principe de fonctionnement d'un MEB [J. Ruste, 2013a]

Les électrons secondaires (SE pour *Secondary Electrons*), issus de l'interaction inélastique entre les électrons produits par la source d'émission du microscope et ceux des orbitales atomiques des atomes composant l'échantillon à analyser, permettent d'obtenir des informations quant à la topographie en surface de l'échantillon [J. Ruste, 2013a].

Les électrons rétrodiffusés (BSE pour *BackScattered Electrons*), plus énergétiques, proviennent directement de la source d'émission du microscope, et n'ont subi qu'un faible nombre d'interactions quasi élastiques avec les atomes en surface de l'échantillon. Ils peuvent aussi donner des informations concernant la topographie de l'échantillon, mais

également sur les variations de sa composition chimique. En effet, plus le numéro atomique de l'atome est faible, plus l'interaction électronique est forte (car proche du noyau) et plus l'électron est ralenti. Il suffit alors d'utiliser la différence d'énergie cinétique entre les électrons rétrodiffusés pour obtenir des informations sur la chimie de la surface de l'échantillon étudié [J. Ruste, 2013a].

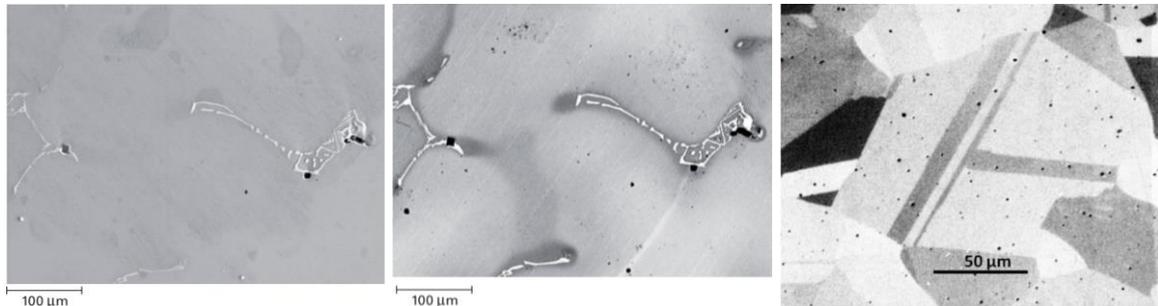


Figure 1-55 : Exemples d'images en électrons secondaires (à gauche) et en électrons rétrodiffusés (contraste chimique au centre, cristallographique à droite) [J. Ruste, 2013b]

Les électrons rétrodiffusés peuvent également être utilisés pour faire apparaître un contraste cristallographique entre les différents grains du matériau cristallin étudié. En effet, le taux d'électrons rétrodiffusés, appelé aussi contraste de canalisation (ECCI pour *Electron Channelling Contrast Imaging*), dépend de l'orientation cristallographique de la matière [J. Ruste, 2013b]. Comme présenté sur le schéma en [Figure 1-56](#), une fraction importante d'électrons peut être canalisée par l'échantillon lorsque l'orientation du faisceau incident le permet (à droite sur le schéma). Ainsi, la quantité d'électrons rétrodiffusés est moindre, ce qui génère le contraste cristallographique sur l'image résultante.

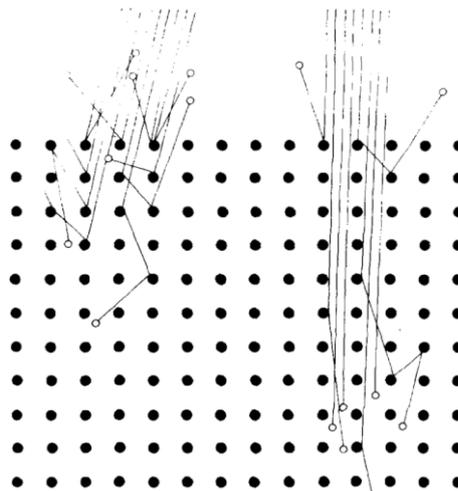


Figure 1-56 : Schématisation de la variation du nombre d'électrons rétrodiffusés en fonction de l'angle du faisceau d'électron incident par rapport à l'orientation cristallographique de l'échantillon [D.C. Joy, 1982]

Pour aller plus loin, il est possible de placer volontairement les grains dans les conditions d'ECCI. En effet, en connaissant l'orientation cristallographique d'un grain à étudier (via une analyse EBSD préalable par exemple), ce dernier peut être placé dans une position favorisant l'effet de canalisation du faisceau incident. Dans ce cas, la technique est généralement appelée cECCI, le premier c faisant référence aux conditions de diffraction contrôlées [S. Zaefferer, 2014].

1.4.1.2. *Équipements utilisés*

Deux microscopes électroniques à balayage ont été utilisés dans le cadre des travaux exposés dans ce manuscrit. Dans les deux cas, les observations ont été réalisées à une tension d'accélération de 20 kV.

Le premier est un FEI Quanta 400 MK1. Doté d'un filament tungstène limitant la résolution de l'appareil, il a été employé pour la microscopie de base (images des surfaces fatiguées et corrodées, fractographies) et pour les scans EBSD sur de larges zones, technique qui sera explicitée au paragraphe 1.4.3. Pour cette dernière application, les conditions de travail permettent, d'après l'abaque fourni par le fabricant, d'atteindre une taille de faisceau de 400 nm. Enfin, la taille de sa chambre est suffisamment importante pour observer une éprouvette de fatigue sans découpe préalable, permettant ainsi d'effectuer des essais interrompus sur un même échantillon.

Le second microscope utilisé est un Jeol JSM-7800F. Doté d'un canon à effet de champ (FEG pour *Field Emission Gun*, à pointe chaude de type Schottky), il permet d'atteindre une résolution de l'ordre du nanomètre. Grâce à son détecteur BSE placé en bas de la colonne, donc juste au-dessus de l'échantillon, le contraste de canalisation peut être exploité. Cela permet ainsi de réaliser des images de type ECCI pour visualiser le contraste cristallographique. Enfin, il a également été employé pour effectuer des scans EBSD à un pas d'acquisition inférieur à celui du FEI Quanta 400.

1.4.2. Microscopie Électronique en Transmission (MET)

1.4.2.1. *Principe général*

Historiquement développé avant le MEB, le MET repose sur un principe similaire, comme le prouve son schéma de fonctionnement présenté en [Figure 1-57](#). Deux différences majeures les séparent, d'une part la tension d'accélération usuellement comprise entre 100 et 300 kV, permettant d'autre part de changer l'interaction électron/matière. L'échantillon, aux dimensions nécessairement réduites (d'une largeur habituelle de 3 mm, mais surtout d'une épaisseur inférieure à 200 μm), est ainsi transparent aux électrons autour d'une petite zone où il a été aminci [M. Karlík, 2008].

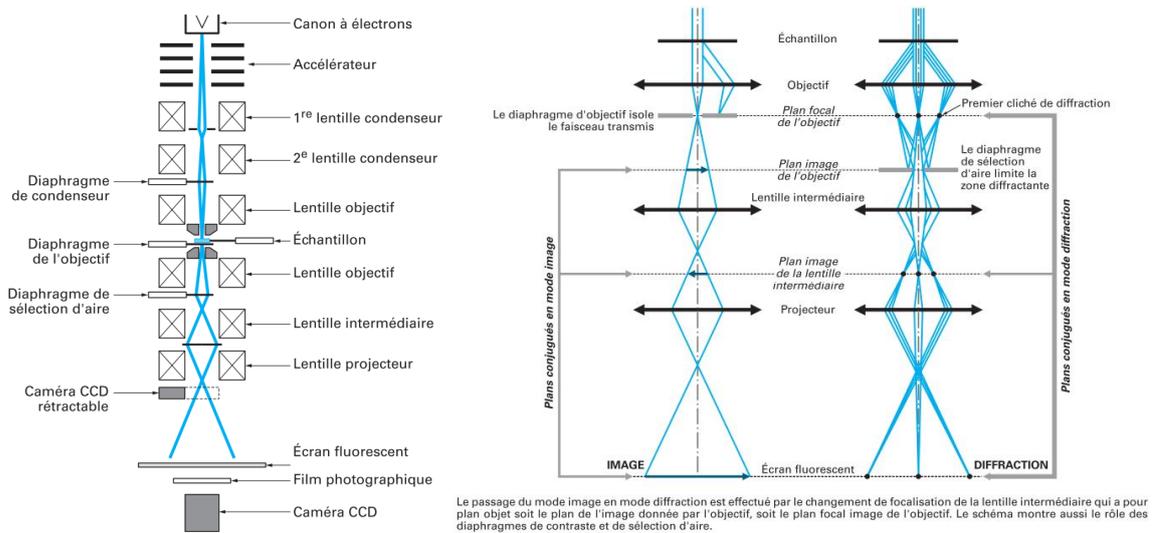


Figure 1-57 : Schémas de principe de fonctionnement d'un MET (à gauche) et de ses modes d'imagerie et de diffraction (à droite) [M. Karlík, 2008]

Les métaux sont généralement imagés selon trois modes, soit en contraste d'intensité (en fonction du numéro atomique), soit en contraste de phase, soit en contraste en amplitude. Le dernier cas est plus généralement appelé contraste de diffraction. Enfin, en plus d'utiliser le faisceau transmis pour imagier l'échantillon (image en champ clair), il est possible de réaliser des micrographies en champ sombre, où le faisceau diffracté est récupéré comme illustré en [Figure 1-58](#). Cela fait ainsi apparaître plus distinctement les défauts cristallins (comme les dislocations) ou les précipités [B. Jouffrey, 2008].

En plus, comme représenté à droite de la [Figure 1-57](#), il est possible de remonter à la structure cristalline de la zone sous le faisceau en indexant le cliché de diffraction électronique généré du fait de la diffraction des électrons par les plans réticulaires selon la loi de Bragg [M. Karlík, 2008].

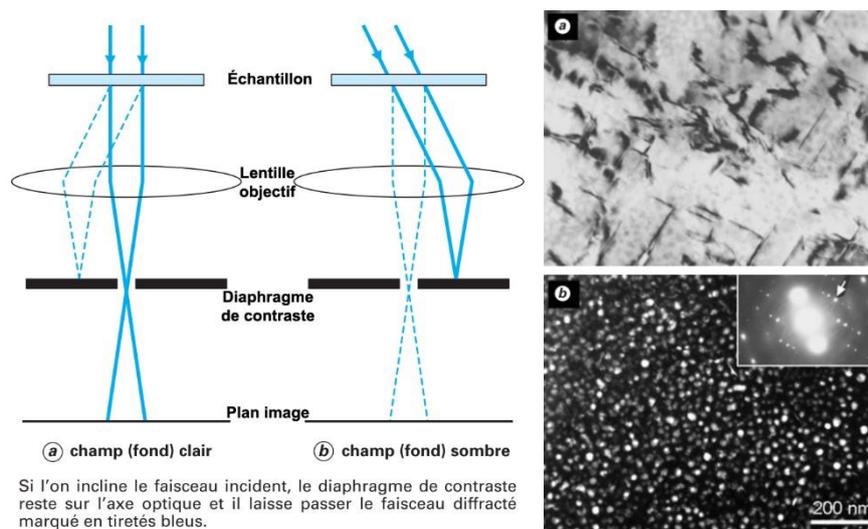


Figure 1-58 : Schéma du principe d'obtention des images MET en champ clair et en champ sombre et exemples des clichés respectifs d'une même zone [B. Jouffrey, 2008]

1.4.2.2. Équipements utilisés

Pour l'imagerie en champ clair et en champ sombre et pour une indexation manuelle des clichés de diffraction (notamment pour l'identification de précipités), un premier microscope électronique en transmission a été utilisé. Doté d'un filament LaB₆, ce Philips CM30 fonctionne à une tension d'accélération de 300 kV. Il est également équipé d'un détecteur EDS pour les analyses chimiques locales.

Un second MET a été employé pour ses capacités analytiques à haute résolution. Le FEI Titan Themis 300, utilisé à une tension d'accélération de 300 kV, est en effet doté d'un canon à effet de champ haute brillance (de type Schottky) couplé à un monochromateur et à un détecteur EDS de sensibilité supérieure.

Enfin, un troisième MET, de modèle FEI Tecnai G2-20, a été utilisé en complément. Également doté d'un filament LaB₆, il fonctionne à une tension d'accélération de 200 kV. Équipé d'un module externe ASTARTM permettant un balayage automatisé du faisceau tout en indexant automatiquement les clichés de diffraction par points enregistrés à l'aide d'une caméra CCD, il est possible de remonter à l'orientation cristalline de la zone scannée. Cette technique, usuellement appelée ACOM-TEM (*Automated Crystal Orientation Mapping*) dans la littérature [E.F. Rauch, 2014], permet d'obtenir des résultats similaires à ceux issus de la technique EBSD en microscopie à balayage.

1.4.3. Electron BackScattered Diffraction (EBSD)

1.4.3.1. Principe général

La technique EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*) reprend les principes de diffraction électronique évoqués dans le paragraphe précédent, mais ici dans un MEB. Une famille de plans diffracte selon deux cônes, dits de Kossel. L'intersection de ces cônes avec un écran phosphore génère des bandes pratiquement droites appelées lignes de Kikuchi, représentées en [Figure 1-59](#).

Ce cliché de diffraction est alors traité informatiquement selon la transformée de Hough, afin de convertir ces bandes en points plus facilement identifiables. En les comparant à une base de données de référence (comprenant les structures cristallines pressenties), il est possible de remonter à l'orientation cristallographique du plan diffractant. En répétant l'opération en balayant une surface selon un maillage choisi au départ, il est alors possible de cartographier l'orientation cristalline d'un échantillon [A.J. Wilkinson, 2012].

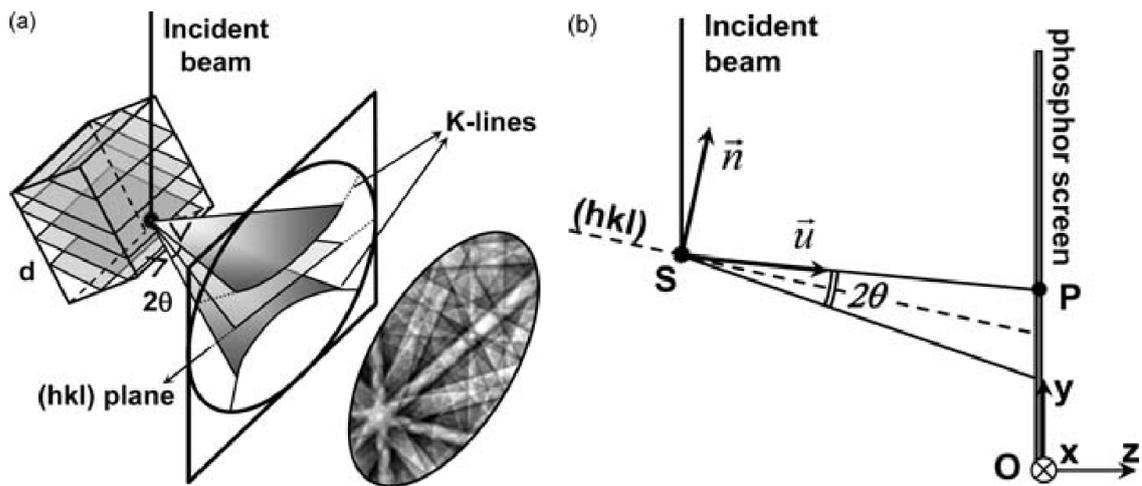


Figure 1-59 : Représentation schématique de la formation des bandes de Kikuchi lors de la diffraction des électrons rétrodiffusés [C. Maurice, 2008]

1.4.3.2. Qualité d'image

La première exploitation possible de l'EBSD est appelée qualité d'image (IQ pour *Image Quality*). Dans ce cas, chaque pixel des cartographies permet de représenter la netteté du cliché de diffraction enregistré, traduisant la finesse des lignes de Kikuchi. De ce fait, le critère IQ est fortement influencé par les zones non indexables, comme les défauts ou les joints de grains. De plus, la déformation des cristaux, qu'elle soit issue de SSD (*Statistically Stored Dislocations*, au vecteur de Burgers globalement nul) ou de GND (*Geometrically Necessary Dislocations*, au vecteur de Burgers non nul), affecte également la qualité des clichés de diffraction. Schématisées en Figure 1-60, l'impact des SSD et des GND sur les bandes de Kikuchi est représenté en Figure 1-61.

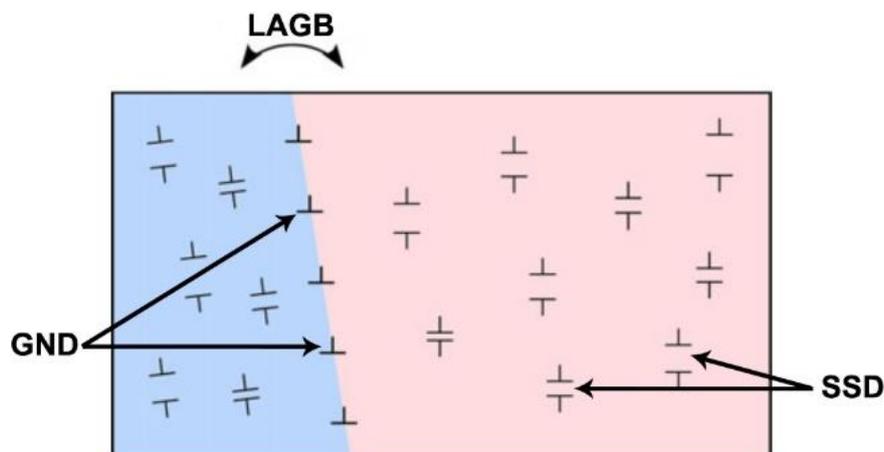


Figure 1-60 : Représentation schématique des SSD (*Statistically Stored Dislocations*) et des GND (*Geometrically Necessary Dislocations*), d'après [S.I. Wright, 2011]

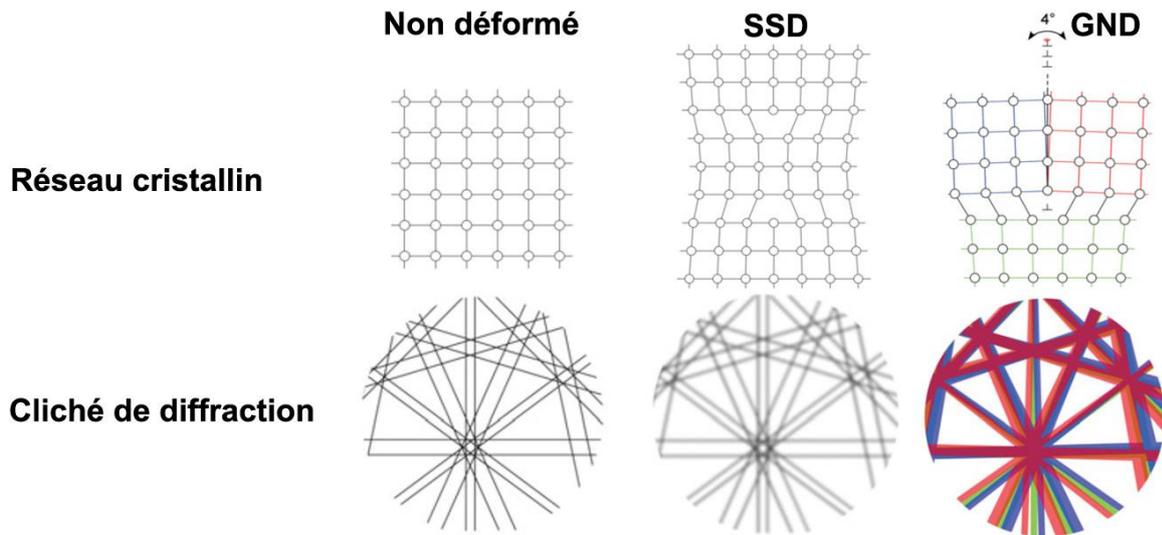


Figure 1-61 : Schématisation de l'impact des déformations cristallines sur les clichés de diffraction électronique, d'après [S.I. Wright, 2011]

1.4.3.3. Orientation Imaging Microscopy (OIM)

La seconde exploitation possible de l'EBSD résulte du résultat de l'indexation des clichés de diffraction, qui permet de remonter à l'orientation cristallographique de l'échantillon. Cette dernière peut être représentée par la valeur des trois angles d'Euler, comme schématisé en Figure 1-62. De cette méthode découle l'ensemble des cartographies réalisées en OIM (*Orientation Imaging Microscopy*), qui permet de représenter graphiquement l'orientation cristallographique des surfaces balayées. C'est sous cet angle que l'EBSD a été majoritairement employé pour les travaux présentés dans ce manuscrit.

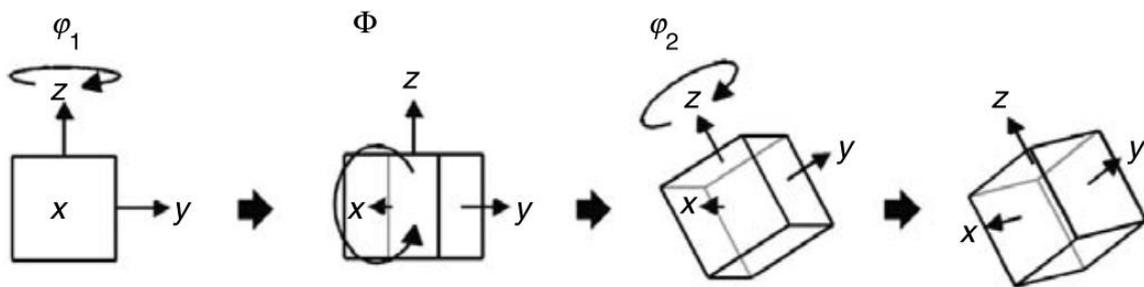


Figure 1-62 : Représentation des différents angles d'Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) selon la convention de Bunge [T. Maitland, 2006]

Tout d'abord, l'EBSD permet de distinguer les différentes phases d'un échantillon, lorsque leurs mailles cristallographiques diffèrent grandement, comme illustré pour le titane $\alpha+\beta$ en Figure 1-63. Dans ce cas, la différence entre les clichés de diffraction est facilement détectée, chaque type de maille ayant une signature caractéristique.

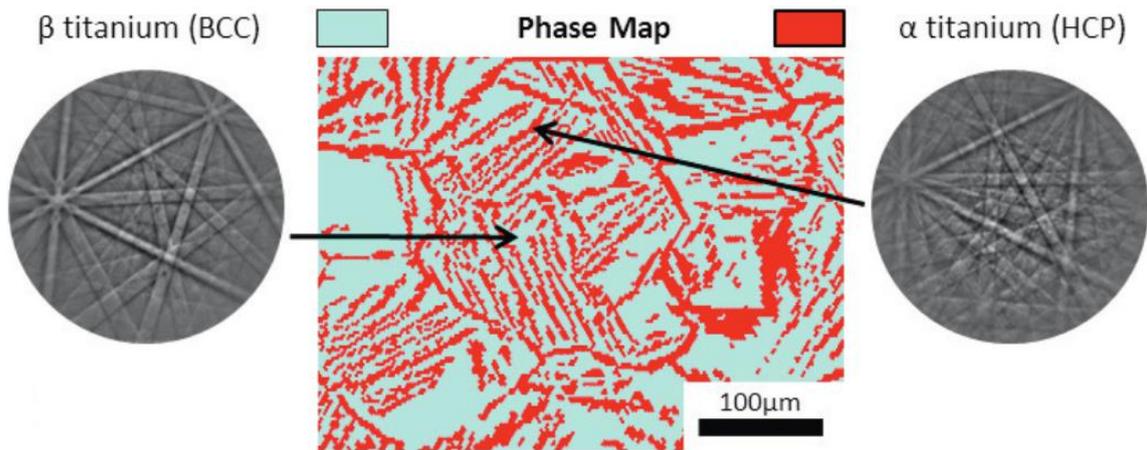


Figure 1-63 : Cartographie EBSD des phases d'un alliage Ti – 15% Mo (α hexagonal compact (HCP) et β cubique centré (BCC)) et clichés de diffraction électronique correspondants [A.J. Wilkinson, 2012]

L'approche de base permet aussi de caractériser l'orientation des plans cristallographiques. Appelée cartographie de Figure de pole inverse (IPF pour *Inverse Pole Figure*), la cartographie représente, à l'aide d'un code couleur, les normales aux plans hkl colinéaires à une direction choisie, comme l'axe de laminage ou la normale à la surface. L'exemple en Figure 1-64 illustre l'aspect des cartographies résultantes.

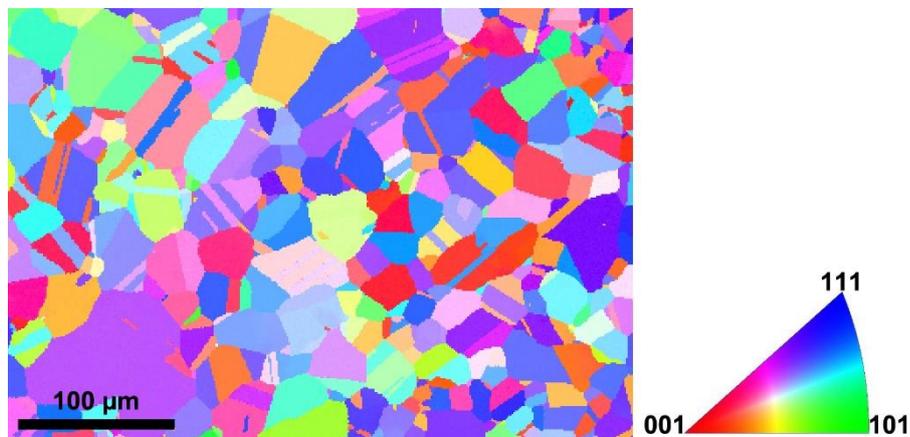


Figure 1-64 : Exemple de cartographie IPF d'un alliage Cu-Ni-Si (gauche), accompagnée du triangle standard (droite)

Une approche complémentaire, appelée LSM (*Line Segment Method*, [M. Jedrychowski, 2013]), permet de matérialiser les joints de grains. Comme illustré en Figure 1-65, chaque pixel du schéma symbolise un point résultant de l'indexation des bandes de Kikuchi de la zone balayée en EBSD. Ainsi, les joints de grains sont représentés sous forme d'un cumul de segments séparant deux pixels voisins dont la désorientation dépasse une valeur limite selon le critère sélectionné. De ce fait, il est possible de distinguer les joints de grains fortement désorientés (ou HABG pour *High Angle Grain Boundary*), traditionnellement visualisés en métallographie, des joints de grains de faible désorientation (ou LAGB pour *Low Angle Grain Boundary*), généralement associés aux sous-joints de grains.

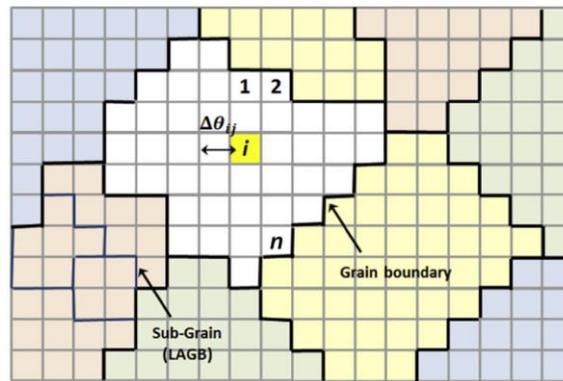


Figure 1-65 : Représentation schématique du résultat d'un scan EBSD sous l'angle de l'approche LSM [J. Bouquerel, 2015]

Enfin, en complément de la méthode LSM, il est également possible d'étendre la comparaison de la désorientation des pixels à plusieurs pixels voisins d'un même grain, qu'ils soient proches ou éloignés [S.I. Wright, 2011]. Les critères utilisés, comme le KAM, le GROD ou le GOS qui permettent alors d'étudier la désorientation locale, seront détaillés au moment de leur utilisation pour être plus explicite.

1.4.3.1. Équipements utilisés

En fonction du microscope, deux types de caméras CCD (fournies par Oxford Instrument) ont été utilisées pour les scans EBSD. Le Jeol 7800 est en effet équipé d'une caméra rapide (faible résolution) tandis que le Quanta 400 est pourvu d'une caméra lente (résolution plus importante). Toutefois, le regroupement de pixels (*binning*) retenu dans les deux cas permet d'obtenir une même résolution angulaire. Le pilotage et l'indexation ont été réalisés à l'aide du logiciel Aztec de chez Oxford Instruments, le tout permettant alors d'atteindre une résolution angulaire de $0,08^\circ$.

1.5. Conclusions

L'historique de l'utilisation du cuivre est étendu et son emploi sous formes d'alliages, notamment à durcissement structural par précipitation, justifie qu'il garde un avantage sur ses concurrents dans de nombreux domaines. Ces derniers comprennent les usages où les pièces sont soumises aux sollicitations cycliques et sont donc sujettes à la rupture par fatigue.

La famille des alliages Cu-Ni-Si, dont la littérature scientifique s'étoffe grandement ces dernières années, est l'une des plus prometteuses à la vue du bon compromis entre ses propriétés mécaniques et électriques. La grande variabilité de compositions chimiques et de procédés de fabrication permet d'atteindre un éventail de propriétés très large.

La microscopie électronique, à balayage et en transmission, permet d'étudier au mieux ces alliages, notamment pour identifier les précipités issus du traitement thermique de durcissement structural.

L'étude bibliographique étant désormais terminée, il est maintenant possible de s'intéresser à l'étude de l'alliage employé pour la fabrication des griffes de jonction dédiées à la maintenance caténaire. Pour commencer, la caractérisation de la résistance en fatigue oligocyclique est présentée au chapitre suivant, après une identification des précipités en présence et d'une étude en traction monotone.

Chapitre 2 :

Fatigue oligocyclique d'alliages CuNi₂Si

- 1. Présentation du matériau**
- 2. Comportement sous chargement cyclique**
- 3. Influence du procédé de fabrication**
- 4. Conclusions du chapitre**

2. Fatigue oligocyclique d'alliages CuNi2Si

2.1. Présentation du principal matériau étudié

2.1.1. Composition et procédé de fabrication

Dans cette partie, l'alliage Cu-Ni-Si étudié porte l'appellation CuNi2Si, a été fourni par l'entreprise Lebronze Alloys et suit la norme européenne CW111C. Sa composition chimique est résumée dans le Tableau 2-1. La coulée de l'alliage est suivie d'un traitement thermique de mise en solution solide à environ 950 °C durant deux heures. Le lingot de coulée est ensuite déformé à chaud avant d'être trempé à l'eau. Le matériau est enfin traité thermiquement à une température comprise entre 450 et 500 °C durant un temps compris entre 2 h et 4 h pour faire précipiter les éléments responsables du durcissement structural. Cet alliage sera appelé NS5 dans la suite du manuscrit.

Tableau 2-1 : Composition massique d'un alliage de cuivre suivant la norme européenne CW111C [J.R. Davis, 2001]

Élément	Cuivre	Ni	Si	Fe	Mn	Pb	Autre
% mini	Reste	1,6	0,4	/	/	/	/
% maxi		2,5	0,8	0,2	0,1	0,02	0,3

2.1.2. Microstructure initiale

2.1.2.1. *À l'échelle du grain*

La méthode de fabrication de l'alliage étudié permet l'obtention de la microstructure présentée en Figure 2-1, après polissage et attaque de 10 secondes à l'aide d'une solution composée de 5 g de FeCl₃, 50 mL de HCl et 100 mL d'eau.

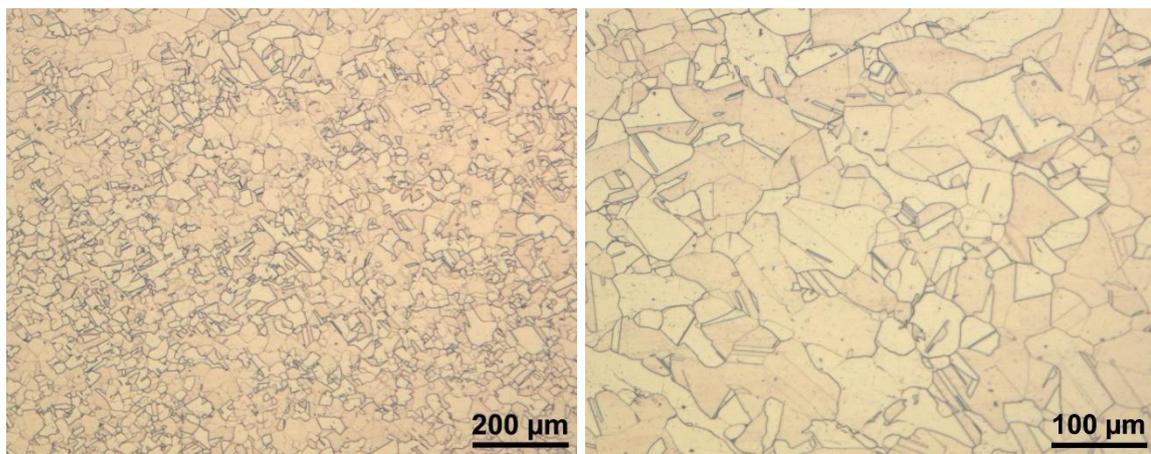


Figure 2-1 : Micrographies optiques de l'alliage NS5 étudié

Les grains, d'une taille de quelques dizaines de microns et présentant de nombreuses macles thermiques, ne semblent pas avoir de morphologie particulière. Pour le vérifier et

compléter ces informations, des scans EBSD ont été réalisés selon des coupes longitudinales et transversales de la zone utile des éprouvettes. Un exemple de cartographie IPF est présenté en [Figure 2-2](#).

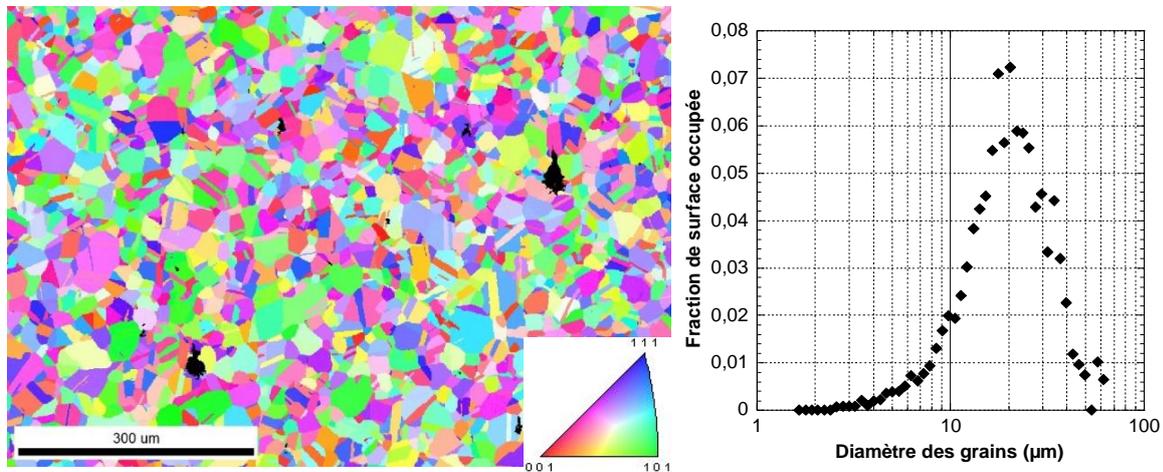


Figure 2-2 : Cartographie IPF selon l'axe normal (gauche) et taille de grains correspondante (droite) d'une coupe longitudinale d'une éprouvette en alliage NS5

Les conclusions suivantes sur la microstructure de l'alliage peuvent être déduites des données EBSD recueillies :

- les grains présentent un diamètre compris entre 10 et 40 µm,
- aucune texture cristallographique ou morphologique n'est observée.

2.1.2.2. À l'échelle des précipités

La microstructure de la matrice étant maintenant connue, la suite des essais a permis l'identification des précipités responsables du durcissement structural. Dans un premier temps, des analyses DRX (source cobalt) ont été menées afin de déduire les phases en présence. Comme le montre la [Figure 2-3](#), il n'a hélas pas été possible de détecter autre chose que la matrice de cuivre, probablement à cause de la faible proportion massique des précipités.

Pour contourner ce problème, les précipités ont été identifiés au MET, grâce au mode de diffraction en aire sélectionnée. Des précipités sous forme de disques, d'une largeur d'environ 5 nm ont ainsi été détectés. Comme présenté en [Figure 2-4](#) (a), la densité de précipités est très importante, puisqu'ils ne sont espacés que d'une distance équivalente à une ou deux fois leur taille. De plus, l'indexation des taches de diffraction permet de conclure que les précipités sont sous la forme $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$, comme prévu dans la littérature [D. Lu, 2007]. Ainsi, pour un faisceau parallèle à la direction $\langle 111 \rangle$ du cuivre, les tâches lumineuses de la [Figure 2-4](#) (b) correspondent à la matrice de cuivre, alors que la forme en pointillé semblable à une étoile est générée par les trois variants de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$.

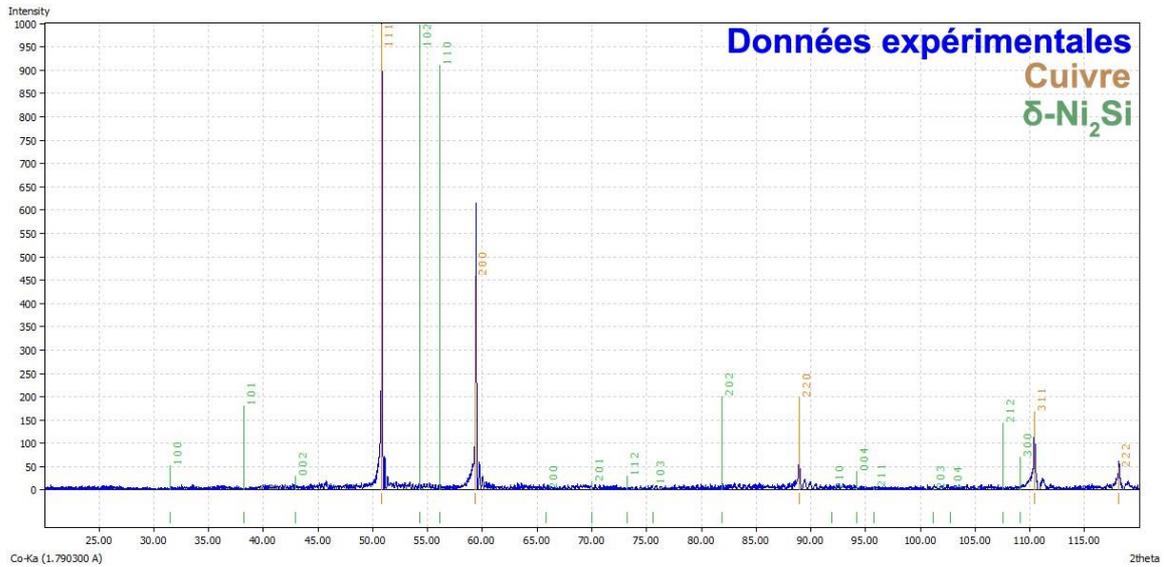


Figure 2-3 : Spectre DRX expérimental (source cobalt) d'une coupe transversale de l'alliage NS5 (bleu) indexé par les pics du cuivre (ocre) et de δ -Ni₂Si (vert)

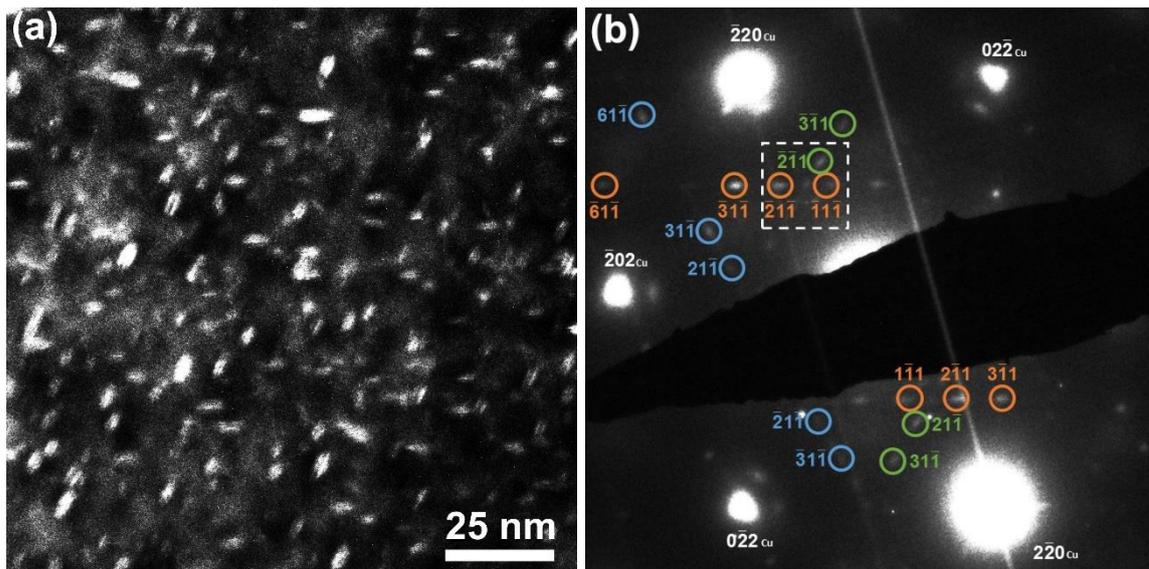


Figure 2-4 : Micrographie en champ sombre de l'alliage NS5 pour un faisceau parallèle à $\langle 111 \rangle_{\text{Cu}}$ (a) et indication de la zone sélectionnée correspondante (carré en tirets) sur le cliché de diffraction indexé (b)

2.1.3. Propriétés monotones

Pour finir de caractériser l'état initial de l'alliage étudié, des essais de traction à rupture ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques (zone utile de 6 mm de diamètre pour 15 mm de longueur) à l'aide d'une machine servo-hydraulique en mode déplacement de traverse afin d'atteindre une vitesse de déformation calculée égale à 10^{-3} s^{-1} . Un essai supplémentaire a été mis en place afin de déterminer le module d'Young à l'aide d'un

extensomètre directement posé sur la zone utile de l'éprouvette. Les propriétés en traction monotone sont ainsi regroupées au sein du Tableau 2-2.

Tableau 2-2 : Propriétés en traction monotone de l'alliage NS5

E (GPa)	Re _{0,2%} (MPa)	R _m (MPa)	A _u (%)	A (%)	n	K (MPa)
130	540	700	11,5	12,7	0,12	930

Il apparaît que l'alliage présente un bon équilibre entre sa résistance mécanique (R_m) et un allongement uniforme (A_u) supérieur à 10 %. Toutefois, la faible différence entre A et A_u suggère une faible ténacité du matériau. Ces conclusions sont confirmées par l'observation du faciès de rupture, présenté en Figure 2-5, clairement composé à la fois de zones fragiles et ductiles. En effet, la surface présente en même temps respectivement une rupture intergranulaire et des cupules ductiles.

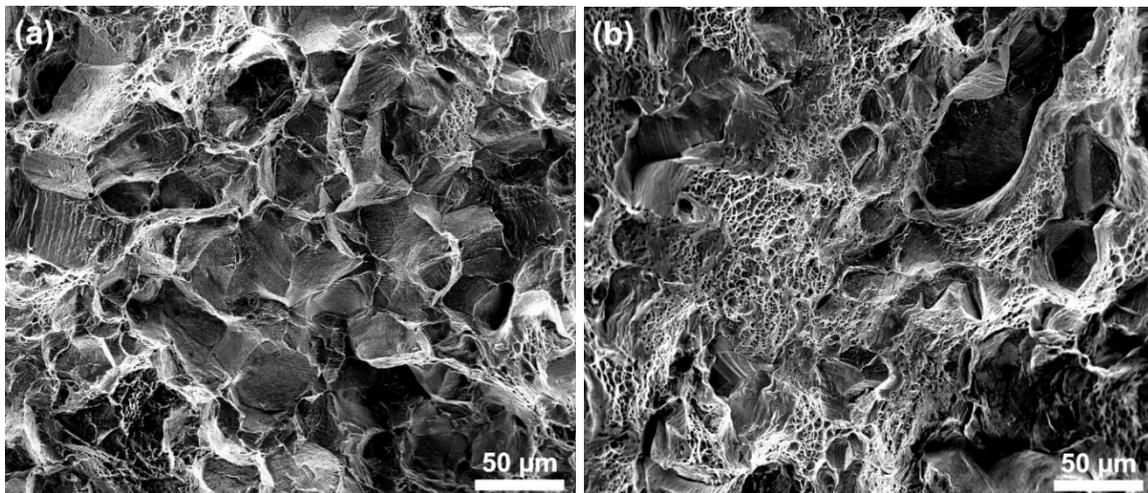


Figure 2-5 : Micrographies MEB du faciès de rupture en traction de l'alliage NS5 présentant une rupture intergranulaire (a) et des cupules (b)

2.2. Comportement sous chargement cyclique

2.2.1. Protocole des essais

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés sur des éprouvettes plates usinées dans le matériau traité thermiquement. D'une épaisseur de 3 mm, la zone utile est large de 6 mm pour une longueur de 12 mm. Avant tout essai mécanique, les tranches des éprouvettes sont polies mécaniquement à l'aide de papier au carbure de silicium (SiC, granulométrie 1200) afin de retirer la couche écrouie issue de l'usinage. Pour la même raison, les deux faces des éprouvettes sont également polies mécaniquement, mais également pour faciliter leur observation à la suite de l'essai. Ainsi, les éprouvettes sont successivement polies à l'aide

de carbure de silicium, puis de particules diamantées pour finir par une suspension de silice colloïdale.

Les essais ont été réalisés selon un mode uniaxial à température ambiante sur une machine de fatigue électromécanique Schenck Trebel RMC 10, pilotée par un mini-contrôleur Instron 8800. La déformation totale des éprouvettes est commandée à l'aide d'un extensomètre Instron d'une base de mesure de 10 mm directement appliqué sur la zone utile de l'éprouvette. Le signal d'entrée est triangulaire, le rapport de déformation (R_ϵ) est égal à -1, la vitesse de déformation est constante et égale à 4.10^{-3} s^{-1} , et la variation de déformation totale ($\Delta\epsilon_t$) est comprise entre 0,6 et 1,5 %. Enfin, chaque essai est au minimum doublé pour valider sa reproductibilité.

Enfin, l'alliage ne présentant pas d'état stabilisé au cours du cyclage, la durée de vie en fatigue N_f a été définie comme le nombre de cycles nécessaire pour atteindre une différence d'au moins 25 % entre la contrainte maximale et la valeur absolue de la contrainte minimale au cours d'un cycle.

2.2.2. Accommodation cyclique

2.2.2.1. *Caractérisation principale*

Afin de décrire le comportement de l'alliage en fatigue oligocyclique, l'évolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2$ en fonction du nombre de cycles au cours du chargement cyclique (en échelle logarithmique et en fonction de la fraction de durée de vie) est représentée au sein de la [Figure 2-6](#).

En se penchant sur les plus hauts niveaux de déformation ($\Delta\epsilon_t = 1,2 \%$ and $1,5 \%$), la vie de l'alliage en fatigue peut être divisée en quatre parties. Au début de l'essai, l'alliage présente un durcissement durant les 50 premiers cycles. Cette étape est suivie d'un adoucissement primaire, jusqu'à 20 % de la durée de vie de l'éprouvette, puis d'un adoucissement secondaire jusqu'à 90 % de la durée de vie. Les 10 % restant sont attribués à la propagation de la fissure principale au cœur du matériau. Ce comportement est conforme à celui décrit dans la littérature, exception faite des durées de vie observées [S.A. Lockyer, 1999]. Leur alliage, dont la composition chimique est similaire mais différant par le traitement thermomécanique (l'alliage commercial reçu subit d'abord une remise en solution solide à $800 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 2 h, puis est vieilli 2 h à $450 \text{ }^\circ\text{C}$), présente en effet une durée de vie bien plus faible qu'ici. Cette disparité peut être attribuée à la variation de la microstructure (taille de grains, dimensions et densité des précipités) due à la différence de traitement thermomécanique. Ce résultat met donc en évidence l'importance du procédé de fabrication et de la microstructure initiale pour les alliages Cu-Ni-Si.

À un niveau de déformation plus faible ($\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$), l'étape de durcissement n'apparaît pas en début d'essai et l'alliage ne présente qu'un adoucissement continu à un taux similaire à l'adoucissement secondaire décrit pour les niveaux de déformation plus

importants. De plus, pour le niveau de déformation minimal testé ($\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$), l'adoucissement est très faible. Il peut donc être conclu que, pour les conditions retenues dans cette étude, l'alliage ne présente pas de réel état stabilisé au cours du chargement cyclique.

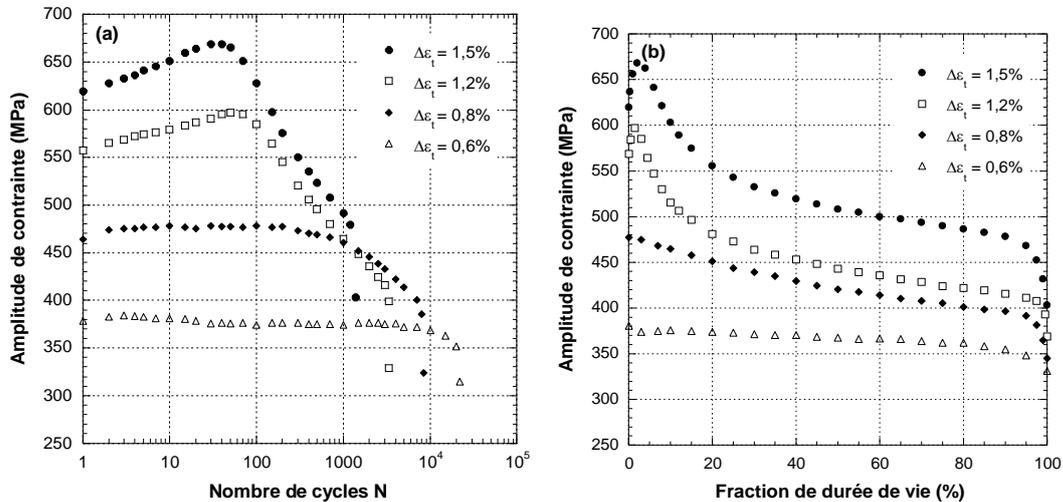


Figure 2-6 : Évolution de l'amplitude de contrainte cyclique de l'alliage NS5 en fonction du nombre de cycles (a) et de la fraction de durée de vie en fatigue (b) pour différentes variations de déformation totale

Pour mieux évaluer les étapes de durcissement et d'adoucissement, l'évolution de la variation de déformation plastique $\Delta\varepsilon_p$ en fonction du nombre de cycles a été tracée dans le graphique présenté en Figure 2-7. Pour une valeur de $\Delta\varepsilon_t$ comprise entre 0,9 et 1,5 %, la déformation plastique commence par décroître avant d'augmenter après quelques dizaines de cycles, ce qui correspond respectivement aux étapes de durcissement et d'adoucissement. Cela met ainsi en évidence la force de ces deux phénomènes.

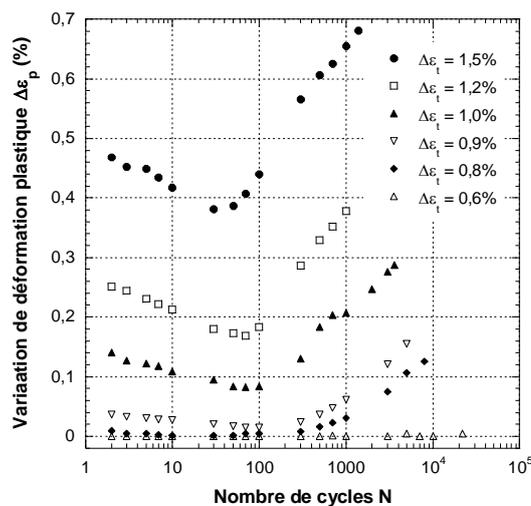


Figure 2-7 : Évolution de la variation de déformation plastique cyclique en fonction du nombre de cycles pour différentes variations de déformation totale

Toutefois, pour l'essai réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$, l'alliage ne présente aucun signe de plasticité macroscopique, les boucles d'hystérésis étant strictement linéaires.

Pour terminer la description de l'accommodation cyclique, les courbes d'érouissage ont été tracées en [Figure 2-8](#). Cependant, en l'absence d'un état stabilisé, il a été décidé de mesurer la contrainte et la déformation sur les boucles d'hystérésis correspondant au pic de durcissement et à la fin de l'adoucissement (juste avant l'étape de propagation des fissures, soit à 90 % de la durée de vie en fatigue). Il apparaît ainsi clairement que l'impact de l'adoucissement est bien plus important que celui du durcissement initial.

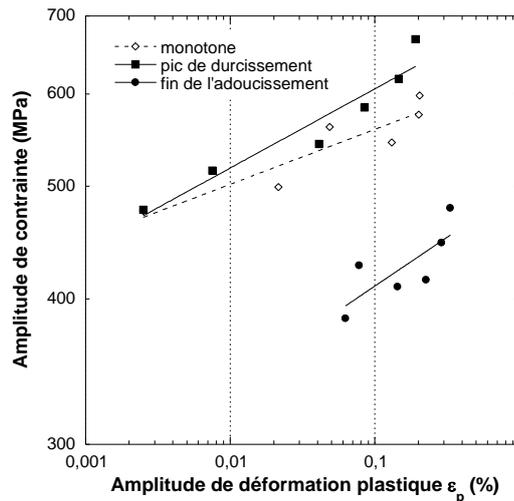


Figure 2-8 : Courbes d'érouissage monotone et cyclique pour l'alliage NS5 testé à température ambiante

2.2.2.2. Influence de la taille de grains

Au sein du lot d'éprouvettes reçues pour cette étude, certaines présentaient une taille de grains comprise entre 50 et 100 μm , soit une dimension plus importante que celle décrite dans le paragraphe 2.1.2.1. De ce fait, l'influence de la taille de grains sur les propriétés en sollicitations cyclique a pu être mise en évidence. Les résultats, dont un exemple est tracé sur le graphique de la [Figure 2-9](#), prouvent que la taille de grains n'a pas d'impact sur la durée de vie des éprouvettes mais influe toutefois sur l'amplitude de contrainte subie par l'éprouvette à déformation imposée.

Comme attendu d'après la loi de Hall-Petch ([Équation 8](#), où σ_c désigne la contrainte critique, d est la taille des cristallites et σ_0 et k sont des constantes), pour une déformation donnée, la contrainte atteinte augmente lorsque la taille des grains diminue. Ainsi, l'ensemble des résultats (petits et gros grains) a été utilisé pour les diagrammes de résistance à la fatigue présentés dans le paragraphe 2.2.3.

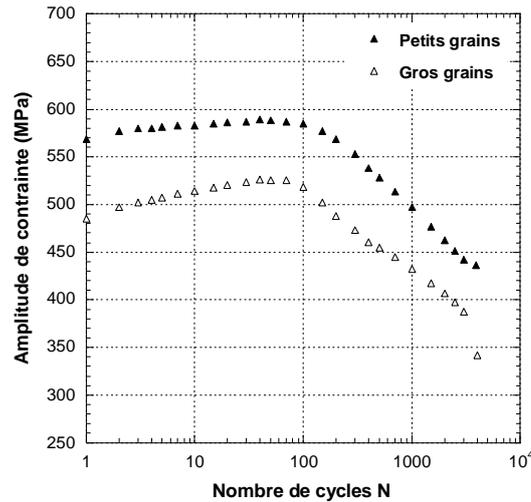


Figure 2-9 : Influence de la taille de grains de l'éprouvette sur l'accommodation cyclique de l'alliage NS5 pour un essai réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$

Équation 8 : Loi de Hall-Petch

$$\sigma_c = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

2.2.3. Résistance à la fatigue

Pour continuer la caractérisation de la résistance à la fatigue de l'alliage NS5, les différents critères présentés dans le paragraphe 1.2.2.4 ont été appliqués aux données récoltées durant les essais de fatigue oligocyclique. Toutefois, comme indiqué précédemment, l'alliage ne présente pas de réel état stabilisé. De ce fait, pour s'en approcher le plus possible, les données récoltées pour les critères de résistance à la fatigue ont été mesurées à partir des boucles d'hystérésis enregistrées à 80 % de la durée de vie des éprouvettes. Ainsi, les diagrammes présentés en Figure 2-10 ont été tracés, accompagnés des différentes courbes de tendances associées aux lois dont les équations sont décrites au paragraphe 1.2.2.4. Les coefficients et exposants respectifs ont également été regroupés au sein du Tableau 2-3.

Il apparaît ainsi que pour la relation de Manson-Coffin (Équation 3) et le critère énergie (Équation 7), deux régimes distincts ($\Delta\varepsilon_t \leq 1\%$ ou $\Delta\varepsilon_t > 1\%$) doivent être pris en compte pour représenter au mieux le comportement du matériau. Le lien entre ces deux régimes et la microstructure sera expliqué au chapitre 4.

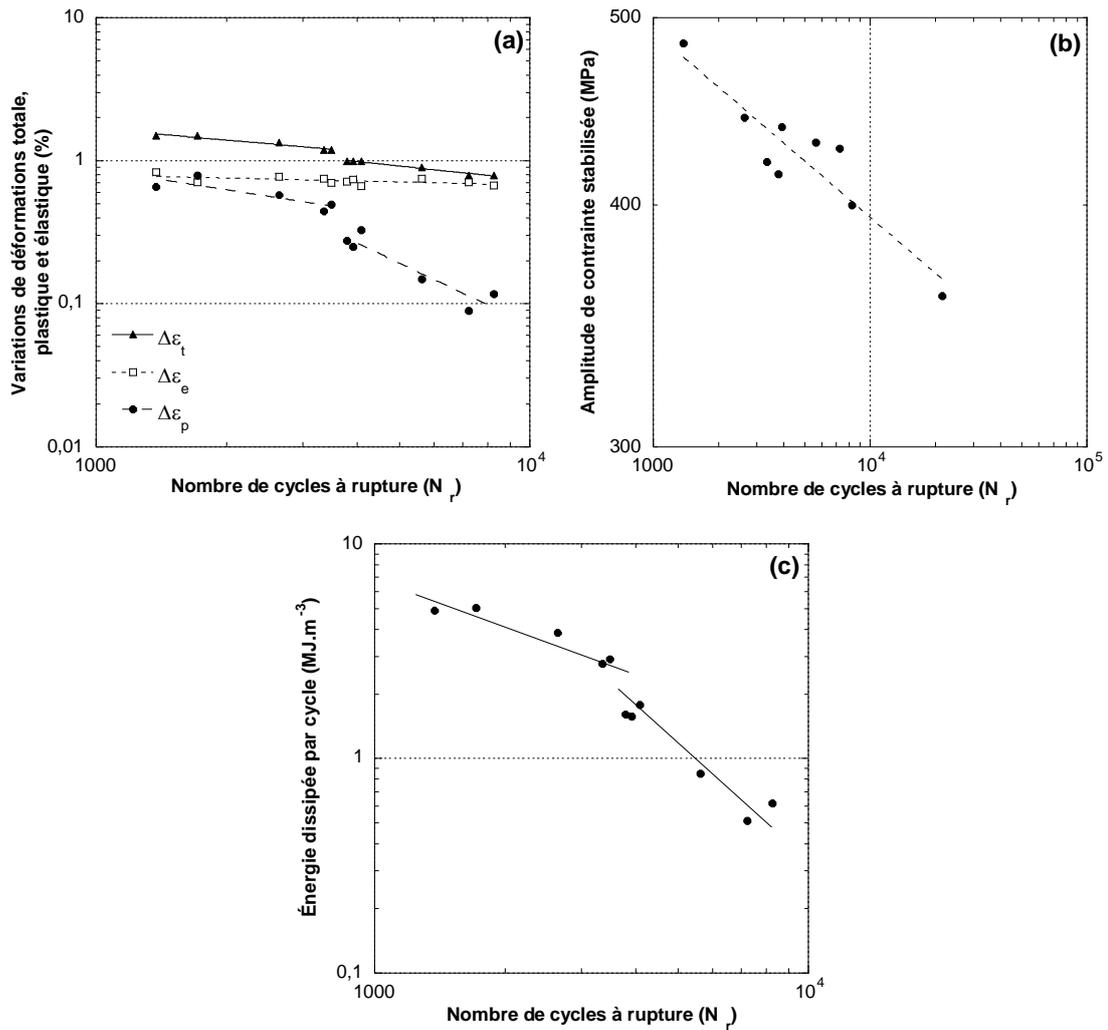


Figure 2-10 : Diagrammes de résistance à la fatigue de l'alliage NS5
 (a) Manson-Coffin / (b) Pseudo-Wöhler / (c) Critère énergie

Tableau 2-3 : Coefficients et exposants de résistance à la fatigue de l'alliage NS5

	Manson-Coffin		Basquin		Pseudo-Wöhler		Golos and Ellyn	
$\Delta\varepsilon_t$ (%)	K_p (%)	C_p	K_e (%)	C_e	K_{PW} (MPa)	C_{PW}	K_{WP} (GJ.m^{-3})	C_{WP}
≤ 1	41700	-1,44	1,30	-0,070	958	-0,096	545	-1,54
≥ 1.2	23,1	-0,474					0,569	-0,646

2.2.4. Amorçage des fissures

Pour clore la description du comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage NS5, l'impact de la sollicitation cyclique sur la surface a été étudié à l'aide du microscope à balayage. Pour l'illustrer, les marques de glissement générées à la surface de la zone utile après rupture pour des essais réalisés à $\Delta\varepsilon_t = 0,8\%$ et $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ sont présentées en

Figure 2-11. Il apparaît que la densité des extrusions à la surface de l'éprouvette augmente avec le niveau de déformation totale appliqué. En comparaison avec le cuivre pur polycristallin [J.-B. Vogt, 2013], elles semblent plus fines et plus rectilignes et ont un aspect proche de celles produites dans d'autres alliages à durcissement structural par précipitation [C. Calabrese, 1974; R.E. Stoltz, 1978]. Ces informations suggèrent que le glissement planaire est favorisé au détriment du glissement dévié. De plus, des marques de glissement secondaire sont visibles aux plus hauts niveaux de déformation imposés.

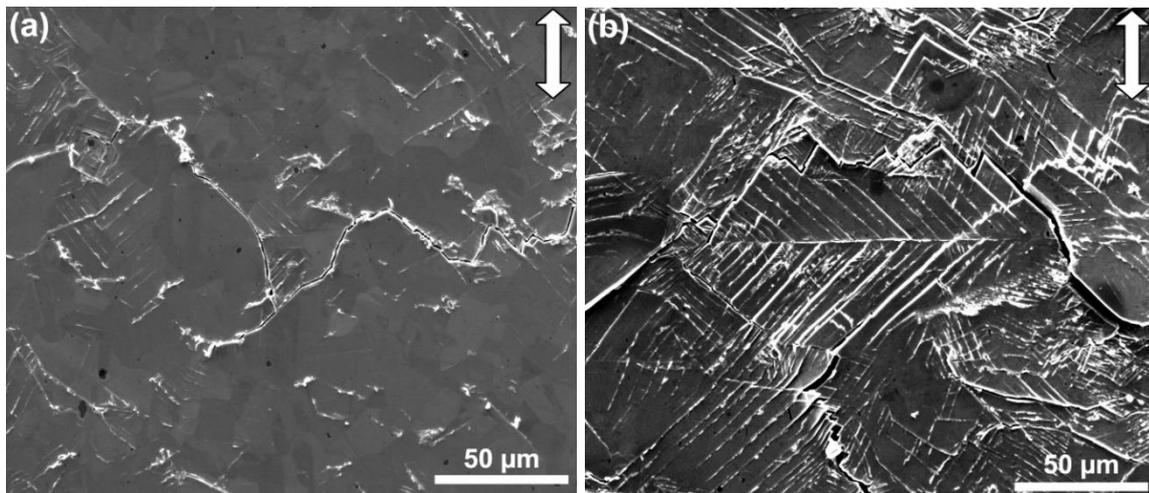


Figure 2-11 : Micrographies MEB de la surface d'éprouvettes en alliage NS5 rompues à $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$ (a) et à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ (b). La double flèche indique l'axe de chargement.

L'impact du nombre de cycles sur les marques de glissement a été analysé à l'aide d'un essai à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ interrompu à différents moments clés de la vie en fatigue de l'éprouvette. Les observations MEB correspondantes ont été regroupées au sein de la **Figure 2-12**. Durant l'étape de durcissement, le glissement se développe selon un unique système dans quelques grains alors que les autres semblent moins actifs, voire même inactifs. La **Figure 2-12 (a)** montre ainsi que les marques de glissement présentes dans les grains activés après 25 cycles sont composées de bandes de glissement rectilignes créant une faible topographie. Parmi celles visibles, certaines apparaissent plus développées que les autres. Après 50 cycles (**Figure 2-12 (b)**), interruption correspondant à la transition entre les étapes de durcissement et d'adoucissement, le motif généré par les marques de glissement est similaire à celui après 25 cycles. Toutefois, la topographie apparaît plus prononcée et du glissement secondaire commence à apparaître dans certains grains. Enfin, l'accumulation des cycles engendre une augmentation de la densité et de la hauteur des bandes de glissement, et ce jusqu'à la rupture de l'éprouvette. L'amorçage des fissures a ainsi lieu au niveau de la topographie générée par les bandes de glissement, et leur propagation est principalement transgranulaire et occasionnellement intergranulaire. Ce mode de fissuration est comparable à celui observé dans les laitons α [C. Wejdemann, 2004; A. Sugeta, 2006].

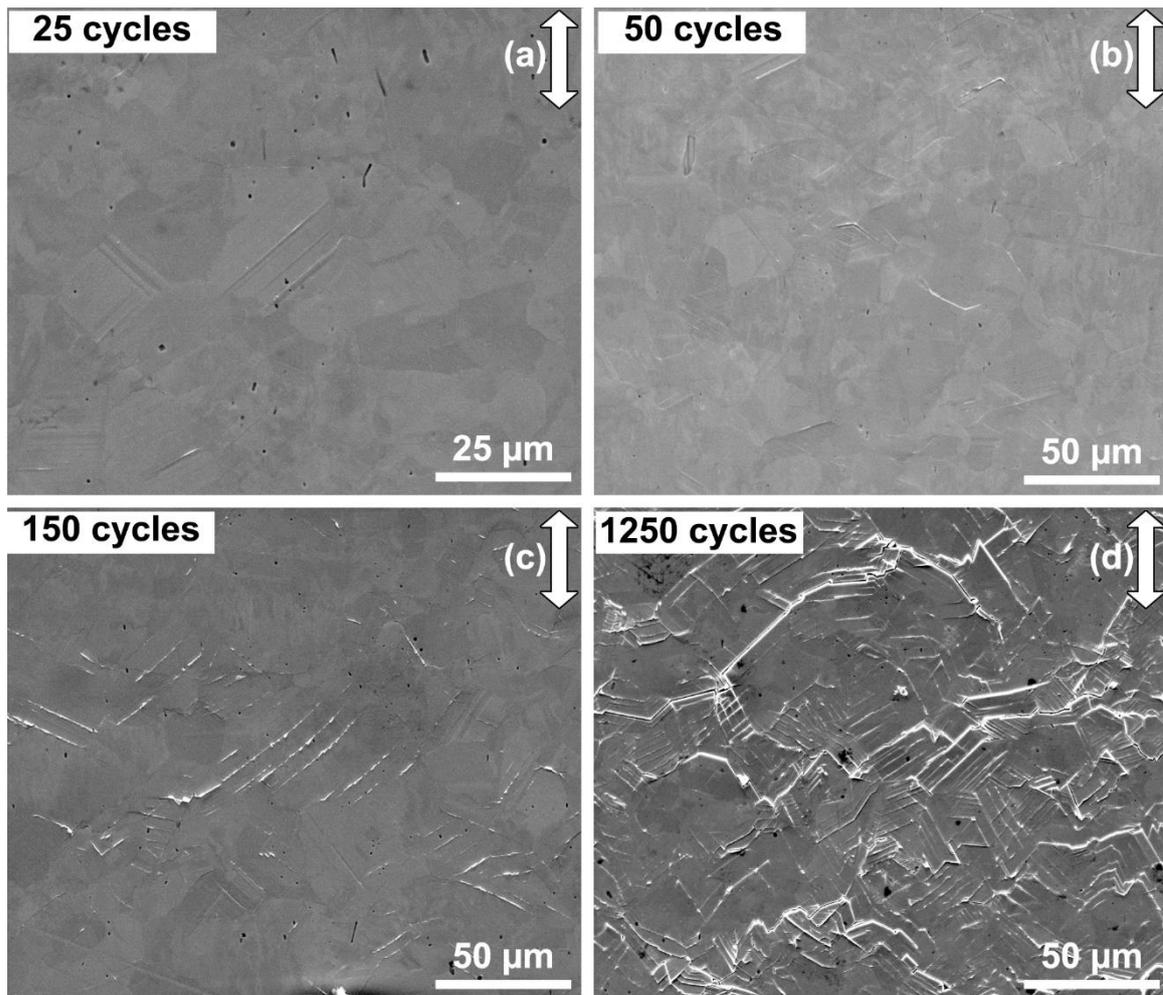


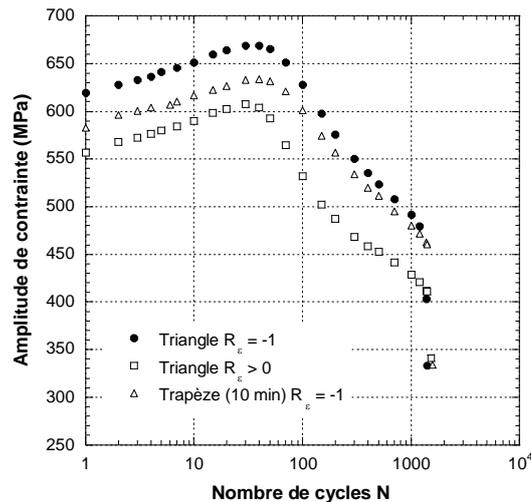
Figure 2-12 : Micrographies MEB présentant l'évolution de la surface d'une éprouvette en fonction du nombre de cycles pour un essai réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$. La double flèche indique l'axe de chargement.

Enfin, il est à noter qu'il n'a pas été possible de commenter convenablement les faciès de rupture des éprouvettes. En effet, comme indiqué dans la littérature, l'important matage des surfaces rompues rend leur exploitation très difficile [Z. Sun, 2008].

2.2.5. Influence du signal de déformation

Pour compléter les essais principaux dont le protocole est décrit au paragraphe 2.2.1, deux types d'essais complémentaires ont été mis en place. D'une part, en gardant un signal de déformation triangulaire, le rapport de déformation a été changé pour le rendre strictement positif ($R_\varepsilon > 0$). D'autre part, pour étudier l'influence d'un temps de maintien en traction, d'autres essais ont été réalisés, où la déformation est contrôlée à l'aide d'un signal trapézoïdal dont le plateau supérieur dure jusqu'à 10 minutes. Dans les deux cas, tous les autres paramètres restent constants.

La revue des résultats d'accommodation cyclique et de microscopie à balayage démontre que les changements apportés au signal de déformation n'ont aucun impact, ni sur la durée de vie, ni sur les critères de résistance à la fatigue, ni sur l'aspect de la surface des éprouvettes. La [Figure 2-13](#) permet par exemple d'illustrer le premier point, la légère différence d'amplitude de contrainte étant uniquement imputable à la variation de la taille de grains entre les différentes éprouvettes utilisées. Il peut donc être conclu que le mode d'endommagement est identique à celui présenté dans les paragraphes précédents pour les différents types de déformation proposés.



[Figure 2-13](#) : Influence du signal de déformation sur l'accommodation cyclique d'essais réalisés à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$

2.3. Influence du procédé de fabrication de l'alliage CuNi2Si

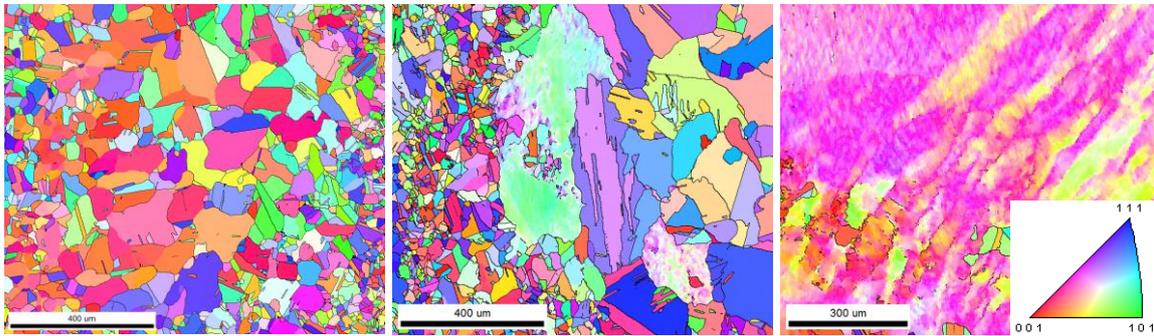
2.3.1. Description des changements et microstructure résultante

Dans un but de réduction du coût des pièces en alliage CuNi2Si, il a été envisagé de réduire le nombre d'étapes du procédé de fabrication. Satisfaisant toujours les compositions normées présentées dans le [Tableau 2-1](#) (mais avec une quantité de nickel et de silicium légèrement inférieure à celle de l'alliage NS5), l'alliage est ici coulé dans une dimension plus faible. Il est ainsi possible de réduire le nombre d'étapes de transformation à chaud requises pour atteindre le produit fini, à savoir ici les éprouvettes de fatigue. Enfin, le traitement thermique de durcissement structural est similaire, pour essayer d'obtenir une précipitation équivalente à celle du NS5. Ce nouvel alliage sera nommé NS5NP dans la suite du manuscrit (par analogie au NS5, NP signifiant Nouveau Procédé).

La différence de traitement thermomécanique laisse supposer une variation à l'échelle microstructurale. Celle-ci s'est confirmée à la vue des cartographies d'orientations cristallines issues des scans EBSD réalisés sur une coupe longitudinale d'une éprouvette non déformée en alliage NS5NP. Tout d'abord, comme le montre la cartographie de gauche

en [Figure 2-14](#), les grains peuvent être classés en deux familles, l'une de petite taille (5 à 30 μm de diamètre) et l'autre de grande dimension (80 à 200 μm de diamètre). Mais plus généralement, il peut être déduit de la [Figure 2-14](#) que le nouveau procédé de fabrication ne permet pas d'obtenir la même recristallisation que sur le NS5. En effet, outre la taille de grains différente, certaines parties de l'alliage présentent des zones partiellement voire même non recristallisées (respectivement au centre et à droite de la [Figure 2-14](#)). Ces zones se caractérisent par une forte variation locale de l'orientation cristallographique.

L'ensemble de ces données (compositions chimiques légèrement différentes, mais surtout la variation au niveau de la microstructure) permet d'anticiper un changement du comportement de l'alliage CuNi2Si sous chargement cyclique en fonction de son procédé de fabrication. Ceci se vérifie par les résultats présentés dans les paragraphes suivants.



[Figure 2-14](#) : Cartographies IPF selon l'axe normal à une coupe longitudinale d'une éprouvette en alliage NS5NP montrant (respectivement de gauche à droite) des zones totalement, partiellement et non recristallisées

2.3.2. Accommodation cyclique

Les essais de fatigue mis en place sur l'alliage NS5NP suivent exactement le même protocole que ceux du NS5, décrits au paragraphe 2.2.1. Toutefois, un seul essai a été réalisé pour une variation de déformation totale de 1,5 %. En effet, l'alliage présentant de moins bonnes propriétés mécaniques (en atteste la [Figure 2-15](#)), l'éprouvette testée à ce niveau présentait un flambage de sa zone utile. Cet essai ne fait donc pas partie des résultats présentés et n'a pas été répété.

En comparant la [Figure 2-6](#) avec la [Figure 2-15](#), il apparaît que le changement de procédé de fabrication ne change pas l'accommodation cyclique de l'alliage CuNi2Si. Il est ici toujours composé d'un durcissement initial, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette. La durée de ces phases est également similaire. En revanche, le plus remarquable concerne la grande différence de performances entre les alliages NS5 et NS5NP. En effet, à niveau de déformation totale identique, l'amplitude de contrainte et la durée de vie du second sont toutes deux plus faibles que celles du premier.

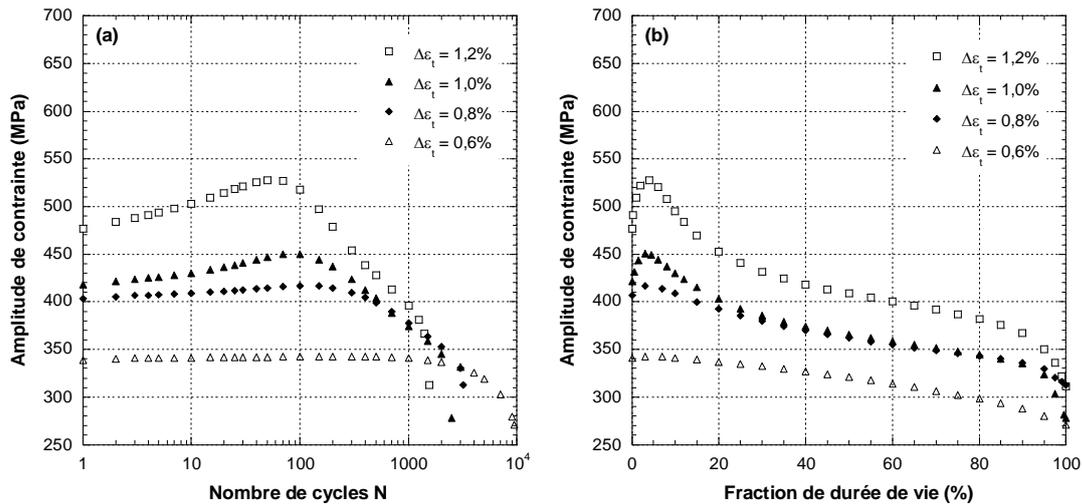


Figure 2-15 : Évolution de l'amplitude de contrainte cyclique de l'alliage NS5NP en fonction du nombre de cycles (a) et de la fraction de durée de vie en fatigue (b) pour différentes variations de déformation totale

Le constat est identique en s'intéressant à l'évolution de la déformation plastique au cours du chargement cyclique, comme représentée en Figure 2-16. Ainsi, en comparant des durées de vie similaires (comme $\Delta\epsilon_t = 1,5\%$ pour le NS5 et $\Delta\epsilon_t = 1,2\%$ pour le NS5NP), l'alliage NS5NP présente un niveau de déformation plastique plus faible à chaque cycle, impliquant nécessairement un niveau de plasticité cumulée réduit au cours de la durée de l'éprouvette.

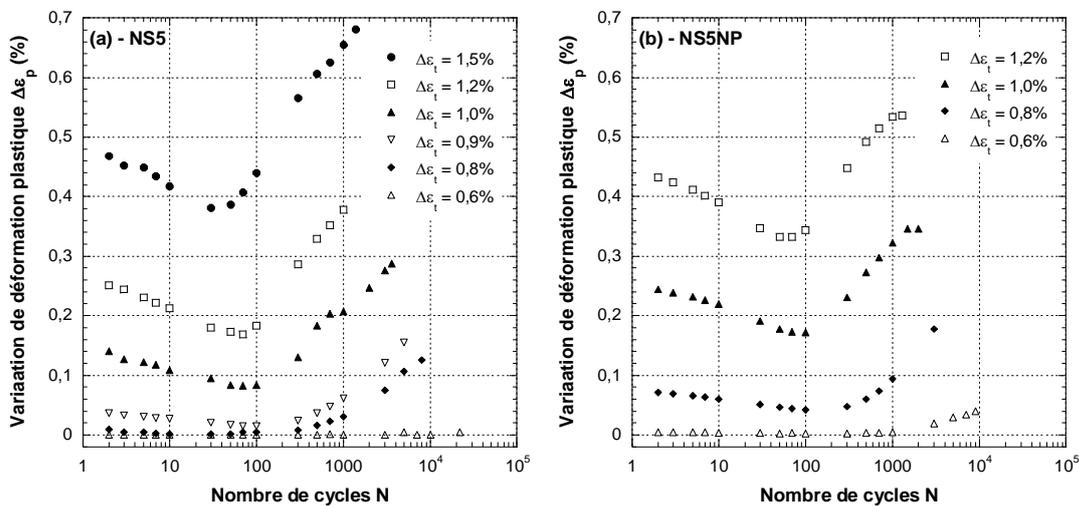
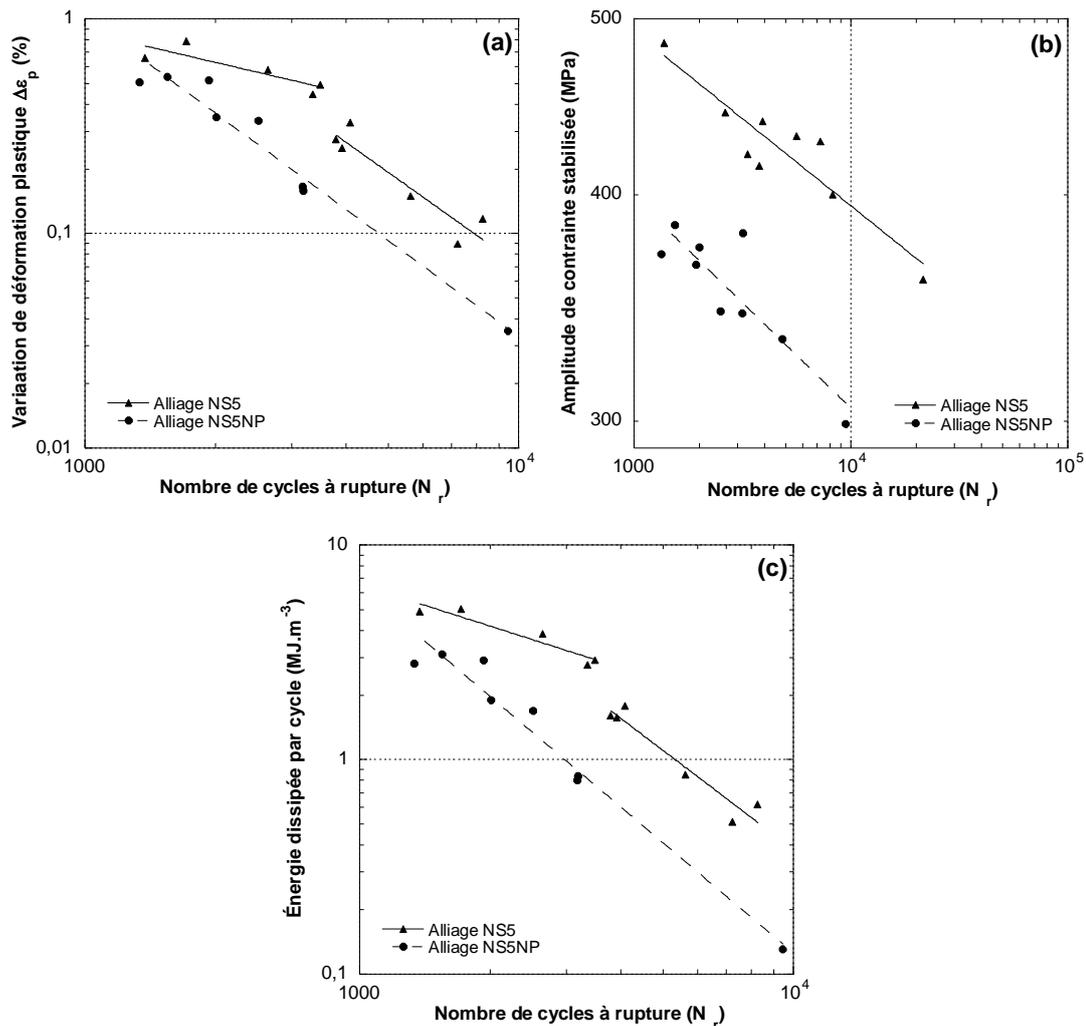


Figure 2-16 : Évolution de la déformation plastique cyclique des alliages NS5 (a) et NS5NP (b) en fonction du nombre de cycles pour différentes variations de déformation totale

Le constat de baisse des performances en fatigue due au changement de procédé de fabrication se confirme à la lecture des différents diagrammes de résistance à la fatigue présentés dans le paragraphe suivant.

2.3.3. Résistance à la fatigue

Pour comprendre l'influence du nouveau procédé de fabrication sur les performances en fatigue de l'alliage CuNi2Si, les diagrammes de résistance à la fatigue des alliages NS5 et NS5NP ont été regroupés en [Figure 2-17](#). Quel que soit le critère choisi, la courbe du second se situe sous celle du premier, ce qui signifie que la modification du procédé de fabrication entraîne à la fois une chute de l'amplitude de contrainte et de la plasticité du Cu-Ni-Si étudié. Les coefficients et exposants correspondants pour le NS5NP ont quant à eux été rassemblés au sein du [Tableau 2-4](#).



[Figure 2-17](#) : Comparaison de la résistance à la fatigue des alliages NS5 et NS5NP à l'aide des diagrammes de Manson-Coffin (a), Pseudo-Wöhler (b) et du critère énergie (c)

[Tableau 2-4](#) : Coefficients et exposants de résistance à la fatigue de l'alliage NS5NP

Manson-Coffin		Basquin		Pseudo-Wöhler		Golos and Ellyn	
K_p (%)	C_p	K_e (%)	C_e	K_{PW} (MPa)	C_{PW}	K_{WP} (GJ.m^{-3})	C_{WP}
30800	-1,5	1,4	-0,10	892	-0,12	892	-1,7

2.3.4. Amorçage des fissures

Pour conclure sur l'influence du procédé de fabrication de l'alliage CuNi2Si, les surfaces des éprouvettes rompues en nuance NS5NP ont été observées. Comme le prouvent les deux exemples présentés en [Figure 2-18](#), l'aspect des bandes de glissement en surface est similaire à celui de l'alliage NS5 (cf. [Figure 2-11](#)). De plus, l'augmentation de la variation de déformation totale a un impact identique sur le NS5NP, à savoir une augmentation de la densité de bandes de glissement en surface. Il semble donc que l'amorçage des fissures au sein de l'alliage NS5NP soit identique à celui présenté au paragraphe 2.2.4 pour le NS5.

En revanche, quel que soit le niveau de déformation imposé aux éprouvettes en alliage NS5NP, certaines zones apparaissent dénuées totalement ou partiellement de bandes de glissement. Il peut donc être supposé que la contribution de ces zones à la déformation plastique est différente. En faisant le parallèle avec la microstructure présentée en [Figure 2-14](#), les zones ne présentant pas de bandes de glissement correspondent vraisemblablement aux grains non recristallisés. Cette hypothèse sera vérifiée dans la suite du manuscrit.

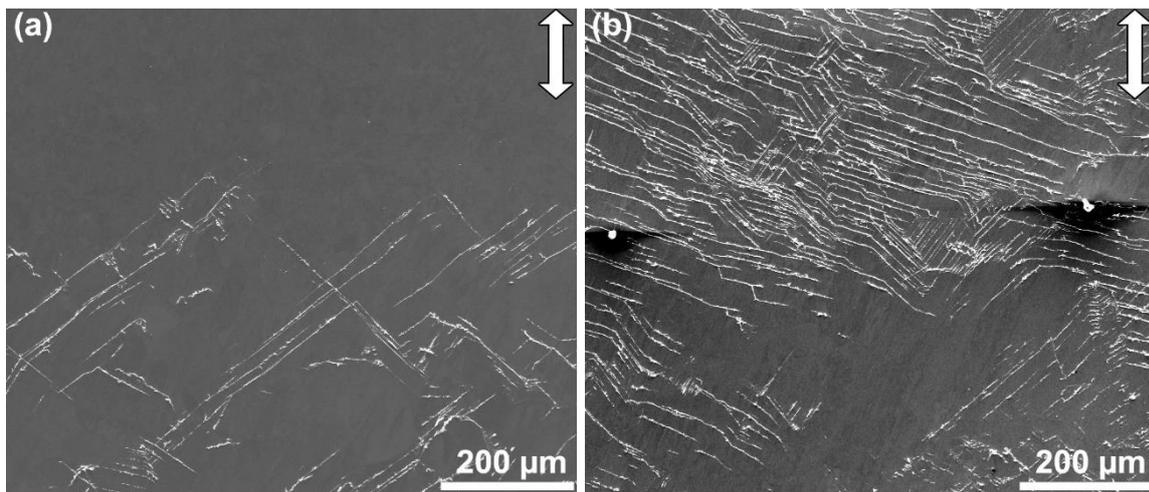


Figure 2-18 : Micrographies MEB de la surface d'éprouvettes en alliage NS5NP rompues à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ (a) et à $\Delta\varepsilon_t = 1,2 \%$ (b). La double flèche indique l'axe de chargement.

2.3.5. Conclusions

À la vue des résultats d'accommodation cyclique et des diagrammes de résistance à la fatigue, il est clair que le nouveau procédé de fabrication de l'alliage CuNi2Si n'améliore pas les performances en fatigue oligocyclique. D'un point de vue pratique, en fonctionnement, l'alliage NS5NP sera ainsi plus vulnérable aux surcharges.

Cette différence peut être attribuée à la différence nette de microstructure, l'analyse de la surface des éprouvettes rompues par fatigue constituant un premier indice. Ainsi, le changement de procédé de fabrication ne présentant pas d'avantage au niveau des performances mécaniques, l'analyse des mécanismes d'endommagement ne sera pas

détaillée comme pour l'alliage NS5. Néanmoins, une étude rapide en EBSD, présentée en Annexe 4 : Influence du procédé de fabrication sur les mécanismes de plasticité cyclique, permet de confirmer l'influence de la microstructure initiale sur les propriétés en fatigue.

2.4. Conclusions

L'alliage NS5, dont le durcissement structural est lié à la présence de précipités δ -Ni₂Si, présente sous chargement cyclique un durcissement au cours des premières dizaines de cycles, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à la rupture des éprouvettes. Les différents essais mis en place ont permis de caractériser la résistance à la fatigue de cet alliage à l'aide des différents critères de fatigue. Le critère de Manson-Coffin et le critère énergétique permettent de mettre en avant une variabilité de la réponse de l'alliage en fonction du niveau de déformation imposé, pouvant se matérialiser par deux régimes sur les diagrammes correspondants.

De plus, l'influence de la taille de grains et du procédé de fabrication a également été évaluée. Dans le premier cas, la durée de vie n'est pas affectée, à la différence de l'amplitude de contrainte qui diminue lorsque la taille de grain augmente. Dans le second cas, le nouveau procédé de fabrication n'améliore pas la résistance à la fatigue, probablement suite à une différence importante de la microstructure.

Dans les conditions d'usage des griffes de jonction, ces dernières sont soumises aux effets d'environnement en plus des sollicitations mécaniques, notamment aux niveaux des littoraux où les pièces sont soumises à un environnement marin. De ce fait, la prolongation de la caractérisation de l'alliage NS5 passe par l'étude de sa résistance à la corrosion aqueuse et à la fatigue-corrosion.

Chapitre 3 :

Corrosion et fatigue-corrosion d'un alliage CuNi2Si

- 1. Corrosion aqueuse**
- 2. Fatigue-corrosion**
- 3. Conclusions du chapitre**

3. Corrosion et fatigue-corrosion d'un alliage CuNi2Si

Comme évoqué au sein de l'introduction générale de ce manuscrit, la pièce en alliage CuNi2Si employée pour la maintenance des systèmes caténaux est bien évidemment soumise aux effets d'environnement, notamment si la voie de chemin de fer se situe sur le littoral. C'est pourquoi une étude du comportement en fatigue-corrosion est nécessaire, ce qui passe au préalable par une caractérisation du comportement de l'alliage en corrosion aqueuse en milieu salin.

3.1. Corrosion aqueuse de l'alliage NS5

3.1.1. Protocole des essais

Usuellement, la caractérisation de la corrosion aqueuse d'un alliage métallique s'effectue à l'aide d'une solution de chlorure de sodium à 30 g.L⁻¹, soit une salinité proche en moyenne de celle de l'eau de mer. Toutefois, dans le cadre du projet, la norme de validation des pièces de maintenance des systèmes caténaux impose un passage au brouillard salin où la solution de NaCl est concentrée à hauteur de 50 g.L⁻¹. C'est pourquoi ce taux de salinité a été retenu lors de la caractérisation de la corrosion aqueuse de l'alliage CuNi2Si. C'est plus exactement l'alliage NS5, déjà présenté au sein du paragraphe 2.1, dont ce chapitre fera l'objet. Tous les essais ont de plus été réalisés à température ambiante.

Un montage à trois électrodes, schématisé en [Figure 3-1](#), a été utilisé pour cette étude. L'alliage de cuivre joue le rôle d'électrode de travail, un disque de 1 cm² de surface étant en contact avec la solution. L'électrode de référence Ag/AgCl saturée en KCl (appelée par la suite EAG), au potentiel constant et connu, est séparée du milieu corrosif par un pont salin. Enfin, une électrode de platine a été choisie pour jouer le rôle de contre-électrode. Le potentiostat-galvanostat (modèle Ametek Parstat 4000) permet de faire varier le potentiel appliqué à l'électrode de travail, tout en mesurant l'intensité électrique du montage et la différence de potentiel entre l'échantillon et l'électrode de référence. Quatre types d'essais, répétés au moins trois fois pour s'assurer de la reproductibilité des résultats, ont été mis en place :

- les essais à potentiel libre, *i.e.* à courant nul pour observer l'évolution « naturelle » du potentiel de l'échantillon au cours du temps,
- les essais potentiodynamiques, où un balayage en potentiel de l'électrode de travail est imposé tout en mesurant l'intensité résultante afin de tracer une courbe intensité-potentiel,
- les essais potentiostatiques, où une tension, judicieusement choisie pour maximiser les phénomènes de corrosion, est appliquée entre l'échantillon et la contre-électrode afin de relever l'évolution du courant de corrosion au cours du temps,

- les essais de spectroscopie d'impédance électrochimique, au cours desquels varie la fréquence d'une tension sinusoïdale de faible amplitude autour du potentiel libre de l'échantillon. Le but de ces essais est de représenter le système électrochimique sous forme d'un circuit électrique équivalent afin de schématiser les phénomènes ayant lieu à l'interface entre le milieu corrosif et le matériau étudié.

Enfin, pour s'affranchir des problématiques d'état de surface, tous les échantillons ont été au préalable graduellement polis à l'aide de carbure de silicium, puis de particules diamantées d'une granulométrie atteignant 1 μm à la dernière étape de polissage.

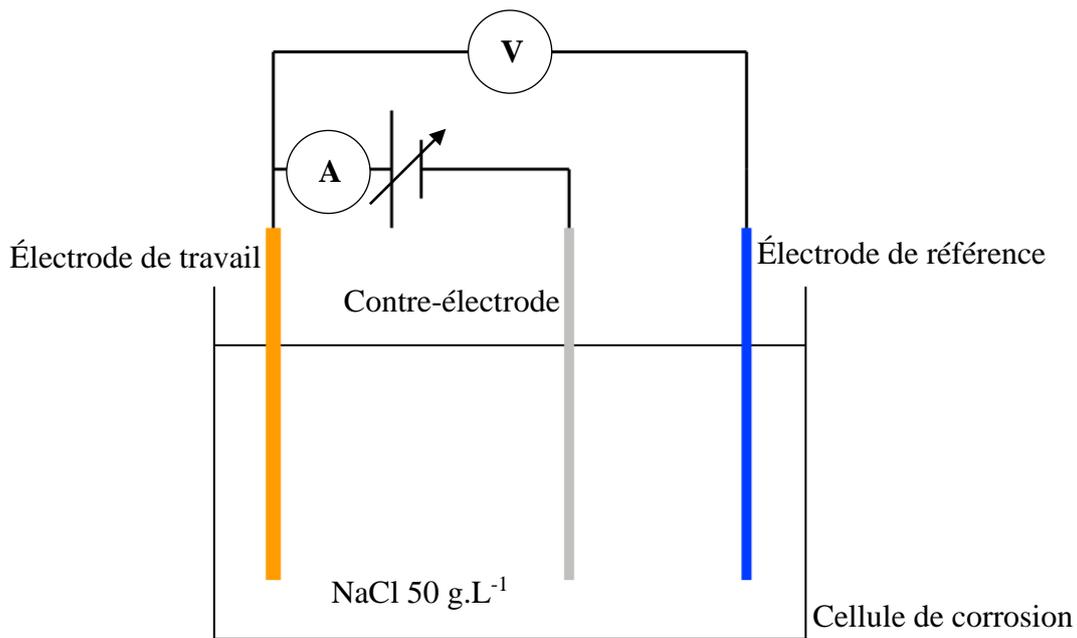


Figure 3-1 : Schéma du montage des essais de corrosion

3.1.2. Comportement à potentiel libre

Comme expliqué dans le paragraphe précédent, le but des essais dits à potentiel libre est d'étudier l'impact du milieu corrosif sur l'évolution du potentiel de l'alliage au cours du temps. Aucune différence de potentiel n'est donc appliquée entre l'électrode de travail et la contre-électrode. Les résultats d'une sélection de trois expériences d'une durée d'une heure ont été regroupés au sein de la [Figure 3-2](#).

Deux tendances importantes peuvent être tirées de la lecture du graphique. D'une part, il apparaît que le potentiel libre de l'alliage NS5 décroît tout au long de son immersion dans le milieu corrosif. Ce comportement peut être relié à une dégradation continue de la surface au cours de l'heure passée dans la cellule de corrosion, ce qui sera vérifié par l'étude micrographique au paragraphe 3.1.4. D'autre part, même si le potentiel en début d'immersion est différent (par exemple pour les essais 1 et 3), le potentiel tend au final vers

une même valeur. Pour l'ensemble des essais réalisés, le potentiel libre de l'alliage NS5 au bout d'une heure est égal à -169 ± 3 mV par rapport à l'EAG.

Enfin, à la vue de ces résultats, il a été décidé d'effectuer au préalable une immersion d'une heure des échantillons, à potentiel libre, pour tous les autres essais menés. Ceci permet de lisser les différences d'état initial de la surface des différents échantillons (effets de la préparation et/ou de la microstructure) et ainsi de débiter les autres essais à partir d'un même potentiel (appelé dans la suite du manuscrit potentiel libre de l'échantillon).

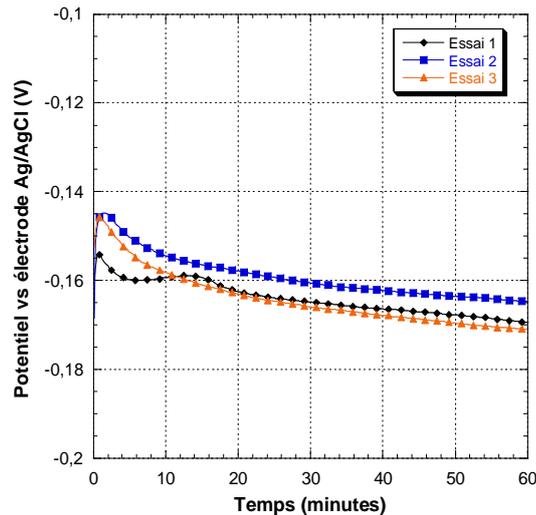


Figure 3-2 : Évolution au cours du temps du potentiel libre en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹ de trois échantillons en alliage NS5

3.1.3. Comportement à potentiel imposé

Pour continuer la caractérisation de la résistance à la corrosion de l'alliage NS5, les courbes intensité-potentiel présentées en Figure 3-3 ont été obtenues à l'aide d'un essai dit potentiodynamique, inspiré de la norme ASTM G5 [ASTM International, 2004] et qui s'établit selon la séquence suivante :

- une phase de potentiel libre pendant une heure,
- une polarisation anodique à $0,17 \text{ mV.s}^{-1}$ à partir de la valeur du potentiel libre et jusqu'à ce que le courant atteigne une densité de courant égale à 2 mA.cm^{-2} (limite de courant choisie à l'aide d'un essai préliminaire afin de ne pas trop dégrader la surface avant l'étape suivante),
- un balayage retour à la même vitesse jusqu'à une densité de courant de $2 \text{ }\mu\text{A.cm}^{-2}$.

Un premier constat permet de vérifier la bonne reproductibilité de l'essai potentiodynamique, ce qui permet de conclure sur la constance de la réaction de l'alliage NS5 à la polarisation anodique. La densité de courant maximale est ainsi atteinte à un potentiel de 9 ± 3 mV par rapport à l'EAG.

Un zoom sur le début de l'essai, présenté à droite de la [Figure 3-3](#), permet d'une part d'observer que le courant en début de polarisation est déjà de l'ordre de $10 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, montrant que les réactions anodiques de corrosion sont faibles mais non négligeables. D'autre part, il apparaît que le balayage retour se situe sous le balayage initial. Les réactions de corrosion sont donc plus difficiles suite à la polarisation anodique, ceci étant lié probablement à la formation d'un film résistif à la surface de l'échantillon. Ceci permet également de justifier l'apparition d'un plateau entre -200 et -300 mV (vs. EAG) nécessaire sur le balayage retour pour atteindre les $2 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. Il n'est toutefois pas possible de parler d'un domaine de passivité pour l'alliage NS5.

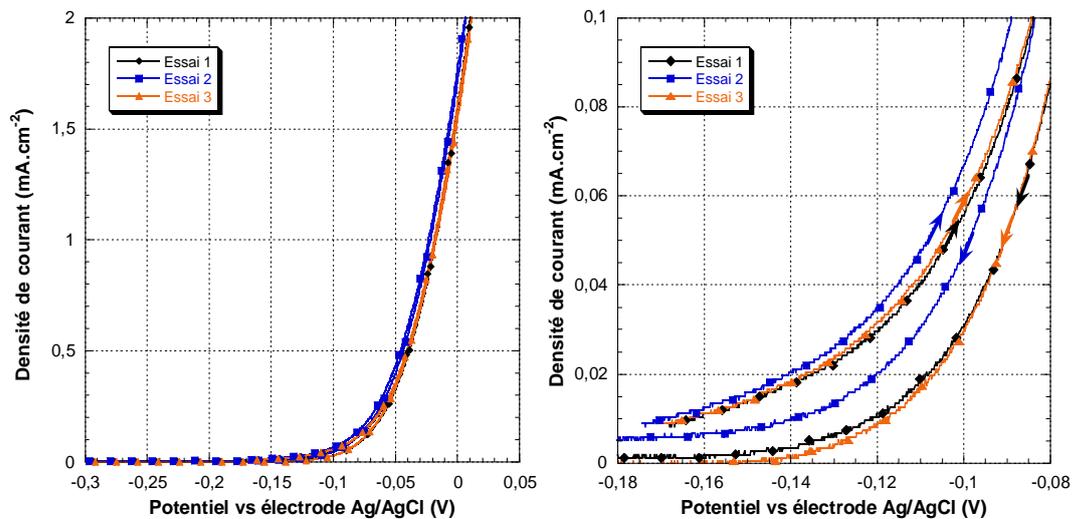


Figure 3-3 : Courbes intensité-potential en milieu NaCl $50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ de trois échantillons en alliage NS5 (totalité des essais à gauche, zoom sur le début des essais à droite)

Enfin, des essais potentiostatiques ont été effectués pour accentuer les phénomènes de corrosion. Après une heure d'immersion de l'échantillon dans la cellule de corrosion, un potentiel de -25 mV par rapport à l'électrode de référence est appliqué pendant une durée de 30 minutes. Ce potentiel a été retenu suite aux essais potentiodynamiques afin d'obtenir une densité de courant de l'ordre de $1 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$. La densité de courant résultante a été représentée au cours du temps en [Figure 3-4](#). Il apparaît que cette dernière est initialement supérieure à celle attendue, décroît ensuite très rapidement pour passer par un minimum au bout d'un peu plus d'une minute, pour finir par se stabiliser autour de $1 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$. Un régime permanent est ainsi atteint après 5 minutes et la densité de courant est égale à $1,02 \pm 0,03 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ au bout des 30 minutes de l'essai. Il peut donc être conclu que l'effet du film résistif se formant suite à une polarisation anodique n'est pas suffisant pour freiner les phénomènes de corrosion lorsqu'un potentiel élevé (+144 mV par rapport au potentiel libre) est appliqué à l'échantillon.

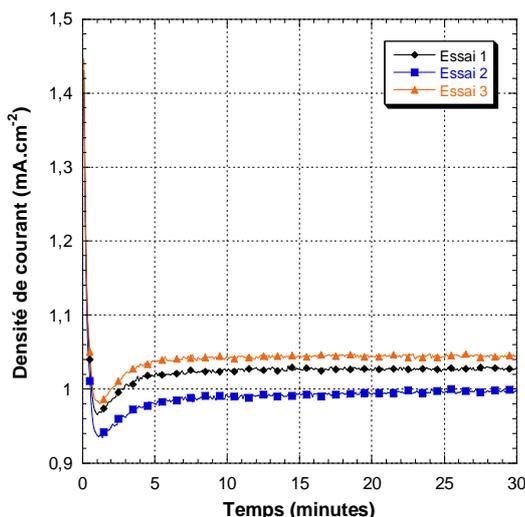


Figure 3-4 : Évolution de l'intensité au cours du temps en milieu NaCl 50 g.L⁻¹ pour un potentiel de -25 mV (vs Ag/AgCl) imposé à trois échantillon en alliage NS5

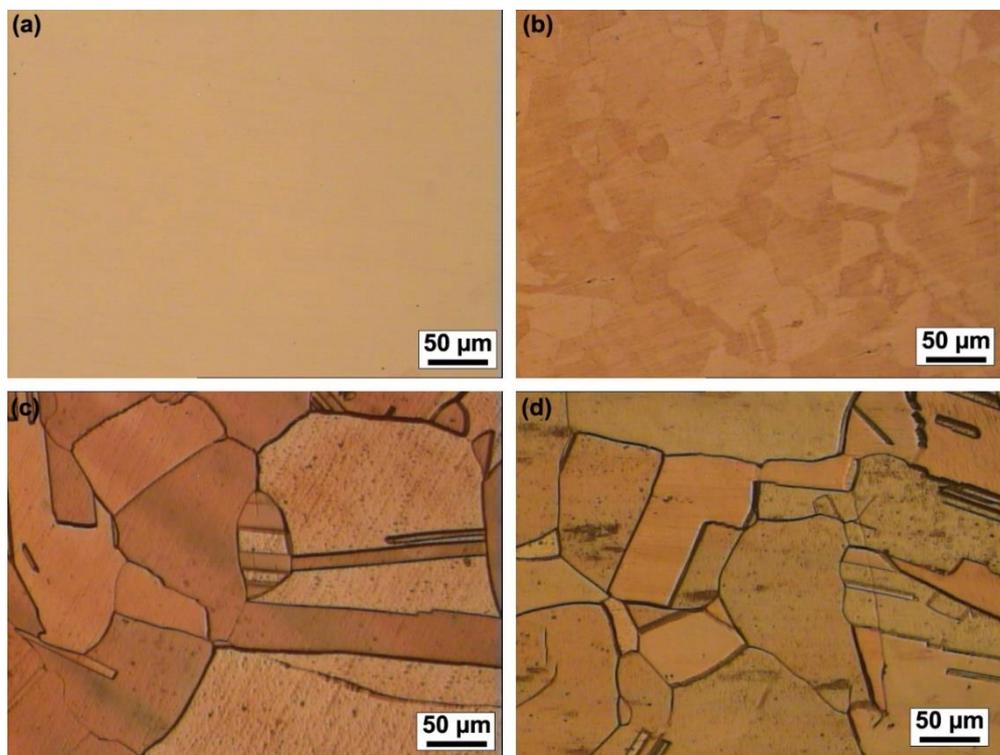
Pour compléter l'étude électrochimique, il est nécessaire de relier ces phénomènes à la microstructure de l'alliage pour comprendre leurs origines. C'est pourquoi les surfaces corrodées ont été observées à l'aide de la microscopie optique et du MEB.

3.1.4. Observations des surfaces corrodées

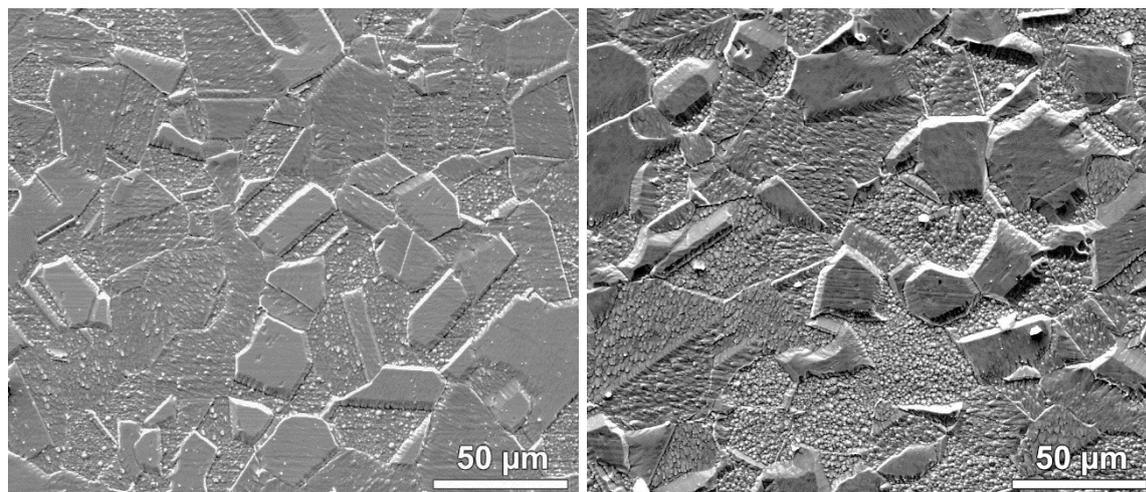
Pour permettre l'identification du mode de corrosion de l'alliage NS5, les surfaces corrodées des éprouvettes ont toutes été observées et certaines ont été retenues pour illustrer les phénomènes en présence. Comme le prouve la micrographie en [Figure 3-5](#) (a), la surface des échantillons est uniforme avant essai (mis à part les fines rayures issues du polissage). Mais après une heure passée à potentiel libre en solution saline, la micrographie en [Figure 3-5](#) (b) permet d'observer que la microstructure de l'alliage se révèle légèrement. Les grains et les macles commencent en effet à se distinguer. Ce cliché ressemble d'ailleurs à celui présenté en [Figure 2-1](#), ce qui tend à démontrer que la solution de NaCl et le réactif d'attaque utilisé auparavant ont le même impact sur la microstructure de l'alliage.

Afin de mieux comprendre le type de corrosion que subit cet alliage, les observations des faciès des éprouvettes utilisées pour les essais potentiodynamiques et surtout potentiostatiques, respectivement présentées en [Figure 3-5](#) (c) et (d), permettent de conclure que l'alliage NS5 est sujet à un phénomène de corrosion localisé aux joints de grains. Pour compléter ces résultats, des observations MEB ont également été effectuées, notamment celles présentées en [Figure 3-6](#). Ces micrographies permettent de révéler que certains grains en surface ont été totalement dissous tandis que d'autres n'ont que leurs joints de grains attaqués. L'effet est d'ailleurs encore plus marqué après l'essai potentiostatique. Il peut ainsi être supposé que la vitesse de corrosion des grains dépend de leur orientation cristallographique.

Pour déterminer la cause de la corrosion localisée aux joints de grains, des cartographies en éléments chimiques au niveau des joints de grains ont été réalisées en STEM-EDS. Un exemple des résultats obtenus est présenté en [Figure 3-7](#). En se concentrant sur la cartographie du nickel, une déplétion de ce dernier est clairement visible au niveau du joint de grains. De plus, des précipités Ni_xSi_y , bien plus gros que les précipités $\delta-Ni_2Si$ responsables du durcissement structural de l'alliage, sont également présents.



[Figure 3-5](#) : Micrographies optiques de la surface d'un alliage NS5 après polissage (a) et après des essais de corrosion en milieu NaCl à 50 g.L^{-1} à potentiel libre, potentiodynamique et potentiostatique (respectivement b, c et d)



[Figure 3-6](#) : Micrographies MEB de la surface d'un alliage NS5 après essais potentiodynamique et potentiostatique en milieu NaCl à 50 g.L^{-1} (respectivement à gauche et à droite)

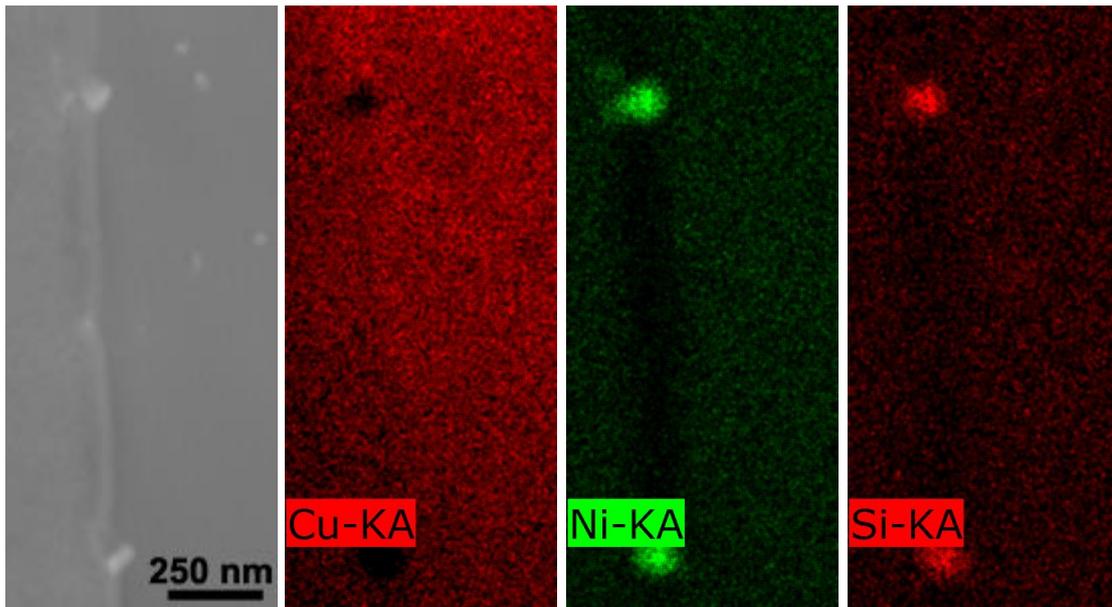


Figure 3-7 : Image en champ clair (gauche) et cartographies en éléments chimiques STEM-EDS d'une zone de l'alliage NS5 présentant un joint de grains

Ainsi, pour l'alliage NS5, il peut être supposé que la corrosion localisée aux joints de grains résulte de cette déplétion, accentuée par la formation de « gros » précipités Ni_xSi_y . En effet, les joints de grains agissant comme des hétérogénéités locales, la germination des précipités est facilitée. De plus, leur taille impose la consommation d'une quantité importante de nickel, augmentant alors la déplétion de ce dernier au niveau du joint de grains. Le nickel étant connu pour son effet protecteur contre la corrosion, les joints de grains ont un potentiel plus bas que celui des grains, créant de ce fait une pile galvanique très locale. Les joints de grains sont plus vulnérables, ce qui localise les phénomènes de corrosion à leur niveau.

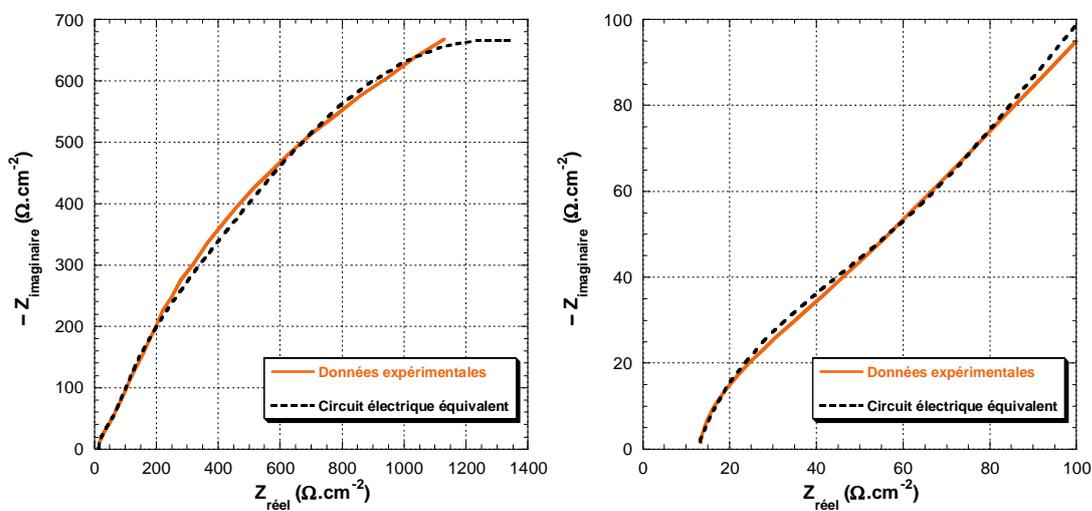
3.1.5. Spectroscopie d'impédance électrochimique

Pour conclure sur le comportement en corrosion aqueuse de l'alliage, la méthode de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) a été utilisée afin de modéliser les réactions électrochimiques à l'interface entre le métal et l'électrolyte. Son principe de fonctionnement est détaillé en Annexe 2 : Présentation de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE). Ainsi, les essais de SEI, dont les résultats ont été analysés à l'aide du logiciel Zview, ont été réalisés en suivant le protocole suivant :

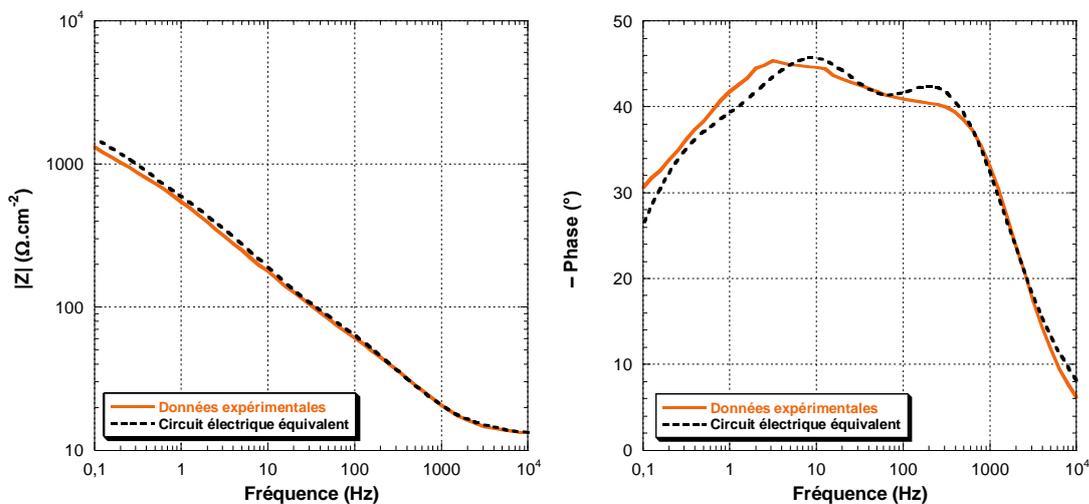
- une phase de potentiel libre pendant une heure,
- mesures de la variation de courant résultant d'une variation sinusoïdale du potentiel d'une amplitude de 10 mV autour du potentiel libre de l'alliage, pour une plage de fréquences allant de 10 kHz à 100 mHz.

Ces conditions expérimentales conduisent à des temps d'essais de l'ordre de cinq minutes, durée courte au regard de l'évolution du potentiel libre après une heure d'immersion.

Les diagrammes de Nyquist et de Bode résultants ont ainsi été représentés respectivement en [Figure 3-8](#) et [Figure 3-9](#). Pour correspondre au mieux aux données expérimentales, le circuit équivalent présenté en [Figure 3-10](#) a été retenu parmi quatre testés (cf. [Figure A2-1](#) en Annexe 2), en s'appuyant sur l'unique publication trouvée très récemment dans la littérature (portant sur le même type d'alliage, testé toutefois en milieu NaCl à 35 g.L⁻¹ [Q. Lei, 2016]). Comme dans cet article, le circuit représenté en [Figure 3-10](#) s'avère être le plus adapté pour décrire au mieux le comportement observé expérimentalement. Il simule la formation d'un film d'oxydes à la surface de l'échantillon et une double couche électrique (EDL pour *Electrical Double Layer*) se situant à l'interface entre la solution et cette couche d'oxydes. Enfin, le détail des éléments électriques choisis pour le circuit équivalent a été regroupé au sein du [Tableau 3-1](#).

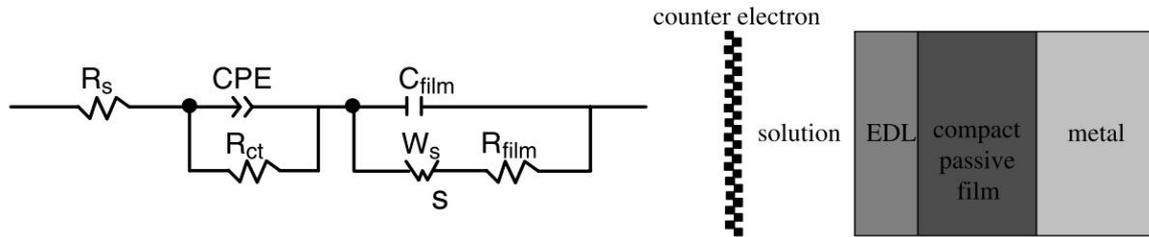


[Figure 3-8](#) : Diagramme de Nyquist (entier à gauche, zoom sur les faibles impédances à droite) des essais de SIE et du circuit électrique équivalent retenu pour l'alliage NS5 en milieu NaCl 50 g.L⁻¹



[Figure 3-9](#) : Diagrammes de Bode (impédance à gauche, phase à droite) des essais de SIE et du circuit électrique équivalent retenu pour l'alliage NS5 en milieu NaCl 50 g.L⁻¹

Sur le circuit équivalent en [Figure 3-10](#), R_s symbolise la résistance de la solution de NaCl. C_{film} et R_{film} représentent respectivement la capacité et la résistance électriques du film d'oxydes, tandis que R_{ct} modélise la résistance au transfert de charges. Pour simuler l'EDL, un CPE (*Constant Phase Element*, correspondant à un condensateur présentant des imperfections) a classiquement été utilisé. Enfin, à la vue de l'allure du diagramme expérimental de Nyquist (la courbe tend en effet vers un domaine de fortes impédances réelles et imaginaires), il a été nécessaire de sélectionner un circuit équivalent comportant une impédance de diffusion (dite de Warburg) fini pour prendre en compte les phénomènes de diffusion de longueur finie.



[Figure 3-10](#) : Circuit électrique équivalent retenu (à gauche) et schéma des différentes interfaces qu'il représente (à droite) [Q. Lei, 2016]

[Tableau 3-1](#) : Éléments du circuit équivalent retenus pour modéliser le comportement de l'alliage NS5 en milieu NaCl 50 g.L⁻¹

R_s ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	CPE-T ($\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{s}^n$)	CPE-P	R_{ct} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	C_{film} ($\mu\text{F} \cdot \text{cm}^2$)	W_s -R ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	W_s -T ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	W_s -P ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_{film} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)
12,52	$1,03 \cdot 10^{-4}$	0,778	63,1	$7,14 \cdot 10^{-5}$	2200	5	0,37	20

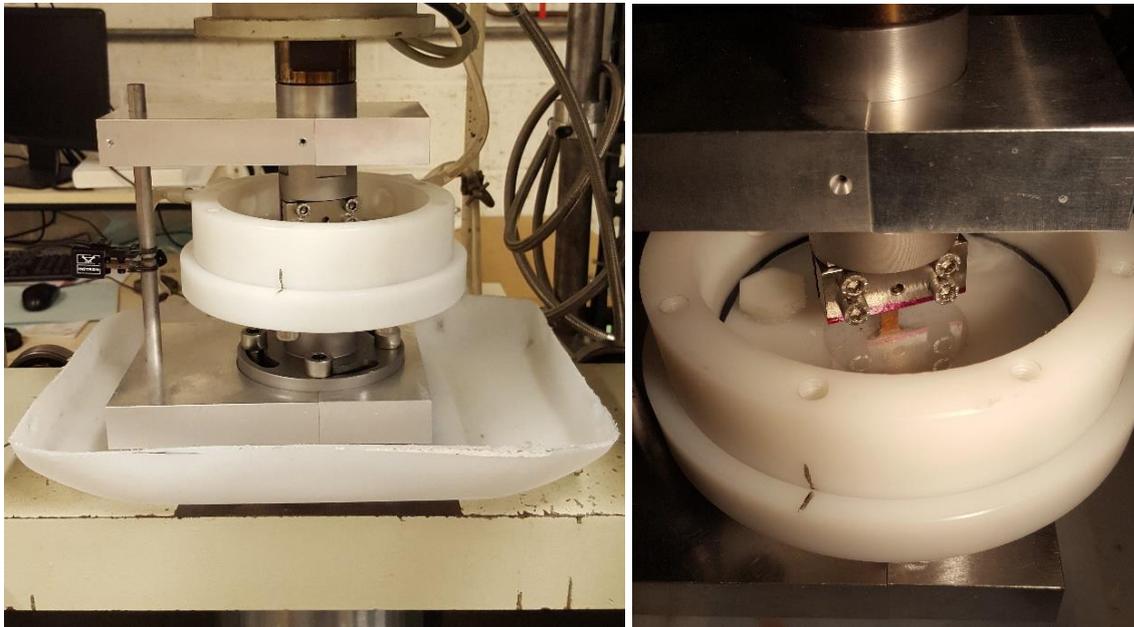
En comparant les diagrammes de Nyquist et de Bode pour les données expérimentales et pour le circuit électrique équivalent, il apparaît clairement que les courbes se recouvrent, ce qui suppose que le modèle retenu, dont le schéma est représenté en [Figure 3-10](#) (droite), pourrait correspondre aux phénomènes électrochimiques se déroulant au cours des essais de corrosion. Ces résultats sont cohérents avec la seule publication disponible dans la littérature portant sur l'alliage NS5 en milieu NaCl, les valeurs étant du même ordre de grandeur [Q. Lei, 2016]. Toutefois, aucune superposition de la représentation graphique du modèle électrique (diagrammes de Nyquist et de Bode) n'a été effectuée avec leurs données expérimentales, ce qui rend difficile la vérification de la bonne adéquation [Q. Lei, 2016].

Le comportement de l'alliage NS5 en corrosion aqueuse en milieu NaCl 50 g.L⁻¹ étant désormais connu, il est dorénavant possible de se pencher sur l'impact de ce milieu sur les performances mécaniques de la nuance étudiée. C'est pourquoi les essais de fatigue-corrosion présentés dans les paragraphes qui suivent ont été mis en place.

3.2. Fatigue-corrosion de l'alliage NS5

3.2.1. Protocole des essais

Le protocole des essais de fatigue-corrosion diffère finalement assez peu de celui des essais de fatigue à l'air, présenté au paragraphe 2.2.1. Ainsi, les mêmes éprouvettes ont été employées, leurs surfaces ayant également été préparées à l'identique. La même machine, la même électronique et le même extensomètre ont été utilisés pour ces essais. Enfin, un bac en téflon dimensionné sur-mesure, dont les photographies sont présentées en [Figure 3-11](#), a été fabriqué pour venir s'adapter sur le montage existant. Il permet de faire baigner l'éprouvette dans une solution de NaCl à 50 g.L⁻¹, dont le renouvellement est assuré par une circulation lente à l'aide d'une pompe. L'étanchéité du montage entre l'éprouvette et le bac est réalisée à l'aide d'un joint en silicone. Il est à noter que le mors supérieur du montage a été recouvert de vernis pour éviter tout contact avec l'eau salée dans le but d'éviter la formation d'une pile galvanique entre l'éprouvette testée et le mors en acier.



[Figure 3-11](#) : Photographies du montage expérimental de fatigue-corrosion

Toutefois, la différence majeure réside dans l'impossibilité de fixer l'extensomètre directement sur la tranche de l'éprouvette, étant donné qu'il ne peut pas être en contact avec l'eau salée. Pour contourner ce problème et continuer à contrôler l'essai en mode déformation, un système de contrôle déporté de la déformation, visible sur la [Figure 3-11](#), a été utilisé. Il est composé de deux plaques en aluminium, fixées sur les mors de la machine de fatigue, et de deux tiges en acier, chacune étant solidaire d'une des plaques. Pour s'assurer du bon contrôle de la déformation de l'éprouvette, les deux tiges en acier ont été placées de sorte que l'espace qui les sépare se situe au même niveau que le milieu de la zone utile de l'éprouvette en alliage NS5. De plus, une calibration de ce montage a été réalisée au préalable. Pour cela, un extensomètre contrôlant la déformation est fixé

directement sur la zone utile de l'éprouvette, tandis qu'un second, fixé sur le montage déporté, relève la déformation totale résultante.

Grâce à cette calibration, il est possible de remonter à la déformation de l'éprouvette lors des essais de fatigue-corrosion, tout en contrôlant l'essai à l'aide du montage déporté. Le signal d'entrée triangulaire déporté a donc été réglé de telle sorte que le rapport de déformation (R_ϵ) soit égal à -1, que la vitesse de déformation de l'éprouvette soit constante et égale à $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, et que la variation de déformation totale de l'éprouvette ($\Delta\epsilon_t$) soit comprise entre 0,8 et 1,5 %. Chaque essai est également doublé pour valider la conformité des résultats. Enfin, la définition du nombre de cycles à rupture N_r est identique à celle pour les essais de fatigue à l'air.

3.2.2. Accommodation cyclique

Pour débiter l'étude de l'influence du milieu corrosif sur les performances en fatigue oligocyclique de l'alliage NS5, l'évolution de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2$ en fonction du nombre de cycles pour les essais de fatigue-corrosion est présentée au sein de la [Figure 3-12](#). Le parallèle sera effectué avec la [Figure 2-6](#) et la [Figure 2-9](#) pour comparer avec les performances à l'air.

Il apparaît tout d'abord que le milieu corrosif n'a pas d'influence sur l'accommodation cyclique de l'alliage. La vie en fatigue peut toujours être découpée en trois parties, à savoir un durcissement initial, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à ce que l'éprouvette soit rompue. Les intensités de ces phases sont également assez similaires.

Pour les essais à $\Delta\epsilon_t$ égal à 0,8 et 1,0 %, les niveaux de contraintes en milieu NaCl sont également très semblables à ceux observés à l'air. Toutefois, pour l'essai à $\Delta\epsilon_t = 1,5 \%$, la baisse de l'amplitude de contrainte en milieu corrosif par rapport à l'air peut être attribuée à la différence de taille de grains entre les éprouvettes utilisées, comme expliqué au paragraphe 2.2.2.2. Enfin, une légère différence de comportement est observée en début d'essai, au cours des 5 à 10 premiers cycles, où le durcissement de l'alliage est plus doux que celui à l'air. Cette différence est attribuée au contrôle déporté de la déformation, ces quelques cycles étant nécessaires pour atteindre le régime de stabilité du montage.

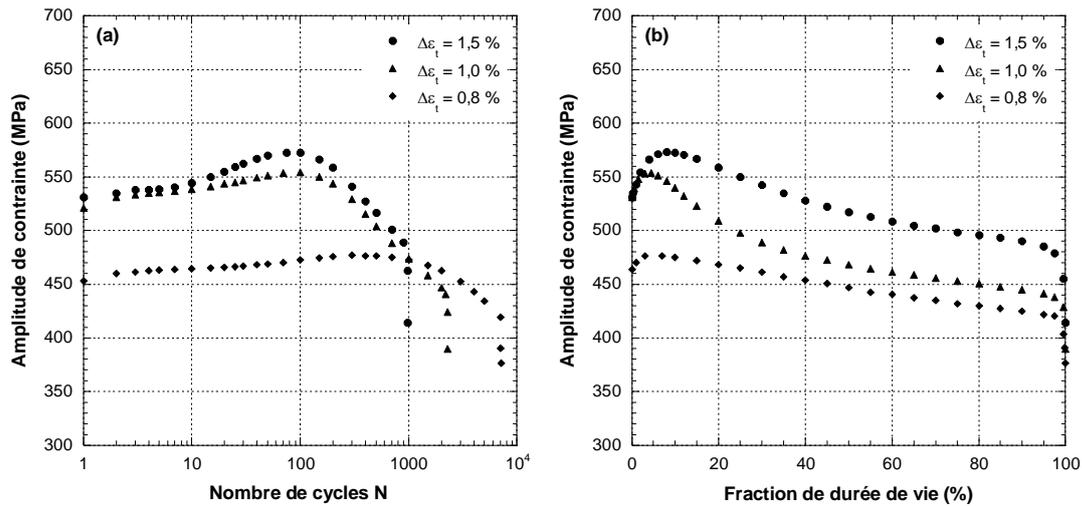


Figure 3-12 : Évolution de l’amplitude de contrainte cyclique de l’alliage NS5 en fonction du nombre de cycles (a) et de la fraction de durée de vie en fatigue (b) pour différentes variations de déformation totale en milieu NaCl 50 g.L⁻¹

Comme le prouvent les données du Tableau 3-2, la différence majeure entre les essais à l’air et les essais en milieu corrosif réside dans l’importante variation au niveau de la durée de vie des éprouvette, notamment quand la déformation totale appliquée à l’éprouvette est élevée.

Tableau 3-2 : Durée de vie des éprouvettes en alliage NS5 durant les essais de fatigue oligocyclique en fonction du niveau de déformation imposé et du milieu

	$\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$	$\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$	$\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$
Air	7215 et 8259 cycles	de 3909 à 4086 cycles	de 1375 à 1712 cycles
NaCl 50 g.L⁻¹	6747 et 7097 cycles	2297 et 2384 cycles	983 et 991 cycles
Différence	entre 2 et 18 %	entre 39 et 44 %	entre 28 et 43 %

3.2.3. Résistance à la fatigue

L’étude des diagrammes de résistance à la fatigue, présentés en Figure 3-13, permet de comprendre l’influence du milieu NaCl 50 g.L⁻¹ sur le comportement en sollicitations cycliques de l’alliage NS5. Suite à l’utilisation d’un montage déporté pour le contrôle de la déformation, il est à noter que les valeurs de déformations plastiques ont été calculées en retirant la déformation élastique à la déformation totale. Cette dernière est calculée à l’aide des valeurs de calibration du montage, tandis que la première est calculée à l’aide de la loi de Hooke.

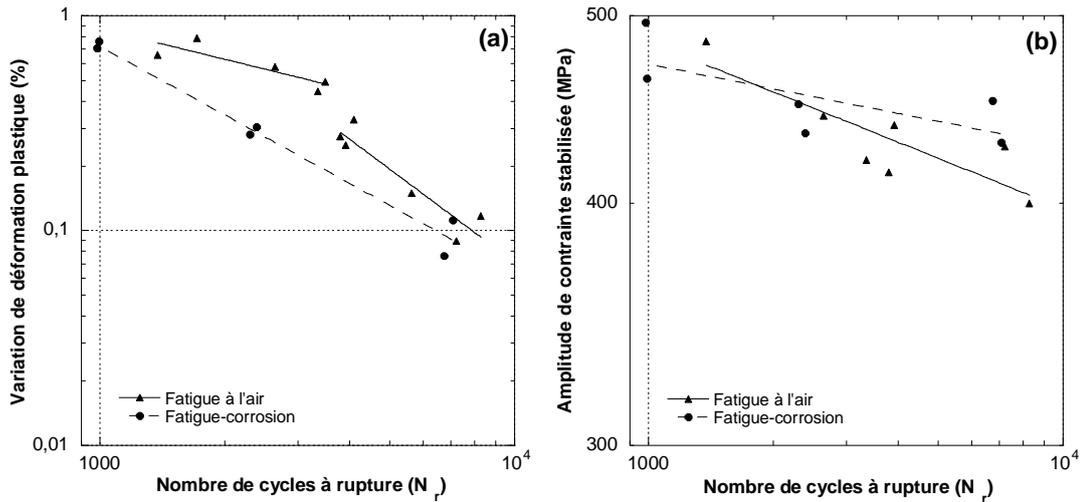


Figure 3-13 : Comparaison des diagrammes de résistance à la fatigue pour les essais à l'air et en milieu corrosif : (a) Manson-Coffin ; (b) Pseudo-Wöhler

Tout d'abord, la lecture du diagramme de Manson-Coffin, en [Figure 3-13](#) (a), permet de voir que la courbe issue des essais de fatigue-corrosion se situe sous les deux portions issues des essais à l'air. Cela signifie que le milieu corrosif a un impact négatif sur la durée de vie de l'alliage NS5 à niveau de déformation plastique équivalent. Cet impact reste limité, les courbes n'étant pas très distantes.

En revanche, la lecture du diagramme pseudo-Wöhler, en [Figure 3-13](#) (b), est plus compliquée. En effet, les droites des essais à l'air et en milieu corrosif se coupent. Ainsi, pour les essais de fatigue-corrosion, les niveaux d'amplitude de contrainte apparaissent plus élevés pour les durées de vie importantes (c'est-à-dire pour les essais réalisés à $\Delta\varepsilon_t = 0,8\%$) alors que les autres points semblent très proches de ceux pour les essais à l'air. Les différences observées ne résultent donc que de l'écart important d'un seul point. Aucune conclusion ne sera donc tirée de ce diagramme.

3.2.4. Fissuration des éprouvettes

Pour suivre la même méthodologie que celle appliquée pour les essais à l'air, les surfaces des éprouvettes rompues ont été observées à l'aide du microscope à balayage, dont une sélection de micrographies est présentée en [Figure 3-14](#). En comparant à celles de la [Figure 2-11](#), elles apparaissent très semblables. Les bandes de glissement ont une morphologie similaire, leur densité est semblable et augmente avec la déformation appliquée. Le mode de fissuration paraît également identique.

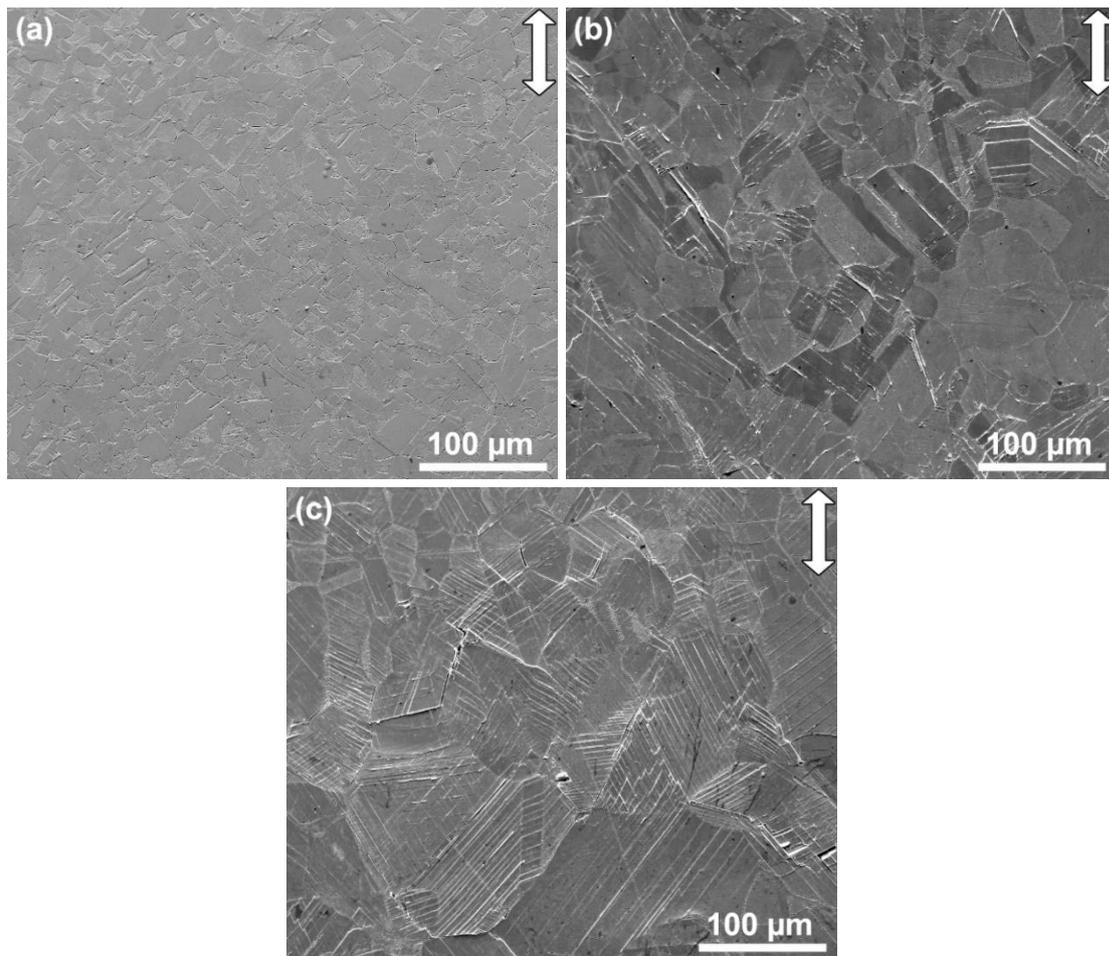


Figure 3-14 : Micrographies MEB de la surface d'éprouvettes en alliage NS5 rompues en milieu NaCl à 50 g.L^{-1} à $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$ (a), $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ (b) et à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ (c). La double flèche indique l'axe de chargement.

La différence majeure réside dans l'apparition de la microstructure pour les essais de fatigue-corrosion. La préparation des éprouvettes étant identique et en faisant le parallèle avec les essais de corrosion aqueuse, il peut être logiquement conclu que la microstructure devient visible sous l'effet de la corrosion intergranulaire en milieu NaCl, comme en témoigne la [Figure 3-5](#) et la [Figure 3-6](#). De plus, la durée des essais augmentant avec le nombre de cycles à rupture, il est également cohérent de constater une augmentation de la dissolution des grains lorsque le niveau de déformation appliqué à l'éprouvette diminue. Cette différence est significative en comparant les micrographies (a) et (c) en [Figure 3-14](#).

En complément, il a été possible de tirer quelques informations du faciès de rupture d'éprouvettes rompues au cours des essais de fatigue-corrosion. Ainsi, malgré leur important matage, des stries fragiles sont visibles sur les surfaces rompues. Elles se situent majoritairement proche du bord où l'amorçage des fissures a eu lieu, comme illustré en [Figure 3-15](#). En revanche, aucune information concernant l'amorçage n'a pu être retirée de l'observation des faciès de rupture.

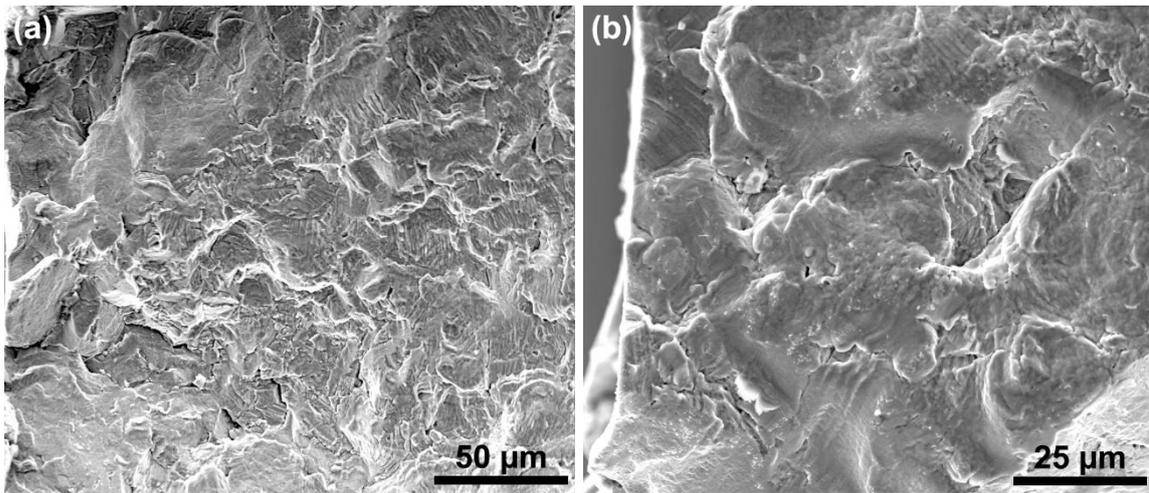


Figure 3-15 : Micrographies MEB du faciès de rupture d'éprouvettes en alliage NS5 rompues en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹ à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ (a) et à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ (b)

3.2.5. Discussion

En mettant en parallèle les données des trois paragraphes précédents, l'influence du milieu corrosif NaCl 50 g.L⁻¹ sur les propriétés en fatigue de l'alliage NS5 peut être séparée en deux. En effet, à la lecture du [Tableau 3-2](#), il semble que l'impact sur la durée de vie diffère en fonction du niveau de déformation appliqué à l'éprouvette, et donc du niveau de déformation plastique induit.

D'une part, à haut niveau de variation de déformation totale ($\Delta\varepsilon_t = 1,0$ et $1,5 \%$), la diminution de durée de vie des éprouvettes est importante. Or, en comparant l'aspect des surfaces des éprouvettes rompues, la densité de bandes de glissement n'apparaît pas différente que ce soit à l'air et en milieu corrosif. Ceci tend donc à montrer que l'amorçage des fissures suit le même mode dans les deux cas. Toutefois, la diminution de la durée de vie des éprouvettes est importante, indiquant une durée d'amorçage des fissures bien plus faible. De ce fait, il peut être supposé que la croissance des microfissures de type I générées par les phénomènes de plasticité cyclique est accélérée par la présence du milieu corrosif. De plus, les stries fragiles présentes sur les faciès de rupture ont un aspect similaire à celles pouvant être observées en corrosion sous contrainte (CSC). En effet, les micrographies en [Figure 3-16](#) sont issues d'essais de CSC menés sur un autre alliage de cuivre à durcissement structural par précipitation [G.M. Sparkes, 1971]. Il peut donc être supposée que la propagation des fissures est alors différente lors des essais de fatigue-corrosion. Comme schématisé en [Figure 3-17](#) (gauche), les microfissures de type I (cf. [Figure 1-15](#)) induisent donc des phénomènes de corrosion sous contrainte pendant la phase de traction, accélérant alors leur propagation. et diminuant de ce fait la durée de vie des éprouvettes.

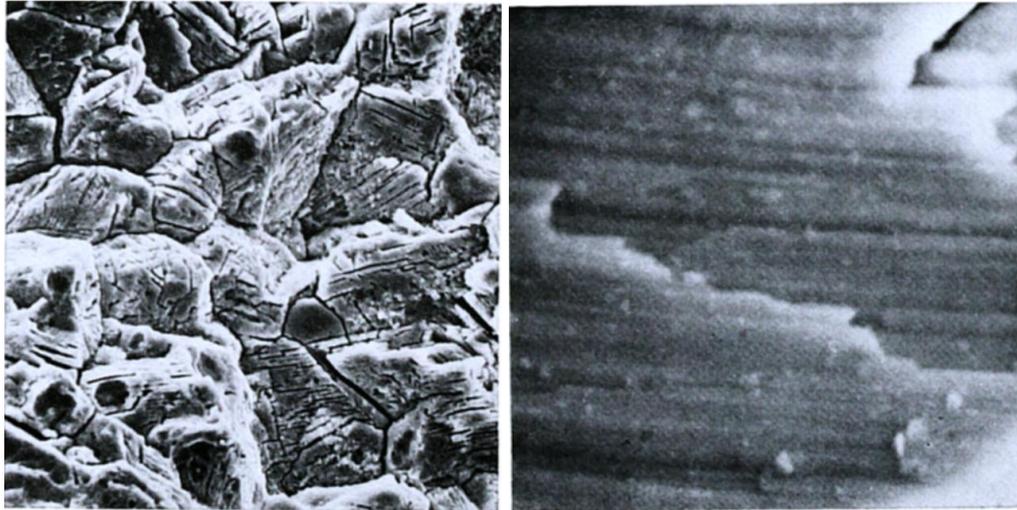


Figure 3-16 : Micrographies MEB du faciès de rupture en corrosion sous contrainte d'éprouvettes en alliages cuivre-béryllium à durcissement structural par précipitation [G.M. Sparkes, 1971]

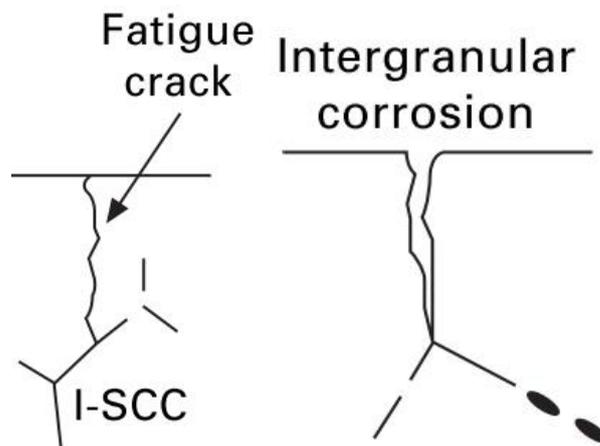


Figure 3-17 : Schémas représentant les différents impacts supposés de la solution de NaCl à 50 g.L⁻¹ sur les mécanismes de rupture par fatigue de l'alliage NS5 [S.P. Lynch, 2011]

D'autre part, à bas niveau de variation de déformation totale ($\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$), la diminution de la durée de vie des éprouvettes est beaucoup plus faible. En effet, le niveau de déformation plastique étant moindre (quasi-nul au niveau macroscopique), l'apparition des bandes de glissement en surface est bien plus limitée car très localisée, comme en témoigne la [Figure 3-14 \(a\)](#). L'amorçage des fissures de type I est donc retardé. En parallèle, la durée d'immersion étant plus longue, la corrosion intergranulaire est donc plus importante. Comme le montre le schéma de droite de la [Figure 3-17](#), les microfissures générées peuvent alors agir comme concentrateur de contrainte et ainsi se propager également. Enfin, le niveau de déformation plastique étant moindre, la rupture du film résistif en fond de fissure est plus difficile, ce qui rend donc la propagation moins aisée qu'à haut niveau de déformation. Il peut donc être supposé qu'à bas niveau de déformation, la diminution de la durée de vie des éprouvettes en fatigue en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹ est liée à un nombre de

sites d'amorçage plus important, tout en ayant la même vitesse de propagation de fissures. Ceci explique donc la faible diminution du nombre de cycles à rupture.

3.3. Conclusions

À l'aide des essais de corrosion aqueuse en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹, l'alliage NS5 est apparu sensible à la corrosion intergranulaire, liée à une déplétion en nickel aux joints de grains. La spectroscopie d'impédance électrochimique laisse supposer la formation d'un film d'oxydes à la surface de l'alliage. Toutefois, celui-ci semble assez peu protecteur. En effet, le potentiel libre de la nuance n'est pas stabilisé au bout d'une heure. De plus, les courbes intensité/potentiel ne présentent pas de plateau de passivation. Enfin, le film résistif ne permet pas de freiner les phénomènes corrosifs au cours de l'essai potentiostatique.

L'impact du milieu corrosif sur l'amorçage des fissures de fatigue est apparu assez limité à bas niveau de déformation, comme en témoigne le faible écart sur le diagramme de Manson-Coffin en [Figure 3-13](#). Les micrographies réalisées sur les éprouvettes rompues ont permis de mettre en évidence une faible augmentation de l'amorçage des fissures, lorsque la corrosion intergranulaire est suffisamment importante pour jouer ce rôle.

En revanche, la durée d'immersion diminue avec l'augmentation du niveau de déformation appliqué aux éprouvettes, ce qui ne permet pas aux zones corrodées d'agir comme des sites d'amorçage potentiels. Dans ce cas, l'alliage NS5 s'est révélé sensible à la propagation des microfissures en milieu corrosif, comme le prouve la présence de stries fragiles semblables à celles communément observées en corrosion sous contrainte. L'impact sur la durée de vie des éprouvettes est alors bien plus grand, le nombre de cycles à rupture se réduisant d'environ un tiers. Ici, il peut être supposé que le milieu corrosif ne génère pas un site d'amorçage (la durée d'immersion étant trop courte), mais contribue à la croissance des microfissures de type I générées en fatigue, réduisant de ce fait la durée de la phase d'amorçage.

Pour vérifier les hypothèses émises dans ce chapitre, il serait intéressant d'utiliser la microscopie à balayage couplée à l'EBSM pour vérifier que les phénomènes de plasticité se déroulant à cœur du matériau en fatigue-corrosion sont identiques à ceux observés pour les essais de fatigue oligocyclique à l'air (détaillés au chapitre 4).

Enfin, un point important sur le comportement mécanique de l'alliage NS5 en fatigue-corrosion n'a pas été évoqué jusqu'ici car n'apparaissant pas sur les différentes figures présentées. En effet, la rupture finale de l'alliage s'est avérée très brutale, se produisant en moins de dix cycles là où quelques dizaines de cycles étaient nécessaires à l'air. Ceci représente une preuve supplémentaire de la sensibilité de l'alliage à la corrosion sous contrainte (CSC). Ainsi, l'étude présentée ici pourrait être complétée par la mise en place d'essais de CSC, mais également de fatigue-propagation afin de mieux comprendre la variation des propriétés mécaniques de l'alliage NS5 en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹.

Chapitre 4 :

Phénomènes d'endommagement en fatigue : du nano au méso

- 1. Échelle nanométrique au MET**
- 2. Échelle du grain au MEB**
- 3. Échelle mésoscopique au MEB**
- 4. Mécanismes de plasticité cyclique**
- 5. Conclusions du chapitre**

4. Approche multi-échelle des phénomènes d'endommagement en fatigue d'un alliage CuNi₂Si : du nano au méso

Traditionnellement, la microscopie électronique en transmission est utilisée pour étudier les phénomènes d'endommagement en fatigue des matériaux métalliques, notamment pour observer les structures de dislocations. Toutefois, à la vue de toutes les limitations que cela engendre (faible volume analysé, préparation des échantillons, ...), de nouvelles méthodes sont utilisées pour contourner ces restrictions, et plus particulièrement l'utilisation de la microscopie électronique à balayage couplée à l'EBSD [C. Schayes, 2016].

Le but de cette partie est ainsi de partir des observations à l'échelle nanométrique pour aider à la compréhension des observations obtenues à l'échelle du grain, puis à l'échelle mésoscopique, afin d'explicitier à plus large échelle les phénomènes d'endommagement ayant lieu au cours du chargement cyclique de l'alliage NS5.

Cette chronologie n'est pas usuelle. En effet, la plupart des résultats partent habituellement des observations aux plus larges échelles pour aller jusqu'à l'échelle la plus fine. Toutefois, ce choix de présentation des résultats a été retenu pour correspondre à la chronologie des expériences mises en place au cours de ces travaux de thèse, ce qui permet d'illustrer au mieux l'apport de chaque technique à la compréhension des phénomènes ayant lieu au sein des matériaux à la suite d'un chargement cyclique.

4.1. Échelle nanométrique au MET

Avant toute chose, il convient de préciser que les lames minces observées au MET sont issues des zones utiles des éprouvettes rompues par fatigue. Après polissage mécanique pour les amincir à une épaisseur d'environ 150 μm , des disques de 3 mm de diamètre prélevés ont été amincis par polissage électrochimique à l'aide de la solution commerciale Struers D2.

4.1.1. Structures de dislocations

Contrairement à la fatigue du cuivre polycristallin (par exemple [A.T. Winter, 1981]) ou du cuivre durci par dispersion d'oxydes (ODS pour *Oxide Dispersion Strengthened*) [J. Robles, 1994], la déformation cyclique de l'alliage NS5 ne semble pas générer de structure de dislocations claire et bien définie sur la plage de déformation étudiée, comme une structure en murs ou une structure en cellules. D'après les observations réalisées, les grains semblent présenter deux grands types de structures de dislocations.

Les grains qui entrent dans la première catégorie présentent une grande densité de débris ou de segments de dislocations, proches des précipités $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ (indexés au paragraphe 2.1.2.2). Toutefois, comme visible en [Figure 4-1](#), les dislocations restent isolées et ne se

réarrangent pas en une structure de basse énergie. De plus, certaines dislocations apparaissent pincées entre deux précipités. Enfin, il est à noter que les éprouvettes cyclées à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$ ne présentent que des grains se classant dans cette catégorie.

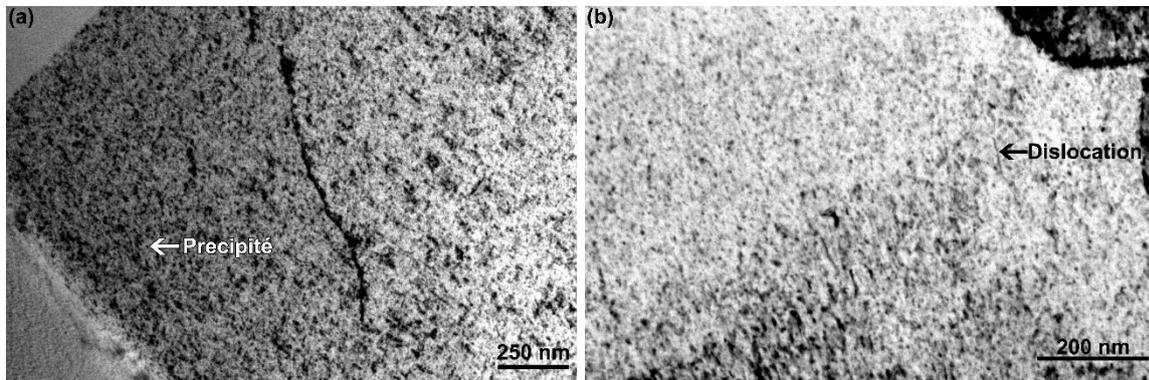


Figure 4-1 : Micrographies MET de l'alliage NS5 après rupture à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$ (a) et à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ (b)

Pour les éprouvettes sollicitées à un niveau de déformation supérieur à $\Delta\varepsilon_t = 0,6 \%$, en plus des observations décrites ci-dessus, d'autres grains sont traversés de part en part par des bandes blanches, capables également de se propager aux macles ou aux grains voisins, comme le prouve la [Figure 4-2](#). Enfin, plus l'éprouvette est déformée à un niveau élevé, plus la proportion de grains comportant des bandes est importante.

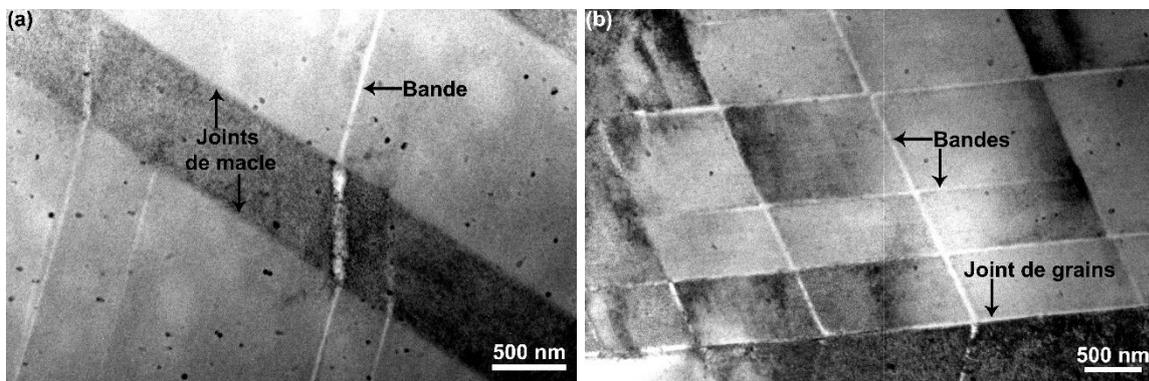


Figure 4-2 : Micrographies MET d'une éprouvette en alliage NS5 présentant des bandes blanches après rupture à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$

4.1.2. Nature des bandes observées

À plus fort grandissement, ces bandes apparaissent comme dénuées de précipités. De ce fait, pour parfaire l'étude au MET, des analyses en STEM-EDS analytique de zones comportant ces bandes ont été réalisées sur le FEI Titan, dont un exemple est présenté en [Figure 4-3](#).

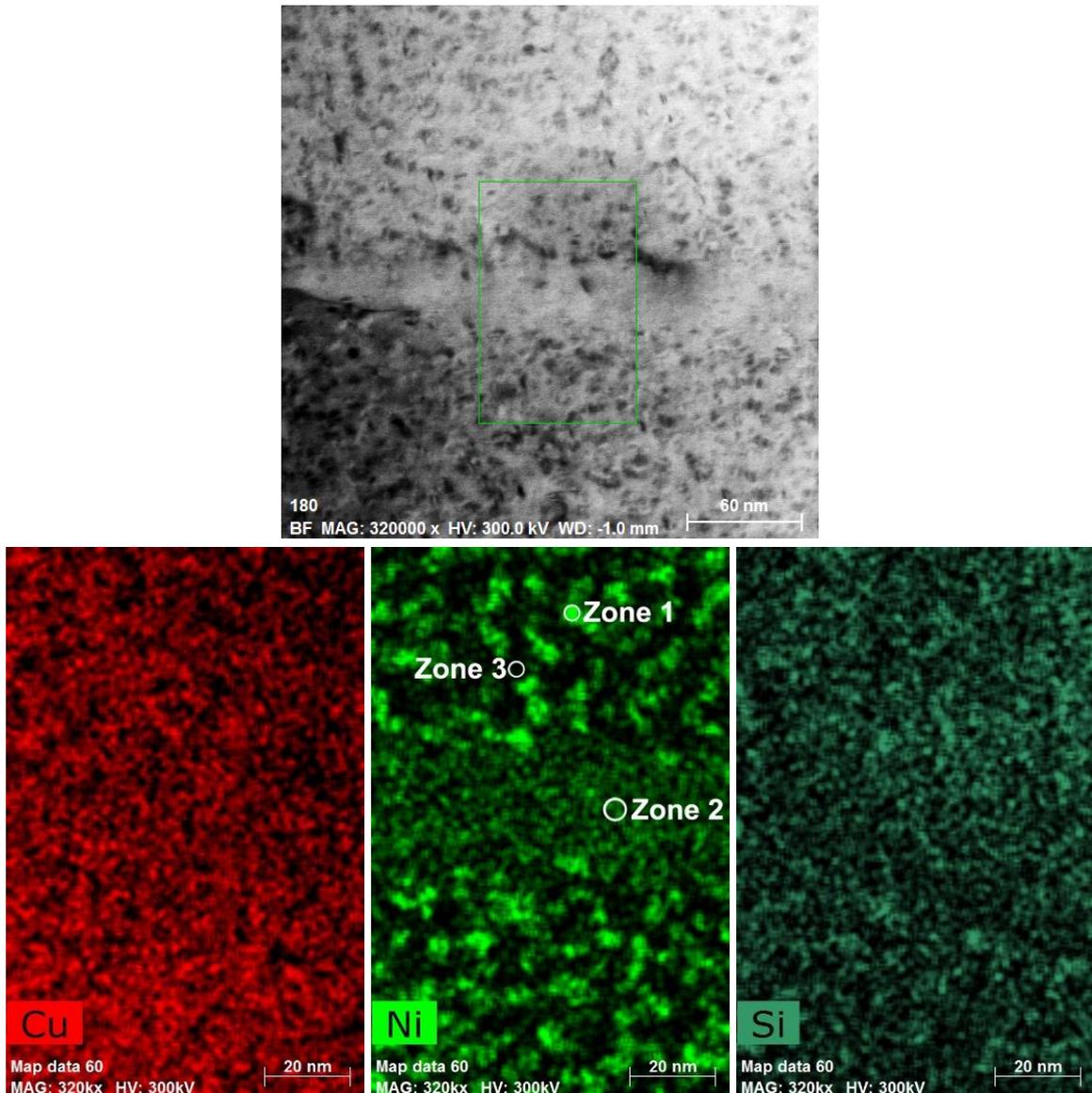


Figure 4-3 : Image STEM en champ clair d'une zone présentant une bande dénuée de précipités (haut) et cartographie STEM-EDS en cuivre, nickel et silicium (en bas, de gauche à droite) de la zone représentée par le rectangle vert

La zone sélectionnée présente une bande en son centre. Sur la surface balayée, le cuivre est réparti uniformément, la différence d'intensité sur la cartographie entre le coin supérieur droit et le coin inférieur gauche pouvant être attribuée à la courbure de la lame mince observée. En revanche, le nickel semble réparti de deux façons différentes. De part et d'autre de la bande, il apparaît sous forme d'amas de taille similaire à celle des précipités δ -Ni₂Si (environ 5 nm), tandis qu'il paraît uniforme au centre de la bande. Enfin, la cartographie en silicium est moins résolue du fait de sa plus faible proportion massique. Toutefois, les amas de silicium se superposent avec ceux de nickel.

Pour comprendre, une quantification du nickel a été effectuée à l'aide de pointés EDS, dont les résultats sont présentés en [Figure 4-4](#), sur trois zones judicieusement sélectionnées et indiquées sur la cartographie du nickel en [Figure 4-3](#) (en bas au centre).

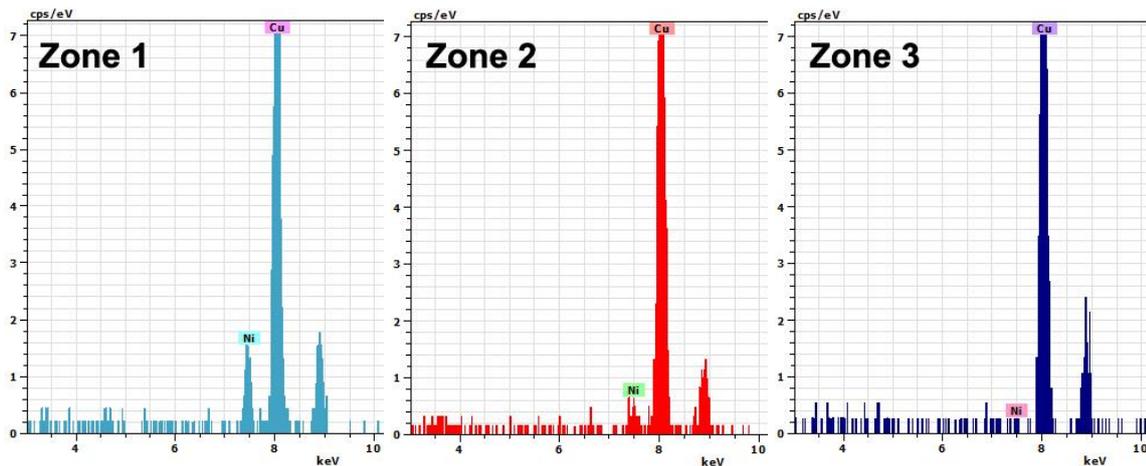


Figure 4-4 : Pointés STEM-EDS de trois zones indiquées sur la cartographie en nickel de la Figure précédente (Zone 1 : Précipité δ -Ni₂Si / Zone 2 : Bande dénuée de précipités / Zone 3 : Matrice de cuivre entre les précipités)

La zone 1, correspondant à un amas de nickel, présente effectivement la concentration en nickel la plus élevée des trois zones sélectionnées. Il peut donc être suspecté que ces amas correspondent bien aux précipités δ -Ni₂Si identifiés en Figure 2-4, une vérification quantitative étant impossible du fait du manque de finesse de la lame mince observée.

À l’opposé, la zone 3, située entre les précipités, affiche la concentration en nickel la plus faible des zones analysées. Dans cette zone, le taux de nickel est suffisamment faible pour que le pic correspondant à la transition K α ne se distingue pas du bruit de fond. Il peut donc être déduit ici que cette zone coïncide avec la matrice de cuivre, appauvrie en nickel à la suite du traitement thermique de durcissement structural par précipitation.

Enfin, la concentration en nickel dans la zone 2 se situe à un niveau intermédiaire entre les deux zones décrites ci-dessus. Toutefois, aucun amas similaire à celui mesuré en zone 1 n’a été détecté au sein de la bande centrale. Il peut donc être déduit que les bandes blanches observées en champ clair sont effectivement dénuées de précipités. De plus, la concentration en nickel dans cette zone étant supérieure à celle de la matrice de cuivre en dehors des bandes, il peut également être supposé que les précipités initialement présents dans cette zone ont été dissous dans la matrice.

Pour compléter l’étude, l’orientation cristallographique autour des bandes a été déterminée à l’aide de la technique d’ACOM-TEM. Une zone de 4 μm^2 comportant des bandes a en effet été scannée à un pas de 5 nm, l’indexation étant assistée par le logiciel ASTARTM [E.F. Rauch, 2014]. Comme l’indique la Figure 4-5, aucune variation d’orientation entre la bande blanche et la matrice de cuivre n’est visible sur la cartographie réalisée. En revanche, la macule de recuit se distingue très clairement du reste du grain. Ceci indique donc que la désorientation entre cette bande et la matrice est inférieure à la résolution angulaire de la cartographie, estimée à 1° dans les conditions expérimentales retenues [H. Idrissi, 2014]. En conclusion, la formation de ces bandes ne résulte pas d’un phénomène de maillage.

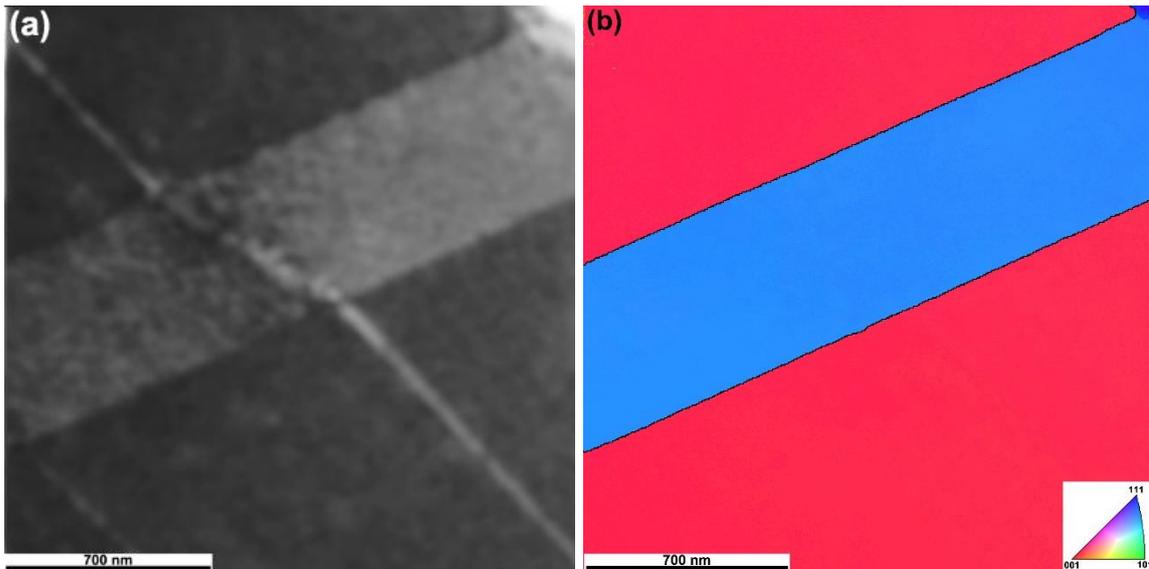


Figure 4-5 : Image en champ clair virtuel (a) et cartographie en Figure de pole inverse correspondante (b) d'une zone d'un échantillon en alliage NS5 rompu à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ présentant une bande dénuée de précipités scannée en ACOM-TEM

4.1.3. Discussion

D'après la littérature, les précipités $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ responsables du durcissement structural de l'alliage sont cohérents avec la matrice [S.A. Lockyer, 1994; C. Watanabe, 2011; Y. Jia, 2013]. Du fait également de leur faible taille et de la haute densité de précipités, les interactions entre les dislocations et les précipités conduisent à cisailer ces derniers [J.W. Martin, 1998], ce qui est en accord avec la lecture du diagramme en [Figure 1-6](#). Ce phénomène a donc logiquement un impact sur l'accommodation cyclique de la déformation de l'alliage NS5.

Pour la plus faible variation de déformation totale retenue dans le cadre des essais de fatigue ($\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$), l'amplitude de contrainte est quasi-constante au cours du cyclage et tous les grains présentent la même structure de déformation (cf. [Figure 4-1](#)). Dans ce cas, sous l'action de la faible contrainte de cisaillement, les dislocations restent confinées dans leur plan de glissement. En effet, la déformation plastique est tellement minime que les dislocations peuvent simplement l'accommoder par un mouvement quasi-réversible. De ce fait, puisque leur libre parcours moyen est inférieur à la distance entre les précipités, elles ne peuvent pas interagir avec eux, ni même entre elles.

Pour le reste de la gamme de déformations testées en fatigue, le diagramme de Manson-Coffin en [Figure 2-10](#) présente deux régimes, le premier si l'essai est conduit à une variation de déformation totale comprise entre 0,8 et 1,0 %, et le second lorsque le niveau de déformation totale est inclus entre 1,2 et 1,5 %.

En se penchant sur la gamme de déformation la plus importante ($1,2 \% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 1,5 \%$), la situation est totalement opposée à celle décrite plus haut. En effet, la déformation appliquée ici est tellement grande que la plupart des grains présentent des systèmes de glissement activés et doivent ainsi accommoder une déformation plastique importante. Pour ce faire, les dislocations devraient glisser sur une longue distance, ce qui est impossible car leur libre parcours moyen est grandement limité par la présence des précipités $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Ceci impose donc un empilement des dislocations sur les précipités, ce qui génère à l'échelle macroscopique le durcissement initial observé en [Figure 2-6](#) et la diminution de la déformation plastique visible en [Figure 2-7](#). L'accumulation de l'empilement des dislocations sur les précipités permet de générer localement une contrainte de cisaillement. Lorsque cette dernière dépasse une valeur critique, qui correspond à la résistance mécanique des précipités, ces derniers deviennent alors cisailables, créant ainsi une nouvelle voie pour le glissement des dislocations. Ceci se traduit macroscopiquement par une augmentation de la déformation plastique de l'alliage observée après 50 cycles sur la [Figure 2-7](#), mais également par une perte de la résistance mécanique de l'alliage. C'est pourquoi un important adoucissement est visible en [Figure 2-6](#). La déformation plastique se localise alors au niveau de ces brèches, sous formes de bandes étroites se comportant comme les bandes de glissement persistantes dans le cuivre pur. De ce fait, en conséquence du cisaillement successif des précipités lié aux allers et retours des dislocations au cours de la phase d'adoucissement, les précipités rétrécissent pour atteindre finalement une taille inférieure à la dimension critique de stabilité de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Ceci mène donc à la dissolution des précipités au niveau des bandes de déformation, comme le prouvent les pointés EDS en [Figure 4-4](#), formant alors les bandes dénuées de précipités observés en [Figure 4-2](#).

La formation de bandes dénuées de précipités a déjà été reportée dans la littérature sur des alliages Cu-Ni-Si (cf. paragraphe 1.3.5.2), mais également sur d'autres alliages à durcissement structural par précipitation à matrice de cuivre (cuivre-cobalt) [D. Steiner, 1983, 1986], à matrice d'aluminium (aluminium-zinc-manganèse) [W. Vogel, 1982a, 1982b], ou à matrice de nickel (superalliage durci par γ') [R.E. Stoltz, 1978; M. Sundararaman, 1990]. Toutefois, la vérification de la dissolution des précipités était toujours visuelle et n'avait jusqu'ici jamais été identifiée par une cartographie EDS.

Enfin, pour la gamme de déformation intermédiaire, notamment pour $\Delta\varepsilon_t = 0,8$ ou $0,9 \%$, la plupart des grains peuvent accommoder la déformation plastique. Néanmoins, dans quelques grains où la contrainte de cisaillement est suffisante car les plans de glissement sont bien orientés, la déformation plastique est plus importante. Ceci entraîne un mouvement des dislocations sur de plus grandes distances et donc la formation de quelques bandes dénuées de précipités. Ces grains durcissent alors en début de cyclage, mais cela ne se traduit pas par un durcissement à l'échelle macroscopique puisque leur proportion est

minoritaire. C'est pourquoi un unique adoucissement est observé à l'échelle macroscopique.

En conclusion, la proportion de grains impliqués dans les deux types de mécanismes d'accommodation de la déformation plastique explique la réponse macroscopique de l'alliage NS5 à la déformation cyclique. En effet, plus la formation de bandes dénuées de précipités est favorisée, plus les intensités du durcissement initial et de l'adoucissement qui suit sont importantes. De même, les deux régimes observés sur le diagramme de Manson-Coffin peuvent être expliqués de la sorte. À haut niveau de déformation ($1,2 \% \leq \Delta \varepsilon_t \leq 1,5 \%$), les mécanismes de formation des bandes dénuées de précipités sont prédominants. À l'opposé, à bas niveau de déformation ($0,8 \% \leq \Delta \varepsilon_t \leq 1,0 \%$), les grains impliqués dans les mécanismes d'accommodation quasi-réversibles représentent une majorité.

4.1.4. Conclusions

À l'aide de la microscopie électronique en transmission, il a été possible d'identifier deux modes de déformation des grains au cours du chargement cyclique de l'alliage NS5. Cela a également permis d'explicitier la réponse macroscopique (le durcissement initial suivi de l'adoucissement continu) à l'aide de phénomènes ayant lieu à l'échelle nanométrique. Enfin, une étude plus approfondie des bandes blanches observées ont permis de confirmer qu'elles sont bien dénuées de précipités et qu'elles ne correspondent pas à un phénomène de maillage du matériau.

En revanche, il faut garder à l'esprit que le volume analysé en transmission est très faible. De plus, les phénomènes observés étant dépendants de l'orientation cristallographique des grains, il est possible que toutes n'aient pas été représentées au sein des différentes lames minces analysées. C'est pourquoi il a été décidé de poursuivre l'analyse des phénomènes d'endommagement de l'alliage NS5 à une échelle supérieure, celle du grain, à l'aide de la microscopie électronique à balayage.

4.2. Échelle du grain au MEB

À la vue des résultats au MET, il semble que les mécanismes de plasticité de l'alliage NS5 passent par la formation des bandes dénuées de précipités. Avant de s'intéresser aux phénomènes à l'échelle de la microstructure, il est nécessaire de compléter la connaissance de ces bandes. Il faut notamment vérifier la faisabilité de la vérification de leur présence au MEB, aussi bien en imagerie qu'en EBSD.

Pour cela, il a été choisi de se focaliser à l'échelle du grain. De plus, pour faciliter la détection des bandes en maximisant leur densité, il a été décidé de travailler sur un unique échantillon, à savoir une éprouvette rompue à $\Delta \varepsilon_t = 1,5 \%$. Enfin, la largeur des bandes

étant de l'ordre de 50 nm, les observations ont été réalisées à l'aide du MEB-FEG (Jeol 7800) afin d'avoir un pouvoir de résolution suffisant.

Avant toute présentation des résultats, il convient de préciser que la surface des échantillons a été au préalable repolie mécaniquement (papier SiC, puis à l'aide de particules diamantées pour finir par une suspension de silice colloïdale) afin de retirer toute topographie en surface et donc supprimer toutes les marques de glissement.

4.2.1. Électrons rétrodiffusés et contraste cristallographique

En travaillant dans les conditions d'ECCI sur le MEB-FEG, les bandes dénuées de précipités sont très clairement visibles, comme le prouvent les clichés présentés en [Figure 4-6](#). Tout comme sur les clichés obtenus au MET, elles apparaissent sous la forme de bandes blanches dans les grains où l'effet de canalisation des électrons est important. Elles s'étendent de plus dans différentes directions. Comme visible à gauche de la [Figure 4-6](#), certaines bandes sont plus larges que d'autres, indiquant que la localisation de la déformation peut varier d'une bande à l'autre.

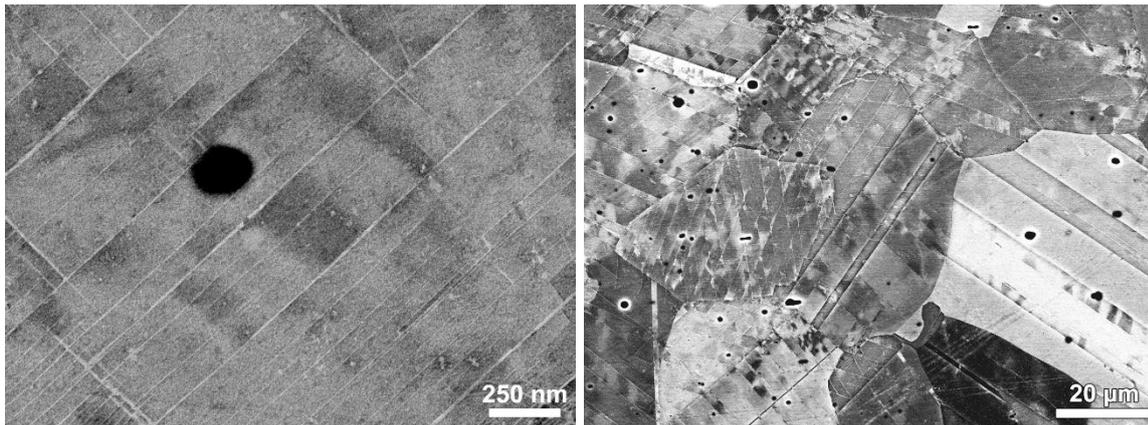


Figure 4-6 : Micrographies MEB en électrons rétrodiffusés d'une éprouvette en alliage NS5 rompue par fatigue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$

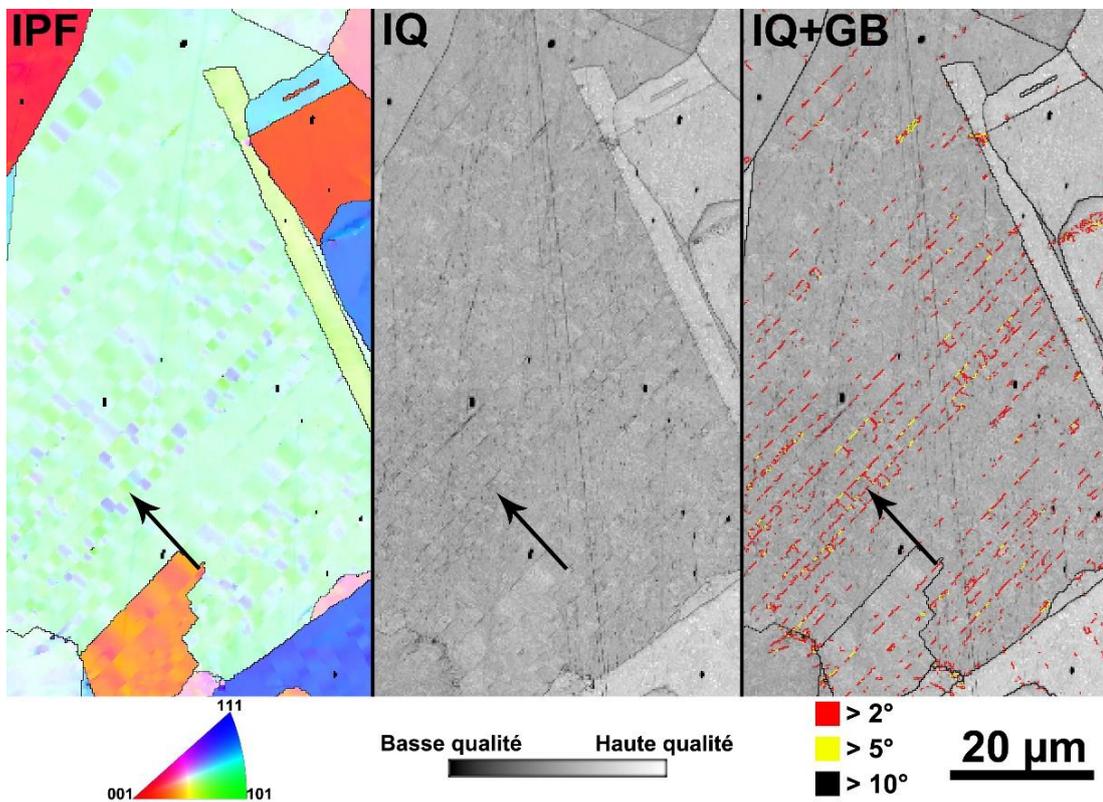
De plus, un autre phénomène est remarquable sur les micrographies en [Figure 4-6](#). En effet, une forte variation de contraste apparaît par endroit, entre les bandes. Ce phénomène est aussi bien visible à fort qu'à faible grandissement, comme en témoigne les deux clichés sélectionnés. Ce contraste semble d'ailleurs déjà visible sur les images obtenues au MET, comme par exemple sur la [Figure 4-2 \(b\)](#).

Les images ayant été réalisées dans les conditions d'ECCI, il est donc fortement probable que le contraste observé au niveau de la bande, mais aussi entre les bandes, soit lié à une légère différence d'orientation cristalline du grain de cuivre. C'est pourquoi l'EBSD a été utilisé pour quantifier ces désorientations.

4.2.2. Cartographies EBSD grossières

Les premiers scans EBSD ont été réalisés avec un pas grossier, en comparaison avec la dimension des bandes dénuées de précipités. Un exemple de cartographies réalisées avec un pas de 250 nm est ainsi présenté en [Figure 4-7](#) pour exposer les premiers résultats qu'il est possible d'en tirer.

Il est à noter que la cartographie d'orientation cristalline IPF a été représentée selon l'axe longitudinal (et non normal) uniquement dans le but de mieux observer les nuances de couleurs au sein du grain. De plus, le seuillage retenu pour la cartographie des joints de grains a été classiquement choisi pour matérialiser les HAGB (au-delà de 10°) et les LAGB, ces dernières étant généralement séparées en deux catégories. La première, entre 2° et 5° , caractérise notamment les parois de cellules de dislocations, tandis que celles comprises entre 5° et 10° correspondent généralement à une sous-structuration des grains [M. Jedrychowski, 2013].



[Figure 4-7](#) : Cartographies IPF (axe longitudinal), IQ et des joints de grains (GB), respectivement de gauche à droite, d'un grain d'une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ présentant des bandes dénuées de précipités (pas d'acquisition : 250 nm)

Le premier constat concerne la cartographie d'orientation cristalline. Les variations de couleurs, indiquées par la flèche et semblables à des vagues, sont identiques à celles remarquées en ECCI en [Figure 4-6](#). Ceci confirme donc que des variations d'orientations cristallines sont effectivement présentes au sein des grains présentant des bandes dénuées de précipités.

En se penchant ensuite sur la cartographie de qualité d'image, cette dernière présente par endroit, comme indiquée par la flèche, une diminution de l'IQ selon des bandes s'orientant à environ 45° par rapport à la verticale, ce qui indique donc la présence de défauts cristallins (SSD ou GND). Ces bandes correspondent effectivement aux bandes dénuées de précipités visibles en électrons rétrodiffusés (cf. [Figure 4-6](#)). Ainsi, comme expliqué au paragraphe 1.4.3.3, cette diminution est probablement liée à une déformation de la maille cristalline, traduisant la présence de dislocations dans cette zone. Ceci confirme donc la localisation de la déformation dans ces bandes. Enfin, pour les autres zones présentant une diminution d'IQ, notamment la bande traversant la cartographie de haut en bas, la variation de la qualité du cliché de diffraction est attribuée à la préparation de l'échantillon (rayures).

Enfin, en superposant en [Figure 4-7 \(IQ+GB\)](#) les joints de grains déterminés par la méthode LSM à la cartographie IQ, il apparaît que la désorientation de part et d'autre des bandes est généralement comprise entre 2 et 5° (en rouge sur la cartographie), mais peut localement dépasser les 5° (en jaune sur la cartographie). Toutefois, il faut garder en mémoire que la cartographie EBSD a été réalisée avec un pas de 250 nm, soit cinq fois la dimension moyenne d'une bande. Dans le cas présent, les LAGB représentés quantifient la désorientation à la fois de la bande et de son environnement direct.

Ainsi, pour décrire encore un peu mieux les phénomènes de désorientation cristalline autour des bandes dénuées de précipités, il est nécessaire de diminuer la taille du pas de balayage des cartographies EBSD.

4.2.3. Cartographies EBSD fines

Les résultats présentés en [Figure 4-8](#) sont issus d'un nouveau scan, réalisé sur le même grain que celui de la [Figure 4-7](#) (plus son voisin de gauche), mais à un pas bien plus faible. En effet, un pas de 50 nm a été retenu ici, soit approximativement la taille des bandes dénuées de précipités. À la lecture de la cartographie IQ+GB, les joints de grains de faible désorientation sont toujours présents. Étant donné que le pas d'acquisition a été diminué à l'échelle d'une bande, il peut donc être conclu que la désorientation de part et d'autre des bandes dénuées de précipités est importante. Elle est en effet régulièrement comprise entre 2 et 5°, et peut même dépasser les 5° par endroits.

Pour aller plus loin, comme évoqué à la fin du paragraphe 1.4.3.3, des critères caractérisant la désorientation peuvent également être employés en complément de ceux déjà présentés. Le premier utilisé dans le manuscrit utilise une approche de type noyau. Appelé KAM (pour *Kernel Average Misorientation*), il calcule la moyenne des désorientations $\Delta\theta_{pk}$ entre un pixel p et ses N voisins selon la formule de l'[Équation 9](#). Le critère KAM, dont les valeurs calculées sont représentées sous forme d'un dégradé de couleurs, peut être directement corrélé à la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) et caractérise donc les gradients de déformation à courte distance [M. Kamaya, 2009].

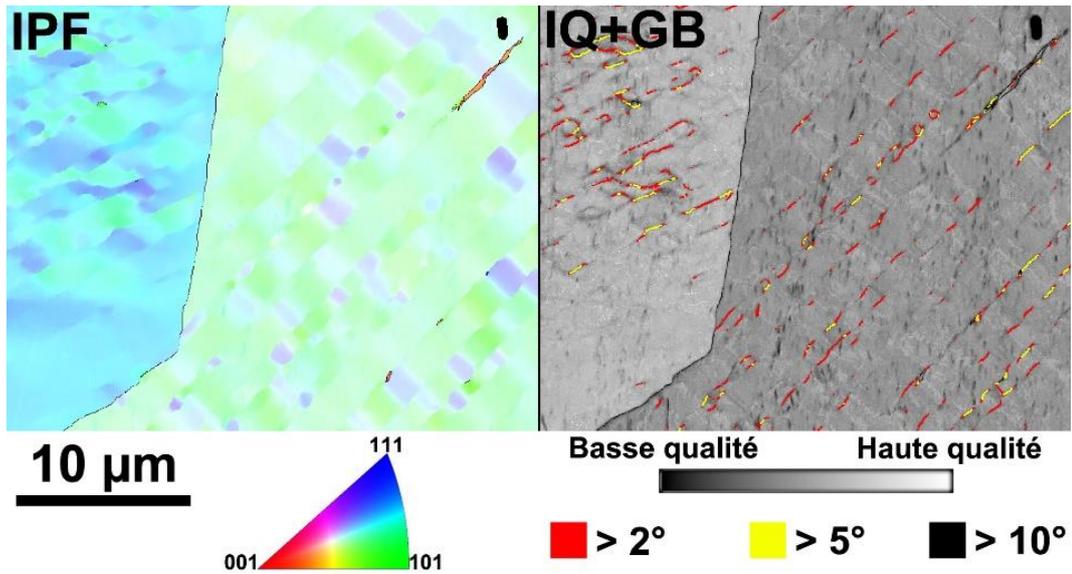


Figure 4-8 : Cartographies IPF (axe longitudinal) et IQ+GB de deux grains d'une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ présentant des bandes dénuées de précipités (pas d'acquisition : 50 nm)

Équation 9 : Définition du critère KAM au pixel p ayant N voisins

$$KAM_p = \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \Delta\theta_{pk}, \text{ pour } \Delta\theta_{pk} < \Delta\theta_{max}$$

Dans le cadre des résultats présentés dans la cartographie en Figure 4-9, $\Delta\theta_{max}$ a été fixée à 3° pour améliorer la lisibilité de la cartographie et pour se focaliser sur les LAGB de plus faible désorientation [M. Jedrychowski, 2013]. Surtout, seuls les premiers voisins, c'est-à-dire les pixels partageant avec le pixel de référence un côté ou un sommet au sein du même grain, ont été pris en compte dans le calcul.

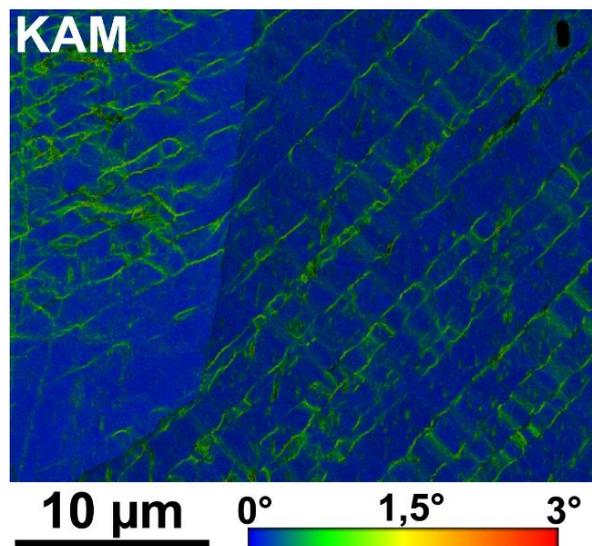


Figure 4-9 : Cartographie KAM de deux grains d'une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ présentant des bandes dénuées de précipités (pas d'acquisition : 50 nm)

Grâce au faible pas d'acquisition et à la bonne résolution angulaire au cours des acquisitions ($0,08^\circ$ avec les conditions expérimentales retenues), les bandes sont également bien visibles sur la cartographie KAM. Ces dernières étant majoritairement représentées en vert, il peut être conclu que le critère KAM moyen se situe autour de 1° au niveau des bandes, bien qu'il atteigne très localement près de 3° . De plus, la cartographie KAM permet de mettre en évidence la présence des zones désorientées entre les bandes, jusqu'ici uniquement observées en électrons rétrodiffusés ou sur les cartographies IPF. En effet, des segments perpendiculaires aux bandes sont également visibles, ayant également une désorientation de l'ordre de 1° .

Après une approche très locale des critères de désorientation (KAM), il est possible d'étendre l'étude des désorientations à l'échelle du grain à l'aide d'un second critère. En effet, le critère GROD (pour *Grain Reference Orientation Deviation*) permet de comparer chaque pixel à une référence choisie au sein du grain, comme décrit dans l'Équation 10. Le but du critère GROD est de comparer au sein d'un grain les zones les plus déformées par rapport aux zones les moins déformées. Pour cela, le pixel de référence est habituellement sélectionné pour correspondre au minimum de KAM de ce grain.

Équation 10 : Définition du critère GROD au pixel p

$$GROD_p = \Delta\theta_{pr} = \theta_p - \theta_r, \text{ où } \theta_r = KAM_{\text{mini}}$$

De ce fait, le critère GROD, dont les valeurs calculées sont représentées sous forme d'un dégradé de couleurs, permet de quantifier les gradients de désorientation à longue distance, ce qui traduit la variation de densité de GND à cette échelle [S.I. Wright, 2011]. Le GROD correspond donc à la caractérisation de la localisation de la déformation à l'échelle du grain. L'application du critère GROD aux données issues du même scan EBSD que pour la précédente cartographie est ainsi représentée en Figure 4-10.

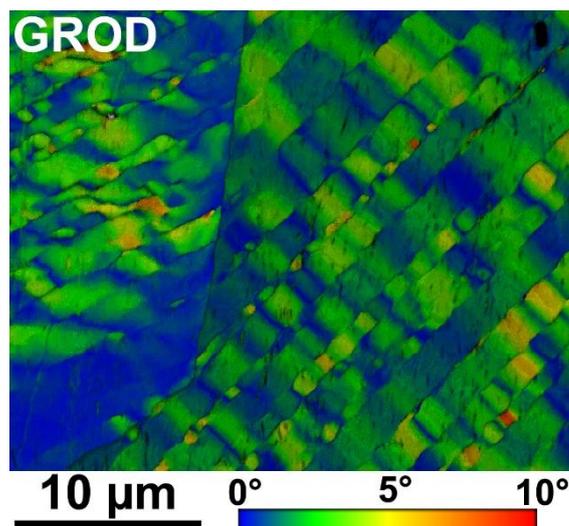


Figure 4-10 : Cartographie GROD de grains d'une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\epsilon_t = 1,5\%$ présentant des bandes dénuées de précipités (pas d'acquisition : 50 nm)

Ici, les bandes ne sont plus clairement visibles. En revanche, le critère GROD permet de mettre en avant la déformation présente au niveau des surfaces situées entre les bandes dénuées de précipités. En effet, au sein d'un même espace inter-bandes, le critère GROD peut varier ici de 0 à 10°. Ce critère a ainsi permis de mettre en évidence la déformation au sein de la matrice de cuivre. De plus, ce critère apparaît qualitativement comme le plus marquant, puisque la signature visuelle est facilement reconnaissable et qu'elle permet d'identifier aisément les grains affectés par la présence de bandes dénuées de précipités.

En conclusion, à l'aide des critères EBSD, la caractérisation de la déformation au sein d'un grain présentant des bandes dénuées de précipités peut être effectuée à deux échelles, se révélant être complémentaires.

Il est possible d'adopter d'une part une démarche très locale. Pour cela, la mesure des LAGB (selon la méthode LSM) permet de mettre en évidence une désorientation assez forte de part et d'autre des bandes, allant généralement de 2 à 5° mais pouvant également aller au-delà. En complément, l'utilisation du critère KAM permet de mieux visualiser l'étendue des bandes. Dans ce cas, la déformation moyenne autour de celles-ci s'établit à une valeur moyenne de 1° et pouvant aller très localement jusque 3°. De plus, le critère KAM permet de commencer à visualiser des zones déformées perpendiculairement aux bandes dénuées de précipités. Toutefois, ces deux critères, comparant les pixels directement voisins, sont logiquement affectés par le pas d'acquisition de la cartographie EBSD [M. Kamaya, 2006]. Même si les deux cartographies LAGB semblent visuellement semblables, la quantification de la somme des LAGB varie en fonction du pas retenu.

D'autre part, la visualisation des déformations peut s'opérer à une échelle plus importante. En effet, les cartographies IPF mettent déjà en évidence des variations d'orientation étendues. Toutefois, cette approche est purement qualitative. Pour améliorer la compréhension, il est alors possible d'appliquer ici le critère GROD, permettant de quantifier la déformation de la matrice de cuivre située entre les bandes. Les phénomènes mis en évidence s'étendant sur de plus longues distances, ce critère sera donc logiquement moins affecté par le changement de pas d'acquisition.

Maintenant que l'étude à l'échelle du grain est terminée, il est dorénavant possible de passer à l'échelle supérieure, c'est-à-dire à l'échelle de la microstructure, pour essayer de quantifier mésoscopiquement les phénomènes de plasticité de l'alliage NS5 en fatigue oligocyclique. Pour cela, les critères EBSD seront appliqués sur des éprouvettes rompues à différents niveaux de déformation.

4.3. Échelle mésoscopique au MEB

4.3.1. Méthodologie retenue

En changeant d'échelle pour passer du grain à la microstructure, il est impossible de conserver un pas d'acquisition de 50 nm, notamment pour des contraintes de temps d'utilisation des équipements. De ce fait, l'ensemble des cartographies EBSD réalisées dans cette partie a été effectuée sur le microscope FEI Quanta 400 avec un pas d'acquisition de 400 nm. Cette valeur a été retenue à la suite d'une étude préliminaire explicitée au sein de l'Annexe 3 : Détermination du pas d'acquisition pour les cartographies EBSD réalisées sur le FEI Quanta 400.

Ainsi, certains critères EBSD précédemment présentés ne sont plus applicables ici. En effet, il n'est plus possible de caractériser les bandes dénuées de précipités à l'échelle locale, la dimension de ces dernières étant 8 fois inférieure à celle du pas. En conséquence, la mesure des joints de grains de faible désorientation et l'utilisation du critère KAM ont été exclues dans la suite du manuscrit.

En revanche, il reste possible d'appliquer le critère GROD puisqu'il caractérise des désorientations sur de plus longues distances. De ce fait, la mesure des désorientations entre les bandes devrait permettre de caractériser les phénomènes de plasticité en fatigue oligocyclique de l'alliage NS5. Toutefois, la caractérisation à l'aide du GROD est cantonnée au niveau d'un grain, et la comparaison entre les différents grains reste qualitative.

Pour contourner ce défaut et ainsi permettre la comparaison quantitative des grains entre eux, il est possible d'utiliser un nouveau critère nommé GOS (pour *Grain Orientation Spread*). Décrit par l'Équation 11, il correspond à la moyenne du GROD au sein d'un grain.

Équation 11 : Définition du critère GOS au grain g composé de N pixels

$$GOS_g = \frac{1}{N} \sum_{p=1}^N GROD_p$$

4.3.2. Influence du niveau de déformation en fatigue

Pour débiter la caractérisation des phénomènes de plasticité à l'échelle mésoscopique, l'influence du niveau de déformation en fatigue a d'abord été étudiée. Le but est en effet de mettre les données présentées ci-dessous en parallèle des micrographies obtenues en microscopie en transmission.

Afin de représenter au mieux les phénomènes de plasticité au sein de l'alliage NS5, plusieurs cartographies EBSD ont été réalisées sur la zone utile d'éprouvettes rompues, ces dernières ayant été au préalable repolies pour supprimer la topographie en surface. Le cumul des surfaces analysées, regroupé dans le Tableau 4-1, excède toujours 0,5 mm².

Tableau 4-1 : Cumul des surfaces des éprouvettes rompues analysées en EBSD

$\Delta\varepsilon_t$ (%)	0,9	1,0	1,2	1,35	1,5
Plasticité cumulée (%)	500	820	1300	1400	820
Surface (mm ²)	1,22	1,22	0,507	0,874	0,822

L'évolution du GOS moyen calculé sur l'ensemble de ces cartographies est ainsi présentée en [Figure 4-11](#) (a) en fonction de la variation de déformation totale appliquée à l'éprouvette. Puisque les éprouvettes ne présentent pas toutes la même taille de grains, le GOS a été calculé par rapport à la surface qu'ils occupent pour éviter les disparités liées au nombre de grains analysés. La lecture du graphique met en évidence que certaines éprouvettes présentent un niveau de déformation moyen des grains très supérieur à celui attendu initialement. En effet, bien que la plasticité cumulée soit équivalente à $\Delta\varepsilon_t = 1,0$ % et à $\Delta\varepsilon_t = 1,5$ % (cf. [Tableau 4-1](#)), le GOS moyen maximal est pourtant atteint dans le premier des deux cas cités. De plus, l'écart-type des valeurs mesurées, représenté par les barres d'erreur sur le graphique, est d'autant plus important que le GOS moyen est élevé.

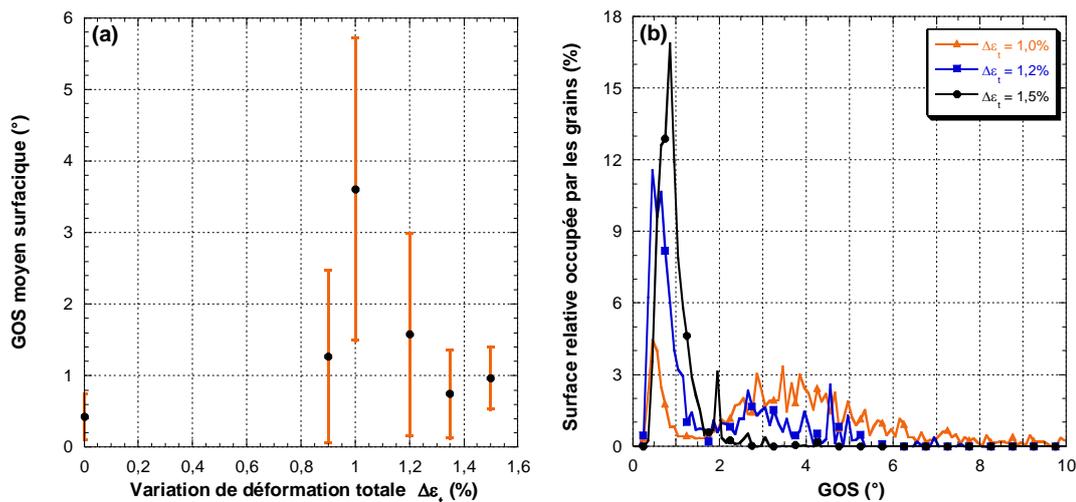


Figure 4-11 : Évolution du GOS moyen surfacique à rupture en fonction du niveau de déformation appliqué (a) et répartition du GOS surfacique en fonction de la surface relative occupée par les grains pour différents niveaux de déformation (b)

Pour mieux comprendre ces mesures, la répartition des valeurs de GOS en fonction de la surface occupée par les grains a été représentée pour trois niveaux de déformation en [Figure 4-11](#) (b). Deux familles de GOS semblent s'en dégager, la première étant comprise entre 0 et 2°, quand la seconde présente des valeurs plus élevées allant jusqu'à 8° (et plus rarement au-delà). Alors que les valeurs de GOS excédant 3° sont totalement absentes à $\Delta\varepsilon_t = 1,5$ %, elles sont bien visibles à $\Delta\varepsilon_t = 1,2$ % et même très marquées à $\Delta\varepsilon_t = 1,0$ %. Dans le dernier cas, le cumul des grains fortement désorientés est ainsi bien plus élevé que celui des grains faiblement désorientés. La lecture de ce graphique permet donc de mieux

comprendre les variations de GOS moyen sur l'ensemble des cartographies, mais également la variabilité de l'écart-type en fonction du niveau de déformation.

Les éprouvettes rompues en alliage NS5 présentent donc des signatures GOS différentes en fonction du niveau de déformation appliqué. Ceci semble donc indiquer que les phénomènes de plasticité peuvent prendre différentes formes. Pour le vérifier, il est donc nécessaire d'utiliser l'OIM pour essayer de les visualiser. Pour illustrer, une zone carrée de 360 μm de côté a été sélectionnée pour chaque niveau de déformation. L'ensemble des cartographies résultantes (IPF, GROD et GOS) est ainsi regroupé en [Figure 4-12](#) et en [Figure 4-13](#). Un niveau de référence, correspondant à une éprouvette non déformée, a également été ajouté afin d'avoir un point de comparaison avec l'état initial du matériau.

L'éprouvette de référence (cf. [Figure 4-12](#)) présente logiquement un niveau de GROD très faible sur l'ensemble de la zone choisie, impliquant une valeur de GOS presque toujours inférieure à $0,6^\circ$. Ces observations sont concordantes avec l'absence de déformation de l'alliage à l'état initial, grâce notamment à la recristallisation dynamique ayant lieu au cours du procédé de fabrication de l'alliage et à la relaxation due au traitement thermique final de durcissement structural par précipitation. Toutefois, un grain semble bien plus déformé que les autres (apparaissant en orange sur la cartographie GOS). Dans ce cas, la valeur élevée correspond plutôt à un problème de choix de référence pour le calcul du GROD. En effet, il est possible que le joint de grains calculé par la méthode LSM soit mal défini à un endroit, formant en OIM un grain plus gros dont les deux extrémités sont fortement désorientées. Cet artefact étant peu fréquent, il n'affecte donc que très peu le niveau de GOS moyen sur l'ensemble des cartographies.

À l'opposé, pour le niveau de déformation le plus élevé (cf. $\Delta\epsilon_t = 1,5\%$ en [Figure 4-13](#)), les marques de désorientation sont bien présentes, aussi bien sur la cartographie IPF que pour les critères GROD et GOS. La matrice déformée entre les bandes est bien visible et l'apparence visuelle des cartographies IPF et GROD est ainsi très similaire à celles présentées à l'échelle du grain en [Figure 4-8](#) et en [Figure 4-10](#), à la baisse de résolution près (due à l'augmentation du pas d'acquisition). Bien que les valeurs de GROD atteignent ponctuellement près de 12° , la majeure partie de cette cartographie est comprise dans la gamme de couleur allant du bleu au jaune, induisant une valeur de GOS majoritairement comprise autour de 1° , comme représenté en [Figure 4-11](#) (b). Il peut donc être conclu que la formation des bandes dénuées de précipités génère un critère GOS compris essentiellement entre $0,6$ et $1,8^\circ$ (vert ou jaune). Les grains bleus peuvent être alors considérés comme peu actifs concernant leur participation aux phénomènes de plasticité.

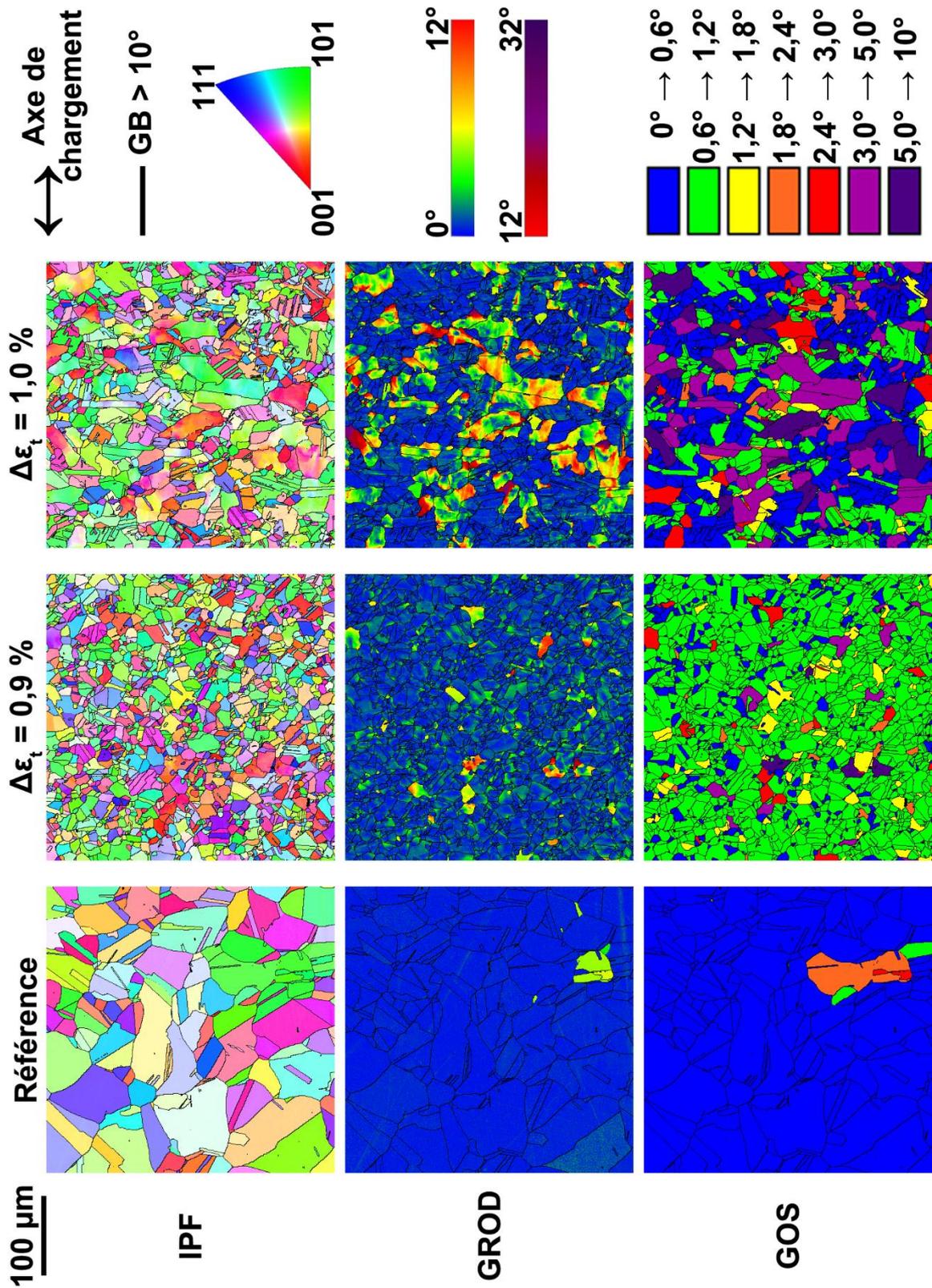


Figure 4-12 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS d'éprouvettes en alliage NS5, l'une étant non déformée (Référence), les autres étant rompues par fatigue à $\Delta\epsilon_t = 0,9 \%$ et $\Delta\epsilon_t = 1,0 \%$ (pas d'acquisition : 400 nm)

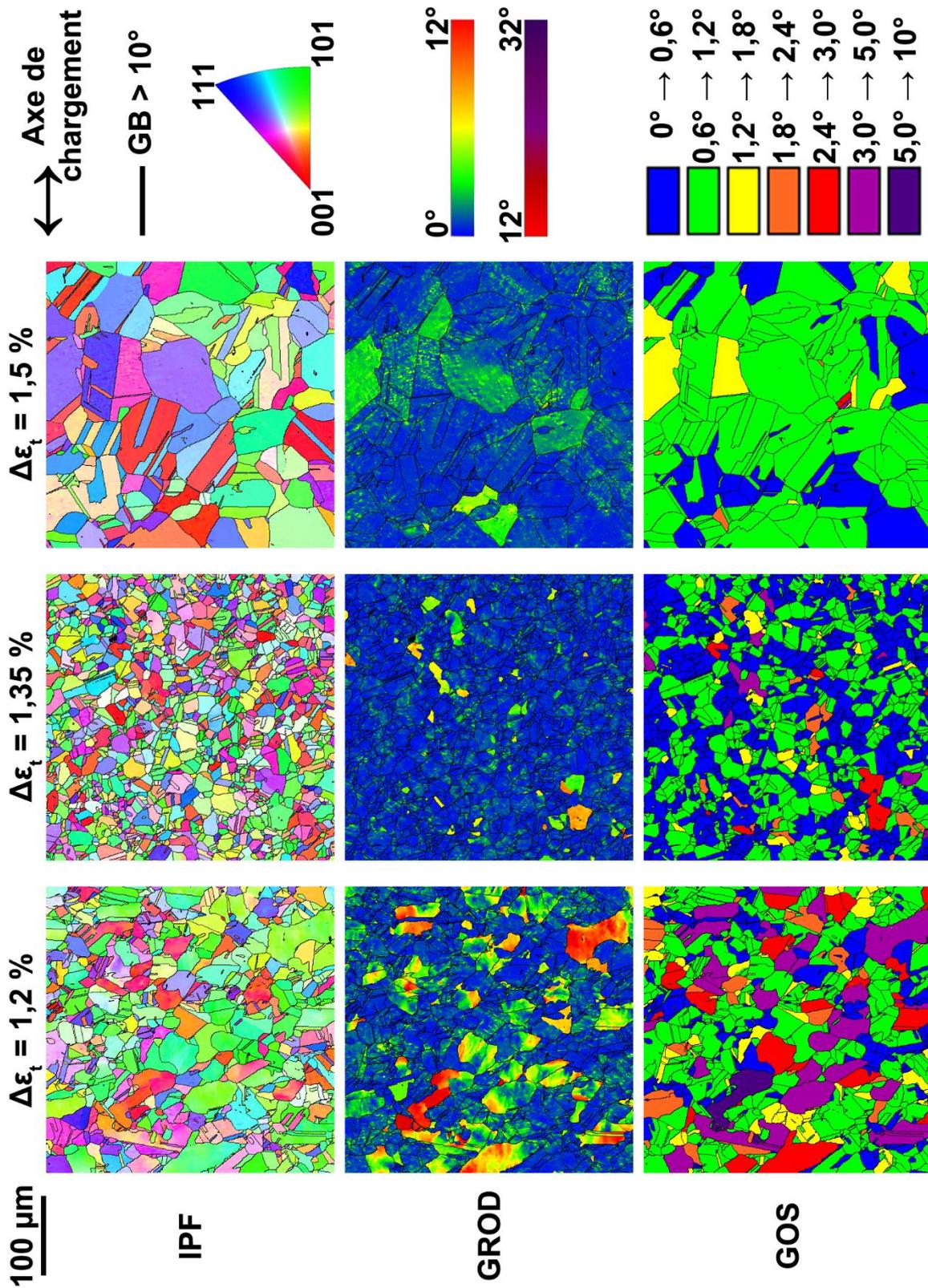
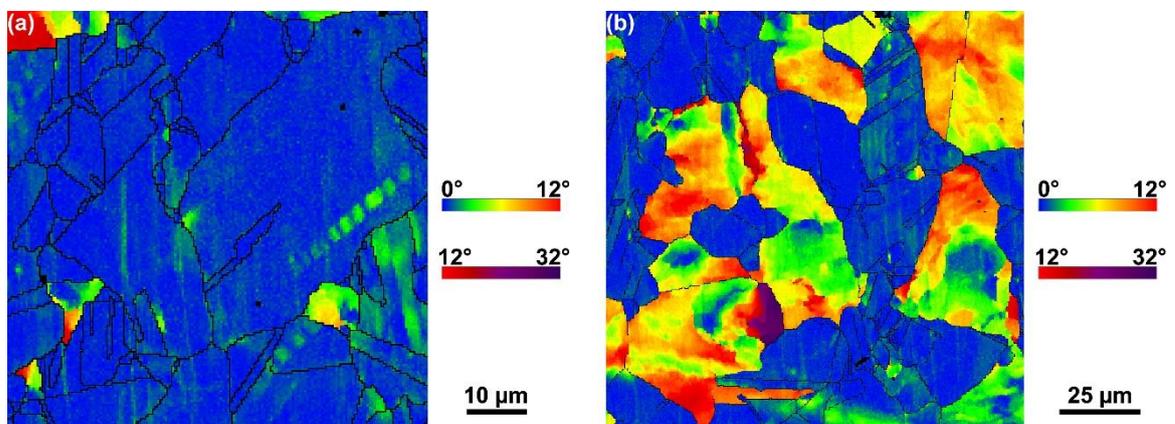


Figure 4-13 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS d'éprouvettes en alliage NS5 rompues par fatigue à $\Delta \epsilon_t = 1,2 \%$, $\Delta \epsilon_t = 1,35 \%$ et $\Delta \epsilon_t = 1,5 \%$ (pas d'acquisition : 400 nm)

Pour les niveaux de déformation intermédiaires, notamment pour $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ et $\Delta\varepsilon_t = 1,2 \%$, les cartographies GROD révèlent également la présence de grains comportant des bandes dénuées de précipités, dont un exemple est présenté en [Figure 4-14](#) (a). Toutefois, leur proportion est largement minoritaire. En effet, de nombreux grains présentent des niveaux de GROD bien supérieurs à ceux observés à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$, pouvant atteindre localement près de 32° . Une illustration d'une de ces zones est exposée en [Figure 4-14](#) (b). Les grains semblent composés de zones circulaires au sein desquelles la valeur de GROD est constante. De ce fait, le niveau de GOS résultant est fréquemment compris entre $2,4^\circ$ et 5° . Les cartographies réalisées pour l'éprouvette cyclée à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ comprennent également un nombre important de grains dont la valeur de GOS est comprise entre 5° et 10° . Ceci explique donc pourquoi le GOS moyen sur l'ensemble des cartographies EBSD est bien supérieur pour une variation de déformation totale comprise entre $0,9 \%$ et $1,2 \%$ par rapport au cas $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$.



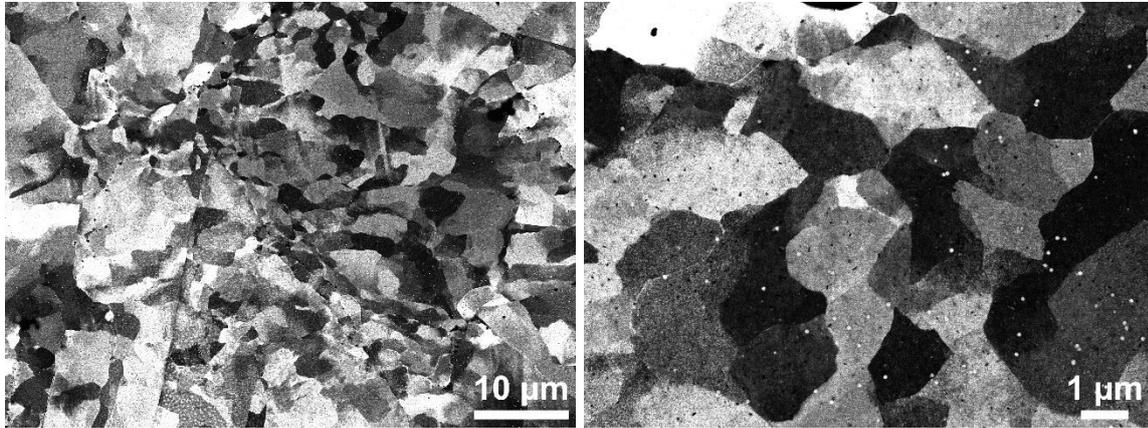
[Figure 4-14](#) : Cartographies GROD d'une éprouvette en alliage NS5 rompue par fatigue à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ présentant à la fois des bandes dénuées de précipités (a) et des grains fortement désorientés (b) (pas d'acquisition : 400 nm)

En utilisant la technique ECCI à l'aide du MEB-FEG Jeol, il a été possible de trouver l'origine de ces importantes désorientations. Étonnamment, alors que rien ne l'avait laissé présager jusqu'ici, notamment après l'étude TEM, la forte déformation des grains est liée à la présence d'une grande densité de cellules de dislocations, comme le prouvent les clichés présentés en [Figure 4-15](#). La dimension de ces dernières varie en fonction des grains, allant du micromètre à une dizaine de micromètres.

Deux niveaux de déformation restent à commenter pour terminer l'étude des cartographies EBSD en [Figure 4-12](#) et en [Figure 4-13](#).

D'une part, à $\Delta\varepsilon_t = 1,35 \%$, la majeure partie des grains présente des bandes dénuées de précipités. Le critère GROD indique visuellement que la densité de bandes est toutefois moins intense qu'à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$, ce qui est confirmé par un niveau de GOS plus faible dans ces grains (la proportion de grains bleus est en effet plus grande). Toutefois, quelques rares

grains présentent un niveau de GOS supérieur à 3° et la signature visuelle en GROD correspond à la présence de cellules de dislocations. De ce fait, le GOS moyen sur l'ensemble des cartographies est globalement plus faible qu'à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$, mais l'écart-type sur les mesures est ici plus important. Ceci correspond effectivement au graphique présenté en [Figure 4-11](#) (a).



[Figure 4-15](#) : Micrographies MEB en ECCI d'une éprouvette en alliage NS5 rompue par fatigue à $\Delta\varepsilon_t = 1,0\%$ présentant des cellules de dislocations

D'autre part, à $\Delta\varepsilon_t = 0,9\%$, aucun grain ne semble présenter de bandes dénuées de précipités. En revanche, les niveaux de GROD et de GOS sont déjà importants dans quelques grains. L'orientation favorable de ces derniers a ainsi permis la formation de cellules de dislocations. Pour le reste des grains apparaissant en vert sur la cartographie GROD, il peut être supposé que les cellules sont en cours de formation, ce qui conduit à un niveau de désorientation intermédiaire et à une signature visuelle ne correspondant à aucun des deux phénomènes majeurs identifiés jusqu'ici.

Pour aller plus loin dans la compréhension des phénomènes d'endommagement en fatigue oligocyclique de l'alliage NS5, il est maintenant nécessaire de déterminer si la formation des cellules de dislocations et l'apparition des bandes dénuées de précipités sont des phénomènes distincts ou s'ils constituent différentes étapes d'un même mécanisme d'accommodation de la déformation cyclique. Le but du paragraphe suivant, à l'aide de caractérisations EBSD supplémentaires, est donc de proposer un mécanisme d'endommagement de l'alliage NS5.

4.4. Mécanismes de plasticité cyclique du NS5

4.4.1. Apport d'un essai interrompu à la compréhension des phénomènes

Pour répondre à l'interrogation précédente, un essai interrompu a été mis en place. Réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$, le chargement cyclique, dont l'évolution de l'amplitude de contrainte est rappelée en [Figure 4-16](#), a été interrompu à quatre reprises :

- à 30 cycles pour correspondre au pic de durcissement de l'alliage NS5,
- à 100 cycles pour se placer au début de l'adoucissement cyclique,
- à 200 cycles pour correspondre à la baisse de l'intensité de l'adoucissement,
- et finalement à 700 cycles pour se placer à 50 % de la durée de vie de l'éprouvette.

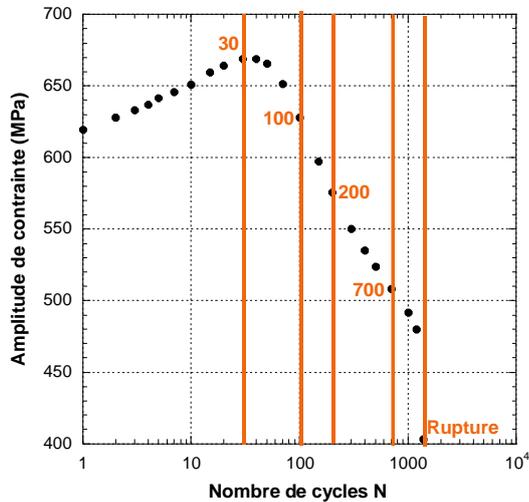


Figure 4-16 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles au cours d'un essai interrompu réalisé à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$

Après chaque arrêt, les éprouvettes ont été étudiées à l'aide des critères EBSD précédemment présentés. Une sélection des données récoltées est ainsi présentée en [Figure 4-17](#). Les résultats obtenus ont été confrontés à ceux obtenus pour une autre éprouvette rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$, dont les données ont déjà été présentées au paragraphe 4.3.2.

L'éprouvette utilisée, dont les surfaces ont été initialement préparées de la même façon que celle décrite au paragraphe 2.2.1, n'a pas été polie à nouveau après les interruptions à 30 et 100 cycles, la faible topologie en surface ne perturbant pas les résultats des scans EBSD. En revanche, la surface a été préparée à nouveau avant les observations à 200 et 700 cycles. Enfin, le cumul des surfaces analysées a été regroupé au sein du [Tableau 4-2](#).

Tableau 4-2 : Cumul des surfaces analysées en EBSD au cours de l'essai interrompu

Nombre de cycles	30	100	200	700	Rupture
Plasticité cumulée (%)	12	40	90	380	820
Surface (mm ²)	1,09	0,845	0,879	0,658	0,822

Pour compléter l'analyse des cartographies, en analogie avec la [Figure 4-11](#), l'évolution du GOS surfacique en fonction du nombre de cycle est représentée en [Figure 4-18](#).

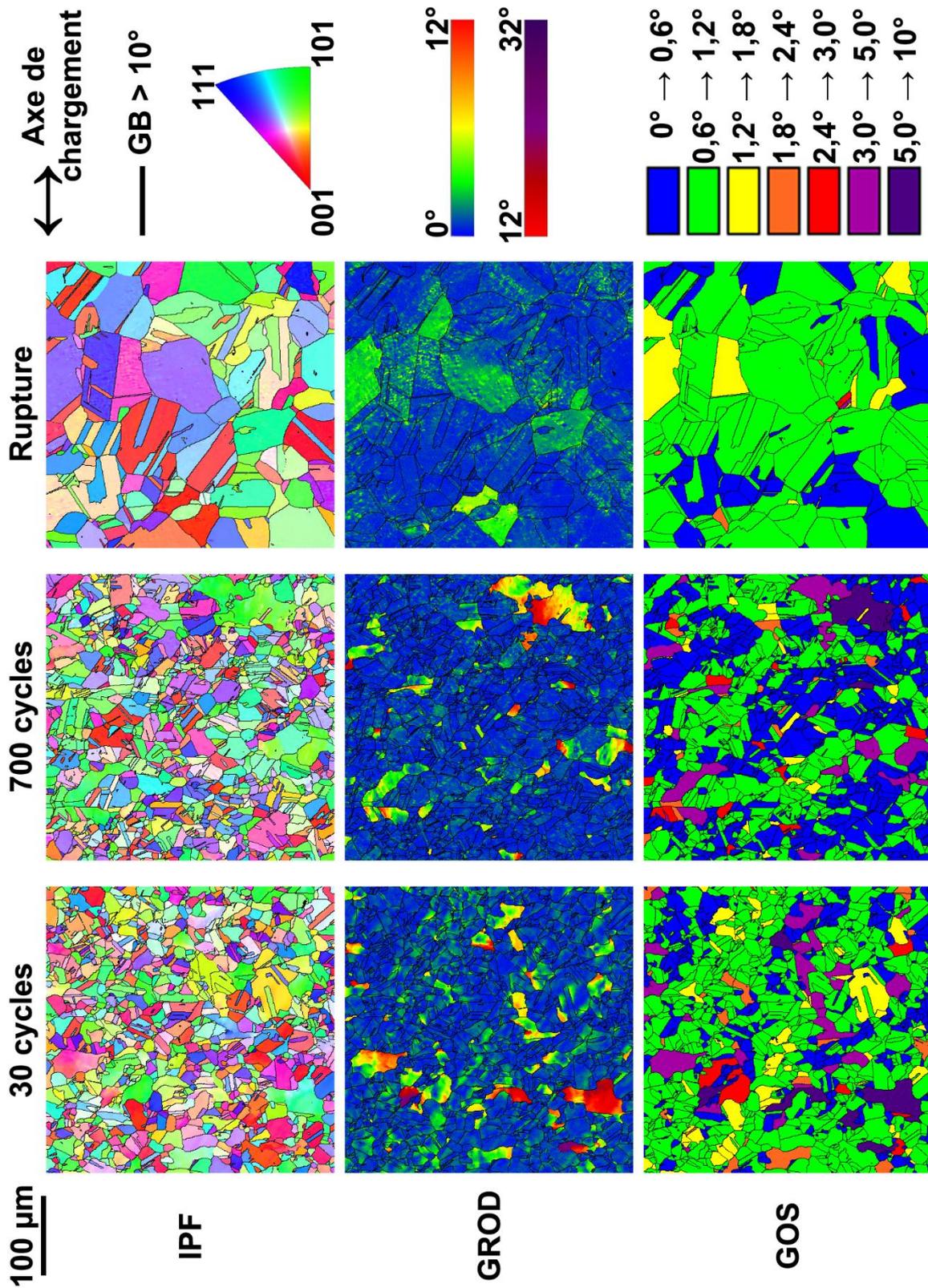


Figure 4-17 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS d'éprouvettes en alliage NS5 en fonction du nombre de cycles de fatigue effectués à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ (30 cycles = pic de durcissement / 700 cycles = 50 % de la durée de vie / Rupture à 1375 cycles) (pas d'acquisition : 400 nm)

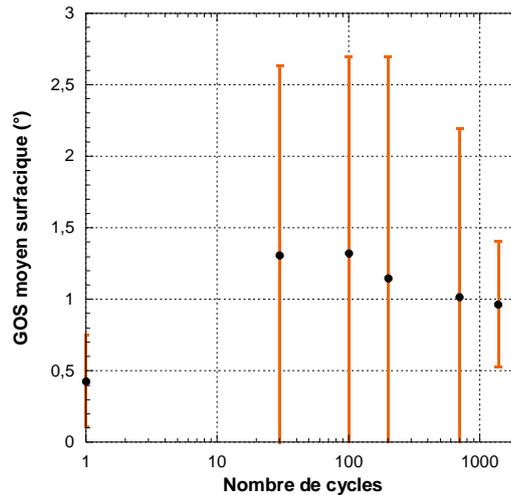


Figure 4-18 : Évolution du GOS moyen surfacique d'une éprouvette en alliage NS5 en fonction du nombre de cycles pour un essai conduit à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$

Pour débiter l'exploitation des cartographies de la [Figure 4-17](#), aucun grain ne semble arborer la signature visuelle GROD des bandes dénuées de précipités après la première interruption à 30 cycles. En revanche, il apparaît très clairement que certains grains présentent un niveau de GROD très élevé. En conséquence, le niveau de GOS de ces grains est alors également important (de 3 à 10°). De plus, la signature visuelle GROD de ces grains ressemble à celle des grains des éprouvettes rompues à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ ou 1,2 %, c'est-à-dire les grains présentant des cellules (cf. [Figure 4-12](#) et [Figure 4-13](#)).

En supplément, le niveau de GOS moyen mesuré à 30 cycles semble également indiquer que l'accommodation cyclique de la déformation ne passe pas ici par la présence de bandes dénuées de précipités. La valeur du GOS moyen est logiquement plus élevée du fait de la présence de grains fortement déformés. Mais c'est surtout l'écart-type important, représenté par les barres d'erreur, qui tend à montrer que des cellules se sont formées dans les grains balayés au cours des scans EBSD.

De ce fait, la formation de cellules de dislocations est également suspectée après 30 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$. Pour compléter l'analyse, des images MEB-ECCI, dont font partie celles présentées en [Figure 4-19](#), permettent de s'assurer de leur présence. Il peut donc être conclu qu'elles sont effectivement à l'origine des fortes désorientations observées dans certains grains.

Les données collectées après les interruptions à 100 et 200 cycles n'ont pas été ajoutées à la [Figure 4-17](#). En effet, comme le montre le graphique en [Figure 4-19](#), le GOS moyen et l'écart-type relevés diffèrent très peu de ceux de la première interruption. De plus, les cartographies GROD sont très semblables à celles réalisées après 30 cycles. L'observation en MEB-ECCI des surfaces tend à prouver que les cellules évoluent peu par rapport à la première interruption, comme en témoigne les micrographies en [Figure 4-20](#).

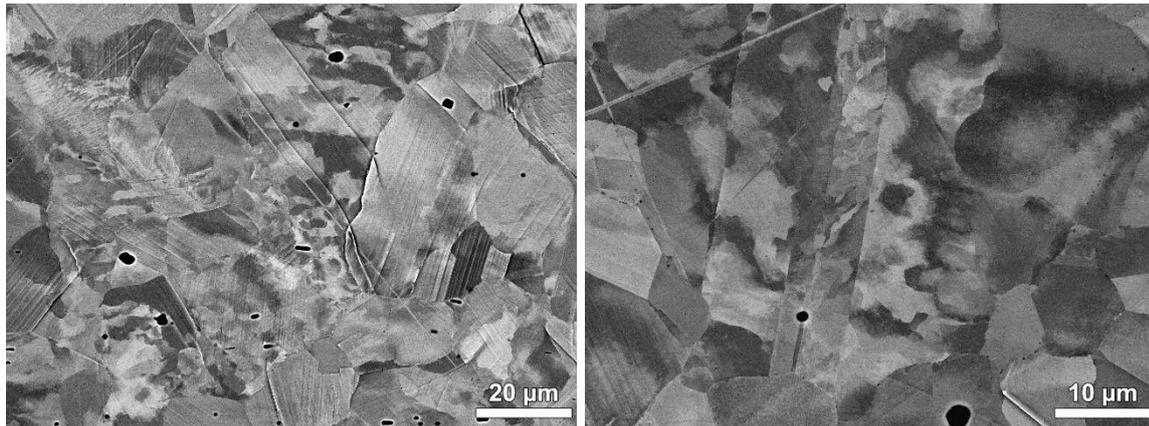


Figure 4-19 : Micrographies MEB-ECCI d'une éprouvette en alliage NS5 présentant des cellules de dislocations après 30 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$

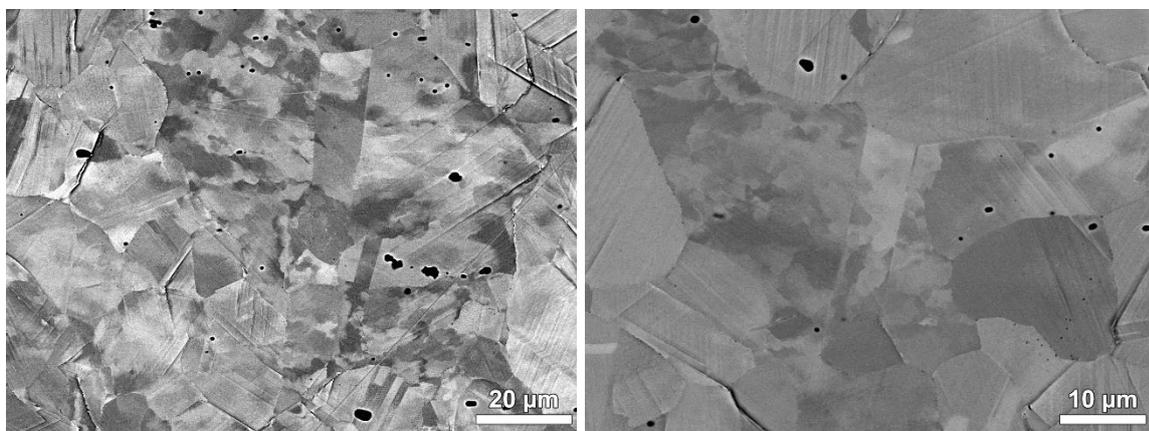
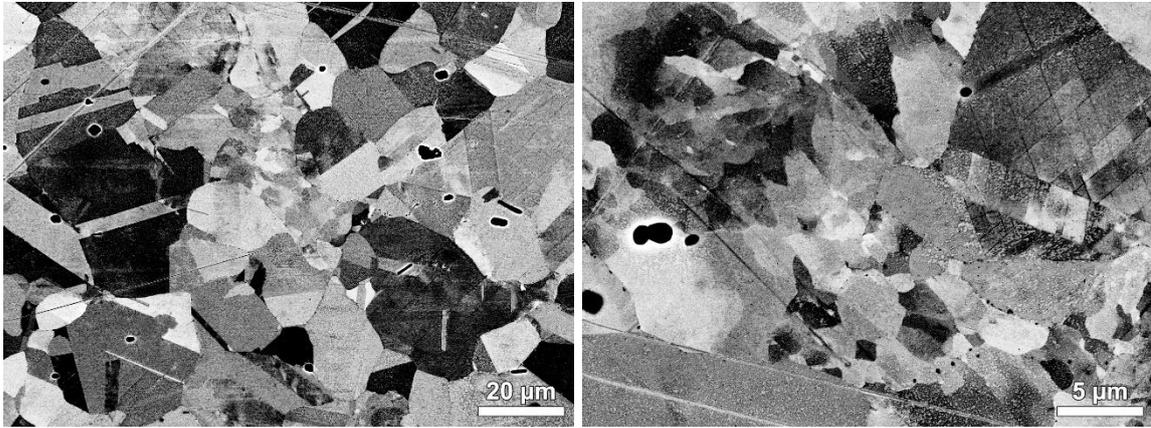


Figure 4-20 : Micrographies MEB-ECCI d'une éprouvette en alliage NS5 présentant des cellules de dislocations après 100 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$

Les arrêts effectués à 100 et 200 cycles apportent peu d'informations sur la compréhension des phénomènes de plasticité cyclique de l'alliage NS5. Il a donc été décidé de poursuivre l'essai interrompu jusqu'à la moitié de la durée de vie moyenne des éprouvettes déformées à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$, soit 700 cycles.

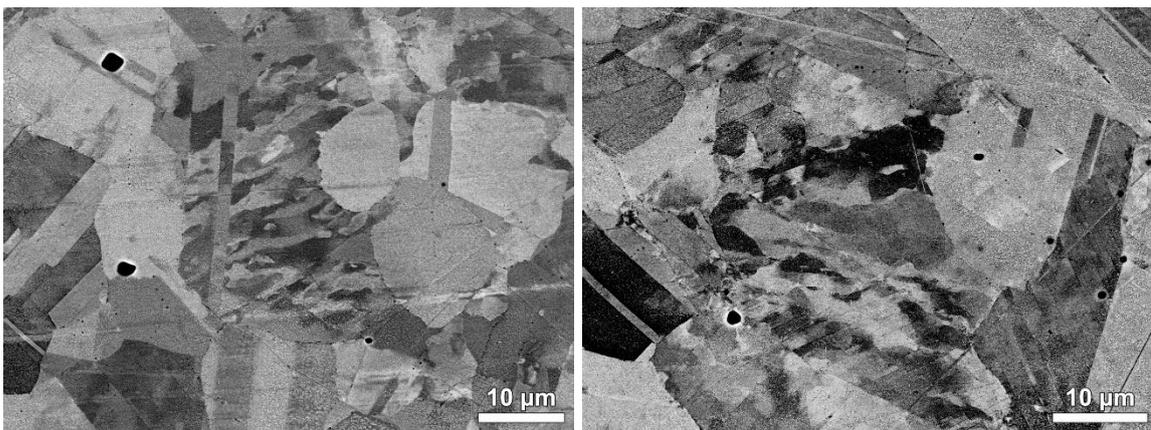
L'aspect visuel des cartographies EBSD issues de cette dernière interruption (cf. [Figure 4-17](#)) est similaire à celui des cartographies pour l'éprouvette rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,35\%$ (cf. [Figure 4-13](#)). Les bandes dénuées de précipités sont désormais présentes dans de nombreux grains. L'amplitude de la déformation entre les bandes reste toutefois plus faible que celle observée à rupture. De plus, dans le même temps, d'autres grains présentent des niveaux de GROD et de GOS importants, impliquant probablement la présence de cellules de dislocations. La dualité des deux phénomènes permet de justifier le plus faible niveau de GOS moyen en [Figure 4-18](#). De même, la plus forte proportion visuelle de grains présentant des bandes (en comparaison de ceux présentant des cellules) explique la diminution marquée de l'écart-type sur la mesure de GOS moyen.

Pour suivre la même méthodologie, la vérification des phénomènes suspectés a été effectuée à l'aide de micrographies en MEB-ECCI. Comme présenté sur les clichés en [Figure 4-21](#), la dualité bandes/cellules est validée, puisque certains grains présentent des bandes dénuées de précipités tandis que des cellules de dislocations sont visibles dans d'autres.



[Figure 4-21](#) : Micrographies MEB-ECCI montrant des grains voisins présentant des cellules de dislocations ou des bandes dénuées de précipités (éprouvette en alliage NS5 sollicitée pendant 700 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$)

Un phénomène plus marquant a également été observé. En effet, comme illustrés en [Figure 4-22](#), certains grains présentent à la fois des cellules et des bandes dénuées de précipités. Ceci permet donc de démontrer que les deux phénomènes ne sont pas distincts, mais bien interactifs. De plus, il semble que les cellules soient cisailées par les bandes. Sachant que les cellules ne sont plus observées après la rupture, il peut donc être supposé que la formation des bandes induit une disparition des cellules.



[Figure 4-22](#) : Micrographies MEB en ECCI montrant des grains présentant à la fois des bandes dénuées de précipités et des cellules de dislocations (éprouvette en alliage NS5 sollicitée 700 cycles à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$)

En conclusion, à l'aide de l'essai interrompu à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ analysé à l'aide des critères EBSD et de l'image MEB-ECCI, il a été démontré que les cellules se forment à la suite de la sollicitation cyclique, et ce dès les premières dizaines de cycles. La poursuite de l'essai permet de former des bandes dénuées de précipités au sein même des grains présentant des cellules de dislocations. Ces dernières semblent alors cisailées et tendent à disparaître. En effet, à rupture, les grains ne semblent plus présenter que des bandes dénuées de précipités. Il reste désormais à proposer un mécanisme permettant la formation des deux systèmes d'accommodation de la plasticité cyclique, mais également le passage de l'un à l'autre.

4.4.2. Discussion et proposition d'un mécanisme

4.4.2.1. Connaissances initiales

Selon la littérature, les structures de dislocations formées par fatigue dépendent de facteurs métallurgiques (composition chimique, système cristallin, traitement thermique, ...) et de facteurs expérimentaux (température, milieu, déformation totale imposée, vitesse de déformation, ...). Les différentes structures ont été largement étudiées par le passé sur le cuivre. Ce dernier présente en effet différents avantages. D'abord, le contrôle de sa pureté permet de faire tendre le taux d'impureté vers zéro (*Oxygen Free High Conductivity*). Dans ce cas, son énergie de défaut d'empilement, facilement mesurable, est considérée comme élevée, ce qui rend le glissement dévié facile. De plus, la croissance de monocristaux est aisée, ce qui permet le contrôle de leur orientation et donc de leurs systèmes de glissement activables. La courbe d'érouissage cyclique du cuivre monocristallin, illustrée en [Figure 4-23](#), peut être divisée en trois régions en fonction du niveau de déformation plastique.

Les bandes de glissement persistantes (PSB), noyées dans une matrice, sont usuellement observées pour les niveaux de déformation intermédiaires, schématisés par la région B sur la [Figure 4-23](#). Cette structure biphasée (matrice + PSB) ne requiert qu'un seul système de glissement, et la fraction volumique de PSB est reliée à la valeur de la déformation plastique [P. Lukáš, 2004]. La déformation plastique cyclique se localise alors en leur sein. Pour le cuivre, l'accommodation de la déformation plastique se traduit par le glissement irréversible des dislocations dont le taux de formation est égal au taux d'annihilation.

Lorsque du glissement multiple est activé, grâce notamment à l'augmentation du niveau de déformation (région C en [Figure 4-23](#)), des cellules de dislocations vont alors se former préférentiellement [F. Ackermann, 1984]. Par exemple, l'augmentation du niveau de déformation peut avoir lieu à une échelle locale, comme au niveau du concentrateur de contrainte en fond d'entaille au cours de la fissuration d'un alliage [J. Ahmed, 2001]. La structure cellulaire est considérée comme la structure de plus faible énergie. Elle n'est pas typique de la fatigue et peut se rencontrer en sollicitation monotone, comme par exemple en fluage.

Les PSB peuvent également se former dans des alliages comme l'acier inoxydable austénitique type 316L. Cependant, dans le cas de la fatigue oligocyclique de ce dernier, l'apparition de cellules de dislocations a été observée au sein des PSB initialement formées. En effet, l'énergie de faute d'empilement est suffisamment élevée pour favoriser le glissement dévié. Toutefois, l'équilibre des PSB est perturbé par une production des dislocations plus importante que leur annihilation [J.-B. Vogt, 1991]. Ceci tend à prouver que les cellules de dislocations constituent une phase plus stable. Elles sont d'ailleurs considérées comme étant la structure de plus basse énergie.

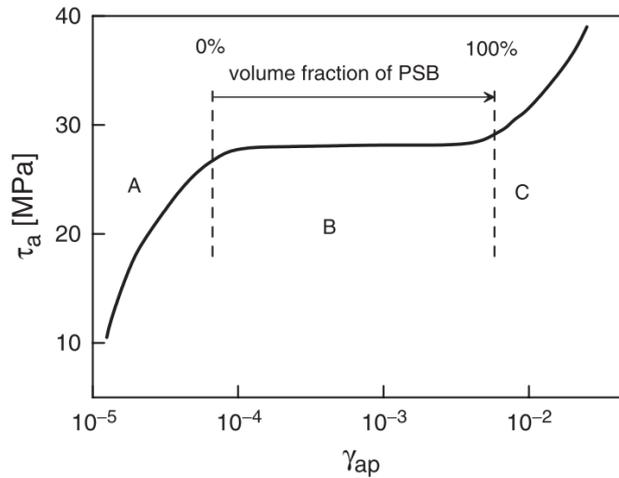


Figure 4-23 : Courbe contrainte-déformation cyclique d'un monocristal de cuivre orienté pour le glissement simple [P. Lukáš, 2004]

En revanche, la formation des PSB à partir de cellules de dislocations est bien moins fréquente. En effet, seules quelques publications font référence à la dégradation des cellules et à la formation de PSB au sein d'elles. Dans les deux cas référencés, cette transition était due à une diminution du niveau de déformation appliqué à l'éprouvette au cours de l'essai [J.-B. Vogt, 1991; C. Watanabe, 2002].

Du fait de la rareté d'observation de cette séquence dans cet ordre, il est maintenant nécessaire de se pencher sur les raisons pouvant mener à ce phénomène au sein de l'alliage NS5.

4.4.2.2. Déformation plastique faible

Tout d'abord, pour les grains où la déformation plastique est faible, l'accommodation cyclique passe par des mécanismes de déformations quasi élastiques de va et vient des dislocations, celles-ci interagissant très peu entre elles ou avec les précipités. Ceci explique la présence sur les observations MET de débris de dislocations, ou de quelques dislocations pincées entre deux précipités. Le niveau de désorientation est alors très faible, impliquant des valeurs de GROD et de GOS basses. Ainsi, le mécanisme d'accommodation de la déformation peut être schématisé comme en Figure 4-24 (b).

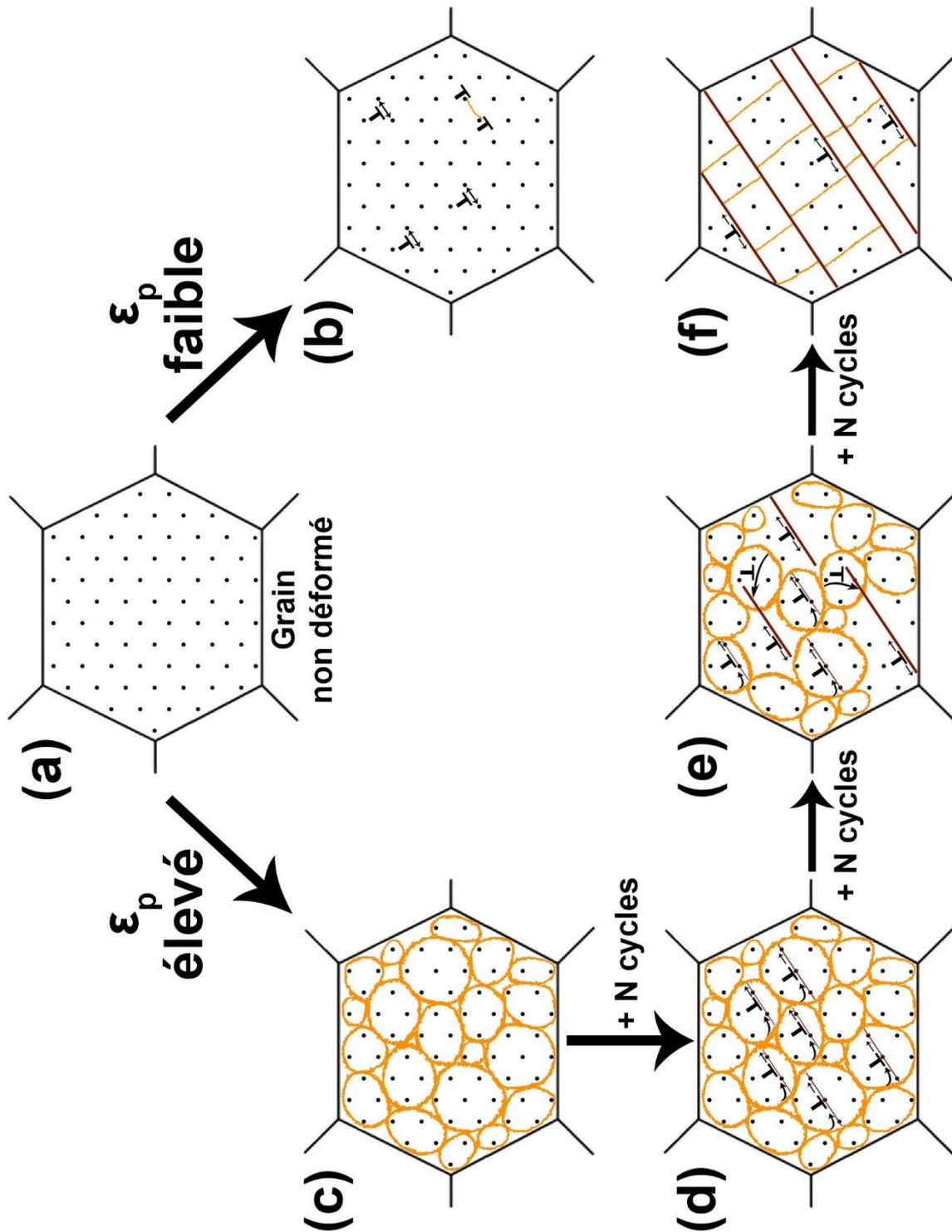


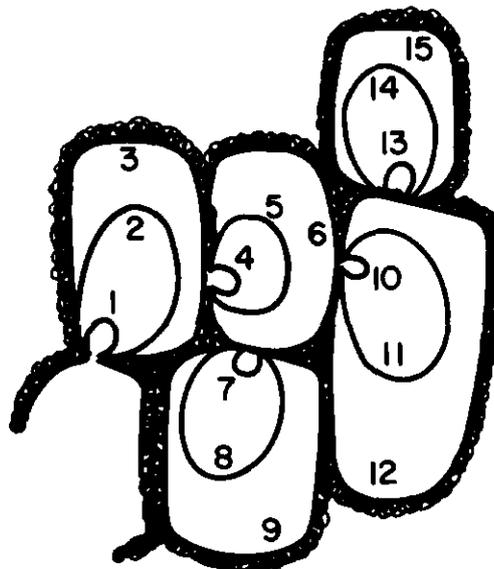
Figure 4-24 : Schématisation des mécanismes d'accommodation de la plasticité cyclique de l'alliage NS5

4.4.2.1. Déformation plastique importante

Pour le restant des grains, le mécanisme est plus complexe que celui initialement imaginé à l'aide des micrographies MET des échantillons à rupture (cf. paragraphe 4.1.3). L'étape finale résulte effectivement en la formation de bandes dénuées de précipités, comme vérifié chimiquement en MET-EDS. Toutefois, pour atteindre cet état, les grains suivent une séquence composée d'une série d'états intermédiaires instables.

Sous l'action de la contrainte de cisaillement, les dislocations vont glisser dans différents systèmes de glissement, interagir et former des cellules de dislocations tridimensionnelles, afin de permettre au système de tendre vers une configuration d'énergie minimale [D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1987]. Le glissement étant multiple dans ces grains, les dislocations vont se regrouper pour former les parois des cellules de dislocation [D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1987]. Ainsi, le durcissement observé macroscopiquement (cf. [Figure 2-6](#)) peut être expliqué à la fois par les interactions entre les dislocations jusqu'à atteindre l'état de saturation, mais également par la gêne générée par les précipités. Le résultat de cette étape est ainsi schématisé en [Figure 4-24](#) (c).

L'accommodation de la déformation plastique cyclique s'effectue maintenant à partir de la nouvelle structure cellulaire. Il est donc nécessaire de générer de nouvelles dislocations à partir de celles bloquées dans les structures de dislocations de basse énergie [D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1987]. Les parois des cellules agissent alors comme des sources et des puits de dislocations. En effet, celles générées par une paroi traversent la cellule jusqu'à atteindre et être absorbées par la paroi opposée [D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1983]. Une schématisation de ce mécanisme est présentée en [Figure 4-25](#).



[Figure 4-25](#) : Schématisation du mécanisme de propagation du glissement à travers les cellules de dislocations [D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1983]

Or, dans le cas de l'alliage NS5, le passage des dislocations d'une paroi à l'autre des cellules est perturbé par la présence des précipités $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Le passage des dislocations engendre donc le cisaillement de ces derniers, ce qui explique l'adoucissement observé après le durcissement à l'échelle macroscopique (cf. [Figure 2-6](#)). Le phénomène est ainsi représenté en [Figure 4-24](#) (d).

Par la suite, le cisaillement successif des précipités induit une réduction de leur taille, jusqu'à atteindre leur limite de stabilité entraînant leur dissolution dans la matrice. Ce phénomène génère de courtes bandes dénuées de précipités, agissant comme des bandes de glissement persistantes. La déformation se localise alors au sein de celles-ci, ce qui permet la poursuite de leur croissance.

Cette localisation de la déformation perturbe l'équilibre initialement en place. Les parois des cellules deviennent alors instables. Ces dernières se désagrègent donc et une partie des dislocations est absorbée par les bandes dénuées de précipités, cette consommation permettant d'augmenter d'autant plus la concentration de la déformation au sein des bandes. Cette partie du mécanisme peut être représentée par le schéma en [Figure 4-24](#) (e).

Enfin, l'autre partie des dislocations, initialement présentes dans les parois de cellules, reste confinée et s'accumule dans la matrice entre les bandes. Ceci expliquerait la déformation sous forme de vagues observée en EBSD avec le critère GROD (cf. [Figure 4-10](#)) et les segments perpendiculaires aux bandes visualisées avec le critère KAM (cf. [Figure 4-9](#)). Au final, les grains affectés par ces phénomènes ne présentent plus de cellules, mais uniquement des bandes dénuées de précipités et une matrice désorientée entre ces dernières, comme indiqué sur le schéma en [Figure 4-24](#) (f).

Ces différentes étapes permettent donc d'expliquer les observations réalisées au cours de l'essai interrompu à $\Delta\varepsilon_t = 1,5$ %. Quant aux observations d'éprouvettes rompues à des niveaux de déformation totale inférieurs, les phénomènes de plasticité cyclique ont simplement été interrompus avant de pouvoir atteindre l'étape finale, du fait de l'apparition de la fissuration principale. Pour vérifier cette hypothèse, un essai réalisé dans le vide à $\Delta\varepsilon_t = 1,0$ % permettrait d'augmenter la durée de vie de l'éprouvette dans le but de prolonger les phénomènes de plasticité.

Enfin, la présence de deux régimes au sein du diagramme de Manson-Coffin en [Figure 2-10](#) peut être effectivement justifiée comme supposé au paragraphe 4.1.3. Plus exactement, les deux pentes visibles peuvent être corrélées à l'avancée des phénomènes de plasticité. En effet, le changement de régime autour de $\Delta\varepsilon_t = 1,0$ % est probablement lié à la formation (plus fréquente) des bandes dénuées de précipités.

4.5. Conclusions

À la lecture de ce chapitre, il apparaît que la combinaison des techniques de caractérisations est le meilleur moyen d'obtenir la description la plus complète possible des phénomènes de plasticité cyclique. Ainsi, en associant MET, STEM-EDS, MEB-ECCI et EBSD, il a été possible d'identifier les mécanismes d'accommodation cyclique de l'alliage NS5. Surtout, c'est la chronologie des étapes du mécanisme supposé qui est remarquable. En effet, le passage de cellules de dislocations à des bandes de déformation localisée est surprenant et rare.

L'EBSD semble être la méthode la plus efficace pour étudier un alliage à l'échelle du grain, et surtout de la microstructure. À l'aide des outils adaptés aux phénomènes en présence, comme la méthode LSM ou bien les critères KAM et GROD, il est possible de visualiser facilement les mécanismes ayant lieu au sein des grains. De plus, l'utilisation de critères à l'échelle du grain, comme le GOS dans cette étude, présente l'avantage de permettre d'essayer de quantifier les phénomènes en présence.

Toutefois, l'EBSD présente des revers inhérents à la technique. Tout d'abord, la facilité d'utilisation des critères EBSD est grandement liée au pas d'acquisition retenu. Une étude préliminaire est donc indispensable pour éviter de ne pas détecter certains phénomènes. L'EBSD est également peu pratique pour l'étude des grains présentant peu de déformation plastique. Enfin, cette technique ne peut pas être utilisée seule et doit nécessairement être complétée par l'imagerie (MEB et/ou MET). En effet, il aurait été probablement impossible de lier la [Figure 4-8](#), la [Figure 4-9](#), ou la [Figure 4-10](#) à la présence de bandes dénuées de précipités sans cette combinaison de techniques.

La microscopie électronique en transmission reste quant à elle incontournable pour l'étude à l'échelle des dislocations, surtout lorsque ces dernières ne sont pas regroupées en une structure de basse énergie. En effet, il aurait été difficile de se passer des cartographies STEM-EDS de la [Figure 4-3](#) pour s'assurer que les précipités sont effectivement dissous dans la matrice. Ainsi, les nouveaux équipements analytiques comme le FEI Titan Themis permettent désormais d'atteindre des résolutions comme celles atteintes dans cette étude.

En contrepartie, le désavantage majeur du MET reste le faible nombre de grains analysés, combiné à la préparation fastidieuse des échantillons. De plus, l'étude menée ici montre qu'il est possible de rater la détection de certains phénomènes. La présence de cellules n'avait en effet pas été remarquée, probablement à cause des observations compliquées par la présence des nombreux précipités.

En revanche, le MEB-ECCI, à l'aide des nouveaux microscopes MEB-FEG comme le Jeol 7800, constitue une vraie alternative pour faciliter l'étude des matériaux à une échelle plus importante que celle du MET. Comme pour l'EBSD, l'utilisation du MET reste indispensable pour permettre de valider les phénomènes suspectés. Toutefois, le volume

horaire nécessaire au MET sera grandement réduit au profit d'une analyse plus vaste au MEB. La préparation des échantillons est également facilitée.

Toujours dans un but de faciliter l'étude de l'endommagement cyclique des matériaux, il est également possible de faire évoluer la méthodologie des essais réalisés. Pour cela, des tests de faisabilité d'un nouvel essai de fatigue, et plus exactement de fatigue-contact, a été mis en place sur l'alliage NS5, et fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 5 :

Fatigue-contact d'un alliage CuNi2Si

- 1. Constat**
- 2. Présentation de la fatigue-contact**
- 3. Étude de faisabilité de l'essai**
- 4. Essai prolongé de fatigue-contact**
- 5. Conclusions du chapitre**

5. Fatigue-contact d'un alliage CuNi2Si

En s'appuyant sur les données récoltées sur les essais de fatigue oligocyclique uniaxiale de l'alliage NS5, le but de cette partie est de présenter une nouvelle méthodologie d'essai pour étudier le comportement d'un alliage sous sollicitations cycliques. Appelé fatigue-contact, son principe, son utilité, sa facilité de mise en place et ses limitations sont explicités dans les paragraphes qui suivent.

5.1. Constat

À l'aide des essais de fatigue oligocyclique uniaxiale dont les résultats ont été présentés au chapitre 2, il a effectivement été possible de caractériser le comportement d'alliages CuNi2Si (NS5 et NS5NP) sous chargement cyclique. Toutefois, pour atteindre l'ensemble de ces résultats, il a été nécessaire de faire plusieurs essais, à différentes variations de déformation totale. Cette méthodologie est donc chronophage et consommatrice de matière. En effet, il faut une éprouvette par essai et au moins deux essais par niveau de déformation, ce qui implique une consommation de matière première, un usinage, une préparation de surface et une durée pour la mise en place de l'essai. En contrepartie, il est possible d'atteindre une caractérisation complète de l'accommodation cyclique des alliages testés, notamment au niveau des critères de résistance à la fatigue.

De plus, alors que le mécanisme d'endommagement de l'alliage NS5 a été identifié comme unique au chapitre 4, il a été possible d'observer différentes structures de dislocations en fonction du niveau de déformation appliqué. Des cellules de dislocations ont en effet été majoritairement détectées à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ alors que seules des bandes dénuées de précipités ont été observées à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$. Ainsi, du fait d'une rupture de l'éprouvette arrivant prématurément (par rapport aux phénomènes microstructuraux) à $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$, un moyen de vérifier que la prolongation de la sollicitation cyclique permet bien de favoriser la formation de bandes dénuées de précipités serait d'effectuer l'essai dans le vide pour augmenter artificiellement sa durée de vie. Toutefois, la mise en place de celui-ci est contraignante et fastidieuse.

Pour aller plus loin, des expériences à la méthodologie différente peuvent être mis en place. Ainsi, des essais de fatigue multiaxiale ou bien de fatigue roulement peuvent être réalisés. Dans le second cas, un exemple de résultat a déjà été présenté en [Figure 1-53](#). La micrographie MEB met en évidence un gradient de déformation en fonction de la profondeur sous la surface soumise au roulement. Toutefois, la réalisation de ces essais impose l'utilisation d'un équipement spécifique, une machine de fatigue uniaxiale n'étant ici plus adaptée.

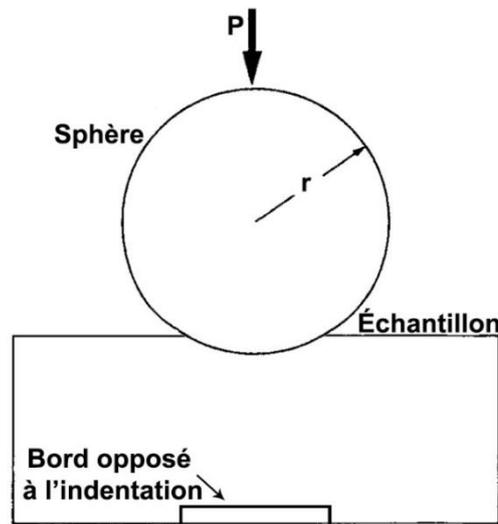
L'idée est donc de mettre en place un essai simple, ne nécessitant pas d'investissement particulier, tout en permettant d'obtenir un mode de sollicitation différent de la fatigue

uniaxiale. C'est pourquoi les essais de fatigue-contact présentés dans les paragraphes suivants ont été réalisés. De plus, ces essais permettent d'essayer de vérifier la bonne tenue des griffes de jonctions sous un nouveau mode de sollicitation, dans le but de simuler le contact cyclique s'effectuant entre la griffe et le fil de contact à réparer.

5.2. Présentation de la fatigue-contact

5.2.1. Principe général

Dans la littérature, les essais de fatigue-contact peuvent prendre différents noms, notamment fatigue indentation (ou indentation cyclique), ou encore fatigue par contact hertzien. Dans tous les cas, ces dénominations font référence à l'application répétée d'un indenteur dur et généralement de forme sphérique comme illustré en [Figure 5-1](#).



[Figure 5-1](#) : Représentation schématique de l'indentation d'une surface par une sphère dure et élastique de rayon r à l'aide d'une charge P , d'après [F. Guiberteau, 1993]

Fréquemment utilisée pour la caractérisation de céramiques [F. Guiberteau, 1993, 1994], notamment pour l'étude de la fissuration [H. Cai, 1994; D.K. Kim, 1999; T. Fett, 2006] ou pour réaliser un essai dans un environnement particulier [J.-F. Li, 1999], la fatigue-contact peut également être employée pour vérifier la résistance à la fatigue de revêtements [E. Tarrés, 2009; H. Toyama, 2015].

La technique est bien sûr applicable également à l'étude des métaux, bien que cela soit assez peu fréquent [F.B. Abudaia, 2005; B.X. Xu, 2007; S. Ghosh, 2012]. Comme illustrée en [Figure 5-2](#) dans le cas d'un essai effectué sur du cuivre pur, la surface sous la bille se déforme suite à la contrainte exercée par l'indenteur sur la surface. Ainsi, comme dans le cadre d'un essai de dureté Brinell, la sollicitation mécanique de l'alliage engendre la formation d'une empreinte de l'indenteur en surface. De ce fait, le volume de matière plastifiée se situe au bord du trou, mais surtout sous l'empreinte, comme présenté sur les micrographies en [Figure 5-3](#).

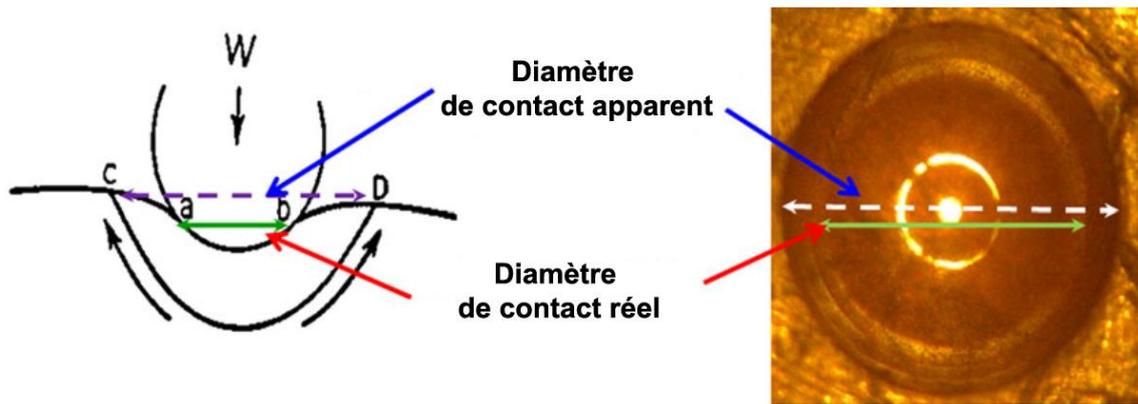


Figure 5-2 : Représentation schématique d'une coupe transversale durant l'indentation cyclique (gauche) et micrographie optique de l'empreinte résultante sur du cuivre pur (droite), d'après [S. Ghosh, 2012]

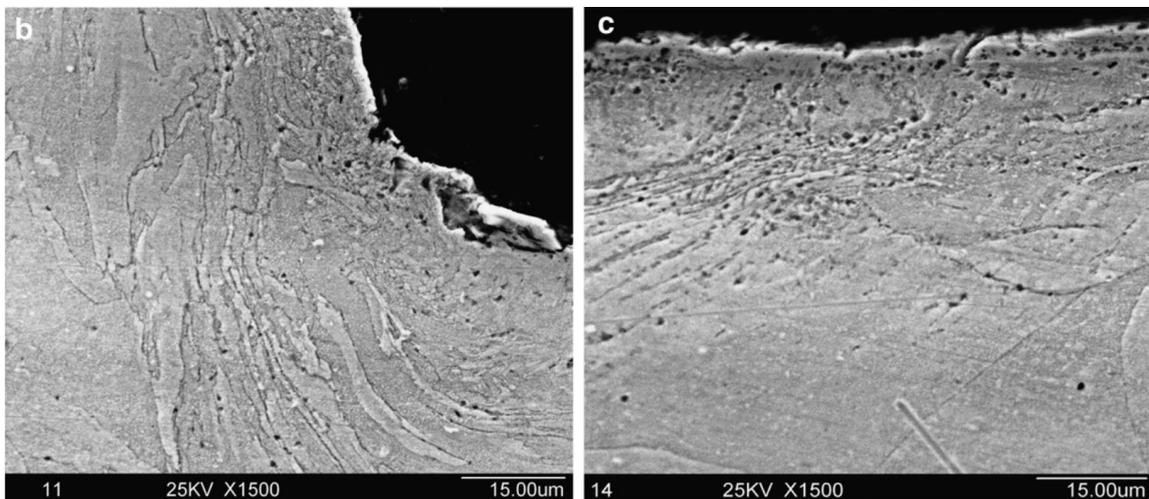


Figure 5-3 : Micrographies MEB montrant, sous l'empreinte d'indentation, des grains de cuivre déformés à la suite d'un essai de fatigue-contact [B.X. Xu, 2007]

5.2.2. Méthodologie retenue

Dans le cadre des essais mis en place ici, un indenteur sphérique a été retenu. Provenant de roulements, les différentes billes utilisées étaient en acier 100C6 (environ 1 % de carbone et 1,5 % de chrome, correspondant à la norme ISO 683-17). Leur résistance mécanique est supposée suffisante pour ne pas engendrer leur déformation plastique au cours de l'essai.

Concernant le matériau testé, l'alliage NS5 a été logiquement retenu, ce dernier étant l'alliage dont la connaissance des mécanismes d'endommagement cyclique est la plus complète. Pour cela, des morceaux rectangulaires (23 x 20 x 3 mm) ont été prélevés dans des barreaux d'alliage, les mêmes que ceux utilisés pour l'usinage des éprouvettes de fatigue uniaxiale. Enfin, les surfaces indentées ont été préparées selon la même méthodologie que celles des éprouvettes classiques (cf. paragraphe 2.2.1).

Les essais ont été réalisés à l'aide d'une machine de fatigue servo-hydraulique de marque MTS. La force appliquée par la bille a été asservie à l'aide d'un signal triangulaire, d'une fréquence de 1 Hz et strictement négatif (compression). En effet, pour éviter de perdre le contact entre la bille et l'échantillon, la force minimale a été réglée à 0,1 kN, ceci permettant de ne pas risquer la perte de l'alignement du montage. La bille, collée au mors supérieur de la machine au niveau d'un trou de centrage, est approchée doucement de la surface de l'échantillon jusqu'à atteindre une charge de contact de 0,1 kN. Enfin, l'échantillon, dont le déplacement latéral est bloqué, est posé sur un support épais en acier protégeant le mors inférieur du montage.

5.3. Étude de faisabilité de l'essai

Pour s'assurer de la faisabilité de la fatigue-contact, des essais monotones ont d'abord été mis en place pour mesurer la taille des indentations et ainsi balayer les paramètres de taille de bille ou de force appliquée. S'est ensuivi deux essais de fatigue-contact pour vérifier la nature des phénomènes se déroulant dans le matériau.

5.3.1. Essais monotones

Les essais monotones, s'apparentant à des essais de dureté à des forces plus élevées, ont été mis en place avant tout pour s'assurer de l'adéquation du montage expérimental avec la bonne marche de l'essai. De plus, ils ont permis d'essayer différentes tailles de billes et de balayer une plage force.

Ainsi, à l'aide d'un microscope optique à platine motorisée en Z (modèle Keyence VHX-2000, également appelé microscope numérique), il a été possible de mesurer les dimensions des empreintes réalisées (diamètre et profondeur), grâce à une reconstruction 3D comme celle présentée en [Figure 5-4](#). Les résultats ont ainsi été regroupés au sein du [Tableau 5-1](#).

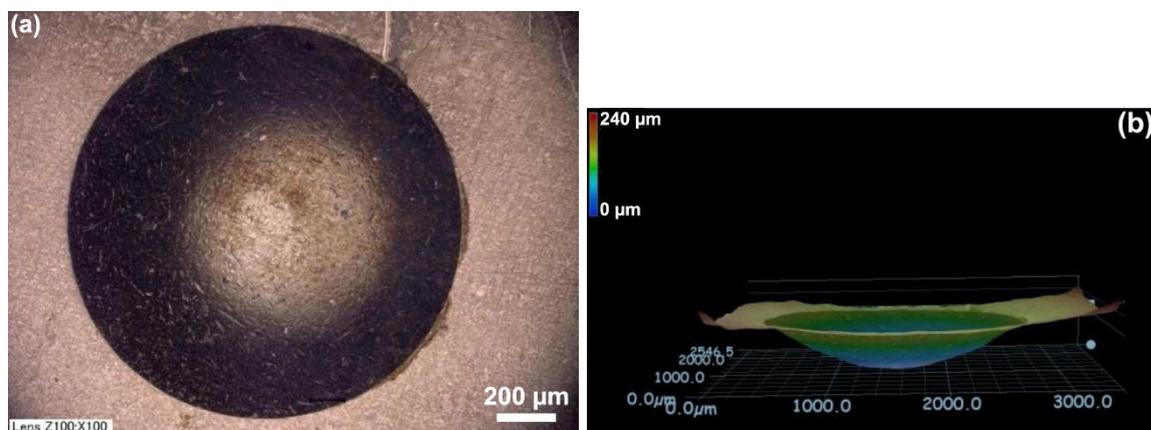


Figure 5-4 : Micrographie optique réalisée au microscope numérique (a) et reconstruction 3D de la zone analysée (b) d'une indentation réalisée sur l'alliage NS5 à l'aide d'une bille de 9 mm de diamètre et d'une charge de 8 kN

Tableau 5-1 : Récapitulatif des différentes indentations réalisées sur l'alliage NS5

Diamètre de la bille (mm)	Force appliquée (kN)	Diamètre de l'empreinte (mm)	Profondeur de l'empreinte (μm)
4	0,5	0,601	20
	1,0	0,872	49
	1,5	0,989	58
	2,0	1,129	80
	3,0	1,350	135
	4,0	1,600	155
9	1,0	0,899	19
	2,0	1,250	41
	4,0	1,665	76
	8,0	2,350	145

À la vue des résultats, il a été décidé en première approche de réaliser des essais de fatigue-contact à l'aide de la bille de 9 mm et d'une charge de 4 kN. En effet, avec ces paramètres, l'empreinte résultante est suffisamment large et pas trop profonde. Sachant que cette dernière va croître au cours des sollicitations cycliques, il a été décidé par mesure de sécurité de ne pas retenir une force plus importante. De plus, la bille de 9 mm permet de faire une empreinte suffisamment large pour faciliter les observations futures, notamment pour réaliser une coupe transversale de l'échantillon.

5.3.2. Premiers essais cycliques

Dans le cadre des essais de faisabilité, deux expériences ont été réalisées selon les paramètres précédemment déterminés (bille de 9 mm, 4 kN de pression). N'ayant aucune notion de la « durée de vie » des échantillons, le premier test a été arrêté au bout de 3500 cycles, tandis que le second s'est poursuivi jusqu'à 7000 cycles.

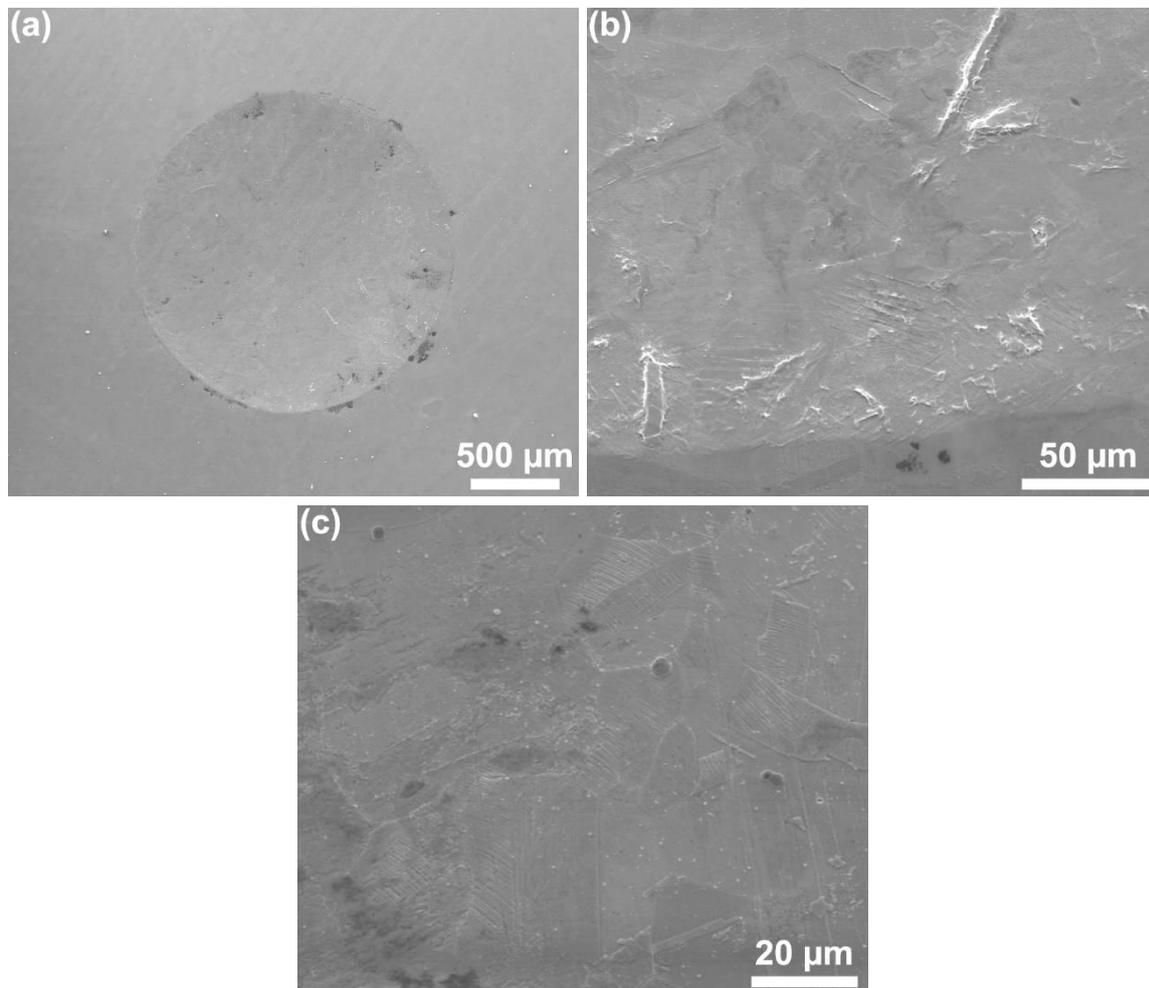
À la suite des essais, les empreintes ont d'abord été observées, avant d'effectuer la coupe transversale des échantillons afin de s'intéresser à l'évolution de la microstructure sous la surface indentée.

5.3.2.1. Observation des empreintes

Comme pour les essais monotones, les dimensions des empreintes ont été mesurées à l'aide du microscope numérique. Leur diamètre est identique (1,8 mm) pour les deux durées d'essai, tandis que la profondeur de l'indentation est de 95 μm après 3500 cycles, et

augmente à 120 μm après 7000 cycles. Au-delà de leur proximité, les valeurs mesurées sont également assez peu éloignées de celles obtenues après la première indentation (cf. [Tableau 5-1](#)). En faisant le parallèle avec le durcissement observé en début d'essai en fatigue uniaxiale, il peut être supposé que l'évolution des propriétés mécaniques du matériau à la suite de la plastification initiale permet de limiter la profondeur d'indentation avec l'accumulation des cycles.

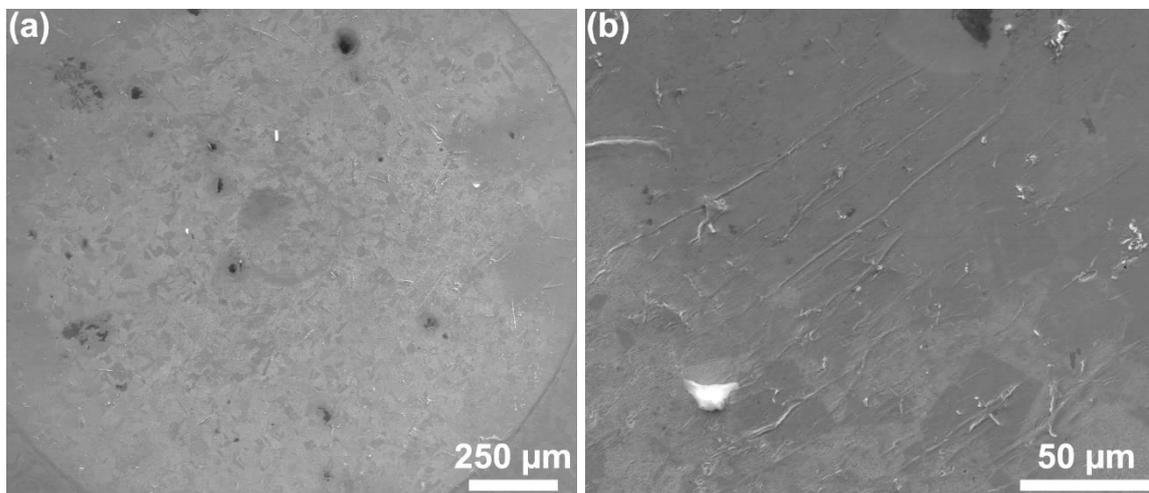
Pour améliorer la compréhension des phénomènes en présence, les surfaces des deux échantillons ont été observées au MEB (sans aucune nouvelle préparation de surface). Après 3500 cycles, comme illustrées en [Figure 5-5](#), des bandes de glissement sont observées à la périphérie de l'empreinte d'indentation. Leur apparence est similaire à celle issue de la fatigue uniaxiale, comme en atteste la comparaison avec la [Figure 2-11](#). De même, des bandes de glissement sont également présentes au milieu de l'empreinte ([Figure 5-5](#) (c)) mais la topographie créée ici est bien moins importante. Enfin, très peu de marques de déformation sont observées au-delà de l'empreinte.



[Figure 5-5](#) : Micrographies MEB de l'empreinte d'indentation (a), du bord de l'empreinte (b) et du centre de l'empreinte (c) après 3500 cycles de fatigue-contact (bille 9 mm, charge 4 kN) sur un échantillon en alliage NS5

Ces résultats sont en accord avec le schéma en [Figure 5-2](#). En effet, en périphérie de l'empreinte, la bille n'est plus en contact avec la surface, ce qui permet aux bandes de glissement d'émerger sans être endommagées. En revanche, directement sous la bille, ces dernières sont contraintes par la bille et ne peuvent donc pas émerger, ce qui minimise la topographie visible.

Les mêmes constatations ont été faites après 7000 cycles. Comme exposé en [Figure 5-6](#) (a), l'aspect de l'empreinte est très similaire à celui observé après 3500 cycles. De même, des bandes de glissement sont visibles à sa périphérie. En revanche, les phénomènes d'écrasement de matière sont plus marqués, comme en atteste la [Figure 5-6](#) (b). Ainsi, bien que les dimensions de l'empreinte aient peu évoluées en doublant le nombre de cycles, il semble que l'endommagement de la matière soit logiquement plus important après 7000 cycles. Le meilleur moyen de le vérifier reste toutefois l'étude de la coupe transversale des échantillons, afin d'observer la microstructure sous l'empreinte.



[Figure 5-6](#) : Micrographies MEB après 7000 cycles de fatigue-contact (bille 9 mm, charge 4 kN) sur un échantillon en alliage NS5 montrant l'empreinte d'indentation (a) et la matière écrasée au centre de l'empreinte (b)

5.3.2.2. Coupes transversales des empreintes

Les échantillons précédemment observés ont été découpés à l'aide d'une micro-tronçonneuse, de façon à pouvoir observer la microstructure sous le centre de l'empreinte résultant de l'indentation cyclique. Après polissage et attaque chimique (identique à celle présentée au paragraphe 2.1.2.1), les échantillons ont été examinés au MEB.

Pour commencer, l'échantillon ayant subi 3500 cycles présente effectivement des marqueurs caractéristiques d'une déformation. En effet, comme le prouvent les micrographies en [Figure 5-7](#), des bandes de glissement, révélées par l'attaque chimique, sont présentes dans les grains directement sous la surface du trou, mais également un peu plus en profondeur. Leur aspect est similaire à celui des bandes issues des essais de fatigue

uniaxiale. La densité de bandes de glissement reste toutefois assez faible et la profondeur affectée par les phénomènes de déformation est de l'ordre du millimètre. De même, les traces de plasticité sont peu étendues en largeur au-delà de l'empreinte de l'indenteur.

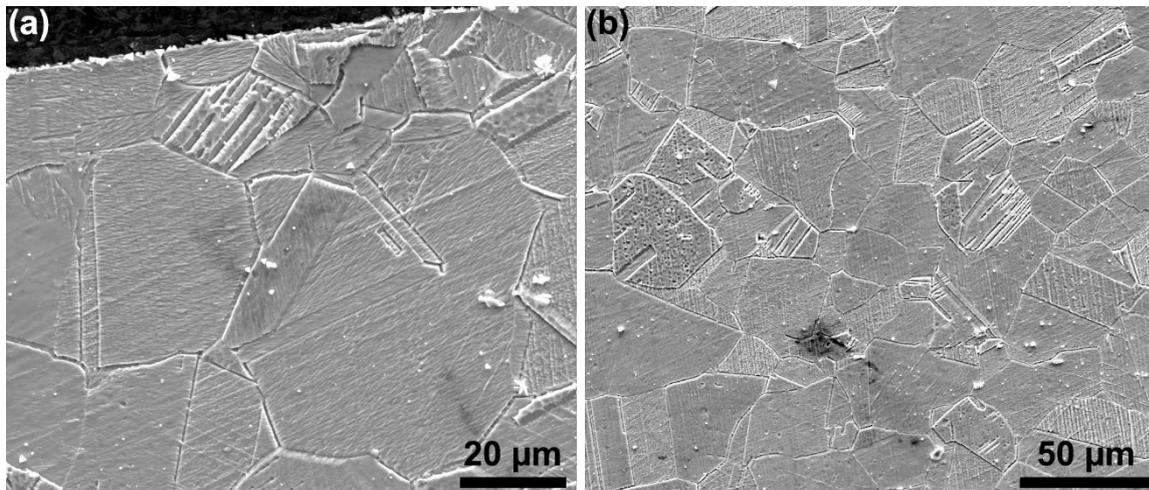


Figure 5-7 : Micrographies MEB d'une coupe transversale d'un échantillon en alliage NS5 après 3500 cycles de fatigue-contact (bille 9 mm, charge 4 kN), montrant la microstructure sous l'empreinte (a) et en sous surface (b)

En revanche, en doublant le nombre de cycles, la densité de bandes de glissement augmente considérablement, comme montré en [Figure 5-8](#). Le nombre de grains impliqués dans les phénomènes de plasticité apparaît plus important, tout comme l'intensité de ces phénomènes au sein des grains. En revanche, la morphologie des grains ne paraît pas déformée, en comparaison de leur forme initiale présentée en [Figure 2-1](#).

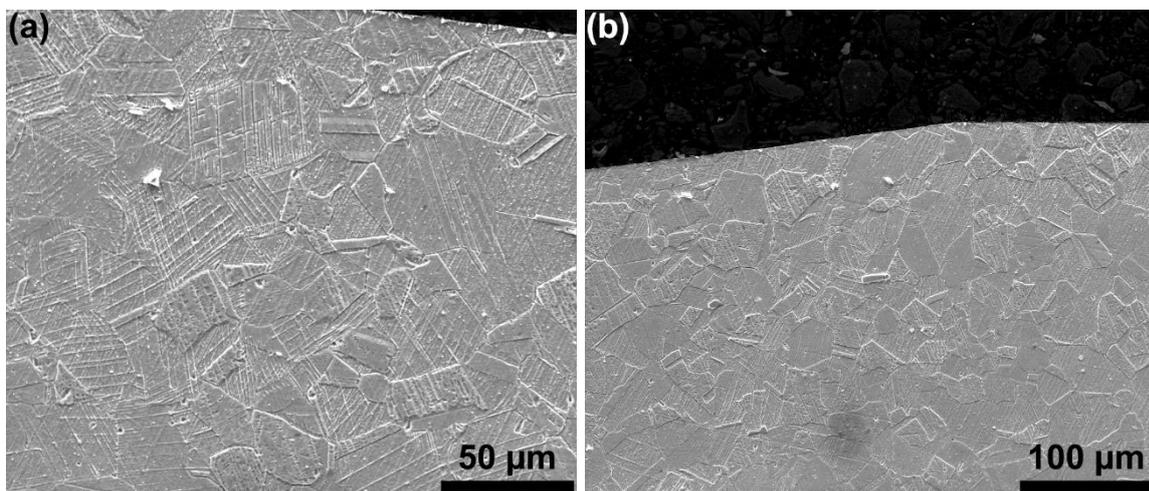


Figure 5-8 : Micrographies MEB d'une coupe transversale d'un échantillon en alliage NS5 après 7000 cycles de fatigue-contact (bille 9 mm, charge 4 kN), montrant la microstructure sous l'empreinte (a) et à sa périphérie (b)

Plus étonnant, la présence de bandes de glissement a également été détectée au niveau du bord opposé à l'empreinte d'indentation (cf. schéma en [Figure 5-1](#)). Comme le montre la micrographie en [Figure 5-9](#), l'intensité des phénomènes de plasticité est logiquement

moindre. Toutefois, l'impact des cycles d'indentation a des répercussions à près de 3 mm de l'empreinte.

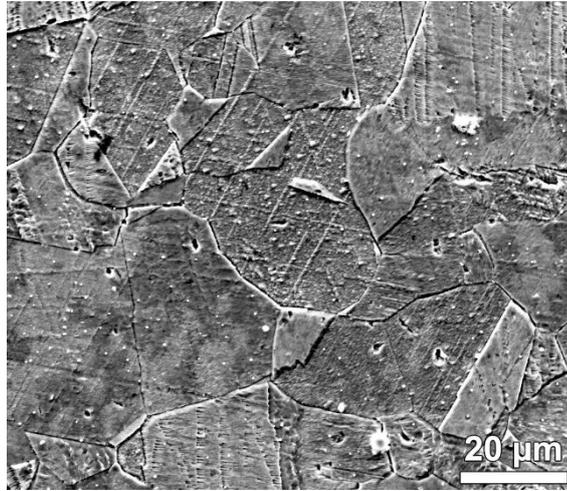


Figure 5-9 : Micrographie MEB d'une coupe transversale d'un échantillon en alliage NS5 après 7000 cycles de fatigue-contact (bille 9 mm, charge 4 kN), montrant la microstructure sous la surface opposée à l'empreinte

5.3.2.3. Enseignements

Les essais de faisabilité, aussi bien monotones que cycliques, ont tout d'abord permis de valider le fonctionnement du montage expérimental. De plus, ils ont permis de mettre en évidence la nécessité de travailler avec une dimension de bille suffisamment importante. En effet, plutôt que de concentrer les phénomènes dans un volume réduit, il est préférable de les étendre et de compenser par une pression appliquée par la bille plus importante. Le gradient de déformation résultant est alors plus étendu, ce qui facilite également la préparation de la matière, notamment pour la réalisation de la coupe transversale.

Les phénomènes de plasticité, notamment via l'observation de l'aspect des bandes de glissement, semblent assez similaires à ceux constatés au cours des essais de fatigue uniaxiale. Ainsi, les essais de fatigue-contact semblent être adaptés pour effectuer une étude qualitative des phénomènes se déroulant en fatigue au sein d'un alliage.

Les premiers essais cycliques ont également permis d'évaluer la quantité de cycles nécessaire à l'apparition de phénomènes de plasticité importants. Il est ainsi préférable de multiplier le nombre de cycles pour étendre le plus possible les zones affectées par la déformation plastique. Surtout, l'essai à 7000 cycles a permis de mettre en évidence l'important volume affecté, puisque même les grains très éloignés peuvent présenter des marques de plasticité.

Ainsi, dans l'idée d'aller plus loin, notamment pour dépasser les niveaux de déformation maximaux atteignables en fatigue uniaxiale (correspondant à un risque de flambage de l'éprouvette), il a été décidé de réaliser un dernier « extrême ». Pour cela, par rapport aux

essais cycliques de faisabilité, la taille de la bille a été doublée, tandis que la force a été quadruplée. Enfin, le nombre de cycles imposés a grandement été multiplié.

5.4. Essai prolongé de fatigue-contact

5.4.1. Paramètres de l'essai

Le protocole retenu pour cet essai est semblable à celui mis en place au cours des tests de faisabilité. Toutefois, comme indiqué au paragraphe précédent, la bille utilisée ici, également en acier 100C6, mesure 18 mm de diamètre. La force appliquée par la bille sur la surface a également été asservie à l'aide d'un signal triangulaire, oscillant entre 0,1 et 16 kN, toujours à une fréquence de 1 Hz. Enfin, l'essai a été interrompu après 100 000 cycles, soit à la suite de près de 28 heures.

5.4.2. Observations MEB de l'empreinte

L'observation de l'empreinte issue de cet essai de fatigue-contact permet de constater que les conditions expérimentales sont bien plus contraignantes que celles retenues pour les essais de faisabilité. En effet, comme exposé sur les micrographies en [Figure 5-10](#), la largeur de l'empreinte est logiquement plus importante lorsque la bille utilisée est plus grande. De plus, la présence de ridules circulaires témoigne d'un déplacement de matière important et de l'évolution de la surface de contact entre la bille et l'alliage NS5.

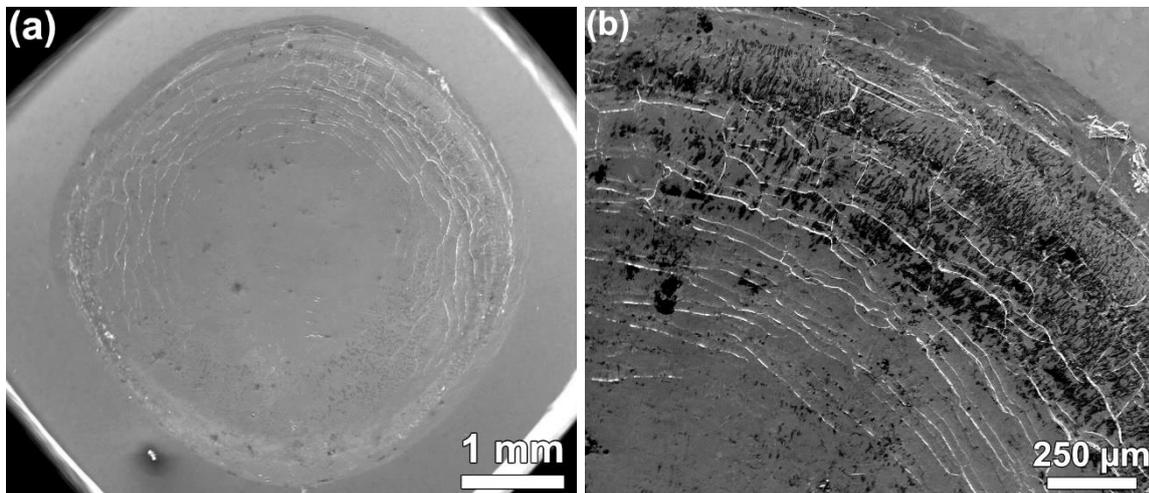


Figure 5-10 : Micrographies MEB après 100 000 cycles de fatigue-contact (bille 18 mm, charge 16 kN) sur un échantillon en alliage NS5 montrant l'empreinte d'indentation (a) et la présence de ridules circulaires en périphérie (b)

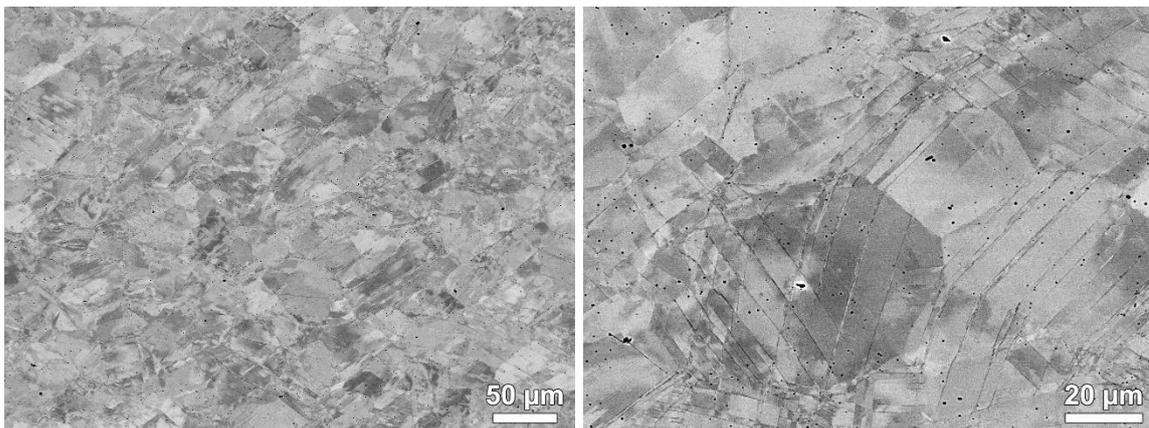
Toutefois, ces observations apportent peu d'informations concernant les phénomènes de plasticité du matériau. En effet, vraisemblablement à la suite de l'écrasement répété de la surface dégradée de l'échantillon (zones sombres), les bandes de glissement observées aux

essais précédents ne sont détectées ici que très ponctuellement. Ainsi, il est nécessaire d'effectuer une coupe transversale pour analyser les phénomènes en présence.

5.4.3. Observations ECCI de la coupe transversale

La coupe transversale de l'empreinte de fatigue-contact a été examinée en ECCI à l'aide du MEB-FEG afin de vérifier la nature des phénomènes en présence et ainsi comparer avec les phénomènes observés en fatigue uniaxiale (cf. paragraphes 4.2.1, 4.3.2 et 4.4.1).

À la vue des micrographies présentées en [Figure 5-11](#), il est clair que des bandes dénuées de précipités sont effectivement présentes au sein de l'alliage NS5 après l'essai de fatigue-contact. Il semble donc que les mêmes phénomènes d'accommodation de la plasticité cyclique aient lieu en fatigue uniaxiale et en fatigue-contact. De plus, sur les zones analysées, la densité de bandes apparaît bien supérieure à celle observée après l'essai de fatigue uniaxiale à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$, aussi bien par le nombre de grains affectés que par la quantité de bandes au sein de chaque grain (cf. [Figure 4-6](#)).



[Figure 5-11](#) : Micrographies MEB-ECCI sous l'empreinte d'indentation d'une coupe transversale d'un échantillon en alliage NS5 ayant subi 100 000 cycles de fatigue-contact (bille 18 mm, charge 16 kN)

Le gradient de déformation est assez facilement observable en ECCI, en constatant la diminution du nombre de bandes avec la profondeur d'analyse. Toutefois, cette visualisation reste très qualitative. Pour améliorer la compréhension des mécanismes d'endommagement, il a donc été décidé d'appliquer à cet échantillon les différents critères EBSD précédemment employés en fatigue uniaxiale et ainsi poursuivre la comparaison.

5.4.4. Caractérisation à l'aide des critères EBSD

Tout d'abord, une vérification préliminaire sur une zone présentant en ECCI des bandes dénuées de précipités, dont la cartographie GROD est présentée en [Figure 5-12](#), permet de s'assurer que la signature visuelle GROD de la matrice déformée entre les bandes est

toujours présente après un essai de fatigue-contact. Ainsi, la méthodologie EBSD utilisée à l'échelle microstructurale pour les essais de fatigue uniaxiale peut bien être appliquée à l'échantillon soumis à l'essai de fatigue-contact.

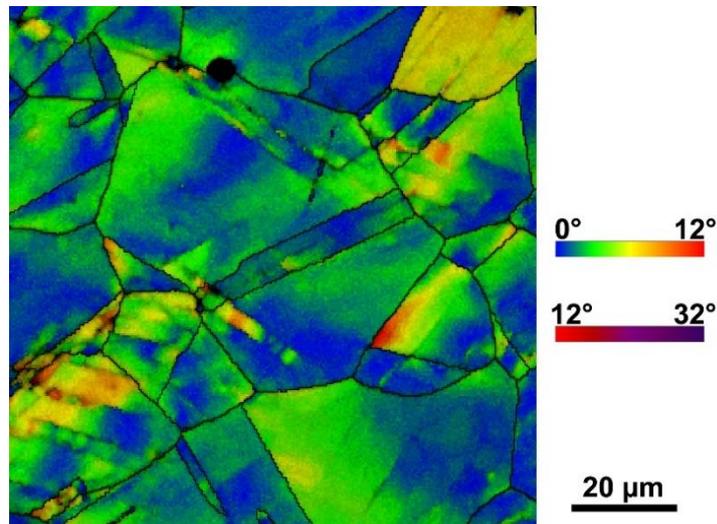


Figure 5-12 : Cartographie GROD d'une zone de l'échantillon testé en fatigue-contact (100 000 cycles, bille 18 mm, charge 16 kN) présentant des bandes dénuées de précipités (pas d'acquisition : 400 nm)

À des fins statistiques, sept scans EBSD, de dimensions identiques (530 x 460 µm), ont été effectués à un pas de 400 nm sur la coupe transversale de l'échantillon. Le regroupement trois par trois des scans permet de réaliser trois filiations EBSD différentes, comme représenté sur le schéma en [Figure 5-13](#). Les deux premières filiations permettent d'évaluer le gradient de déformation en fonction de la profondeur sous l'empreinte d'indentation, tandis que la dernière filiation permet de caractériser le gradient de déformation en s'éloignant latéralement de la zone indentée. Enfin, les sélections des cartographies IPF, GROD et GOS de zones de 360 µm de côté ont été regroupées pour les trois filiations en [Figure 5-14](#), [Figure 5-15](#) et [Figure 5-16](#).

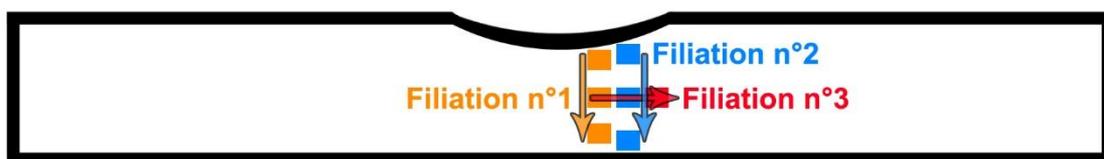


Figure 5-13 : Schéma indiquant la localisation des différents scans EBSD et des filiations effectuées sur l'échantillon de fatigue-contact (100 000 cycles, bille 18 mm, charge 16 kN)

En première approche, un regard aux différentes cartographies IPF permet de s'assurer de la présence de bandes dénuées de précipités sur tous les scans effectués. En effet, les gradients de couleurs en vaguelettes sont bien présents, comme c'était le cas en fatigue uniaxiale (cf. [Figure 4-7](#), $\Delta\epsilon_t = 1,5\%$ à rupture). Il est en revanche difficile de trouver des différences marquées entre les cartographies.

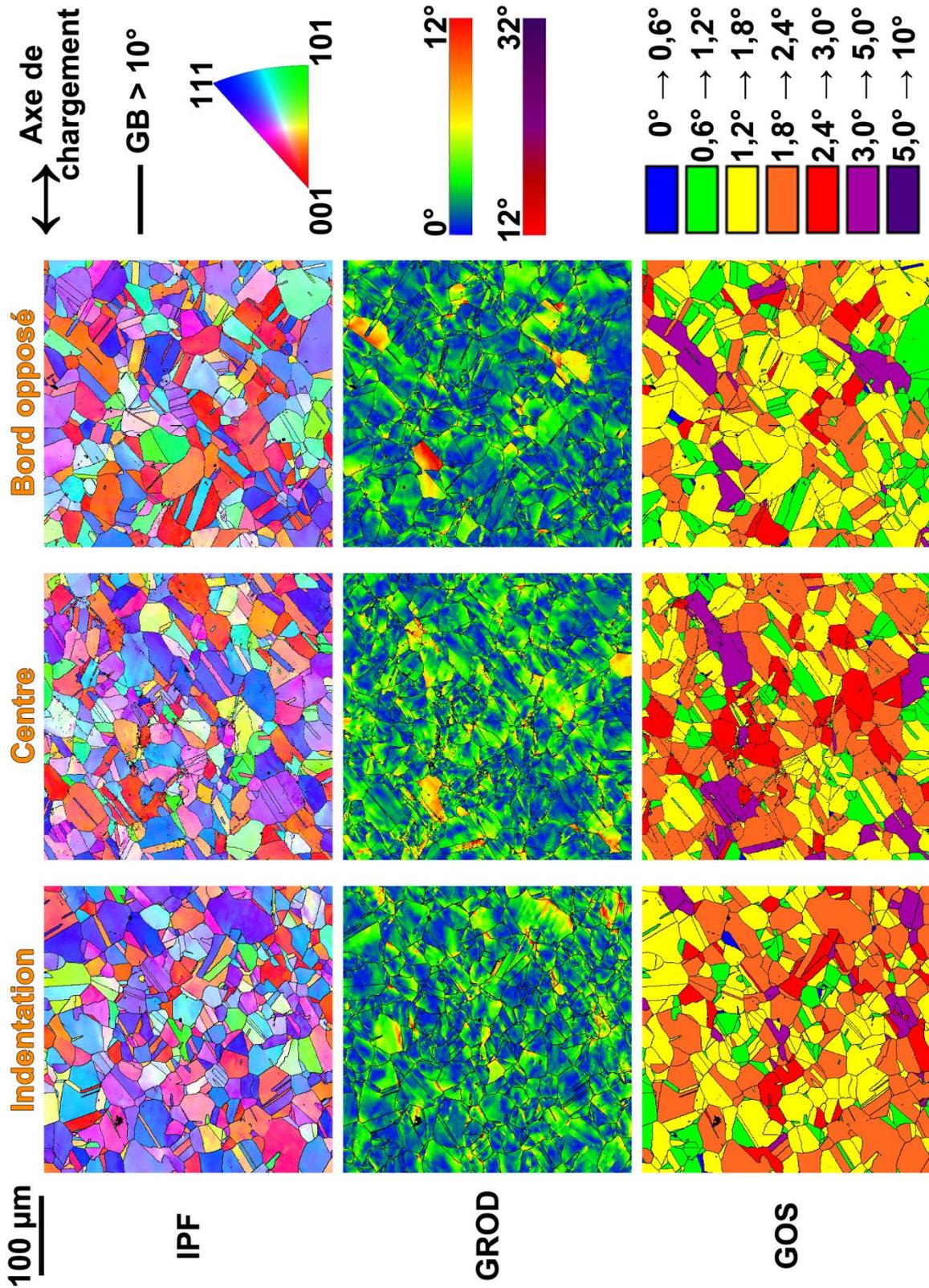


Figure 5-14 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS de la filiation n°1 d'une éprouvette en alliage NS5 testée en fatigue-contact (100 000 cycles, bille 18 mm, charge 16 kN) (pas d'acquisition : 400 nm)

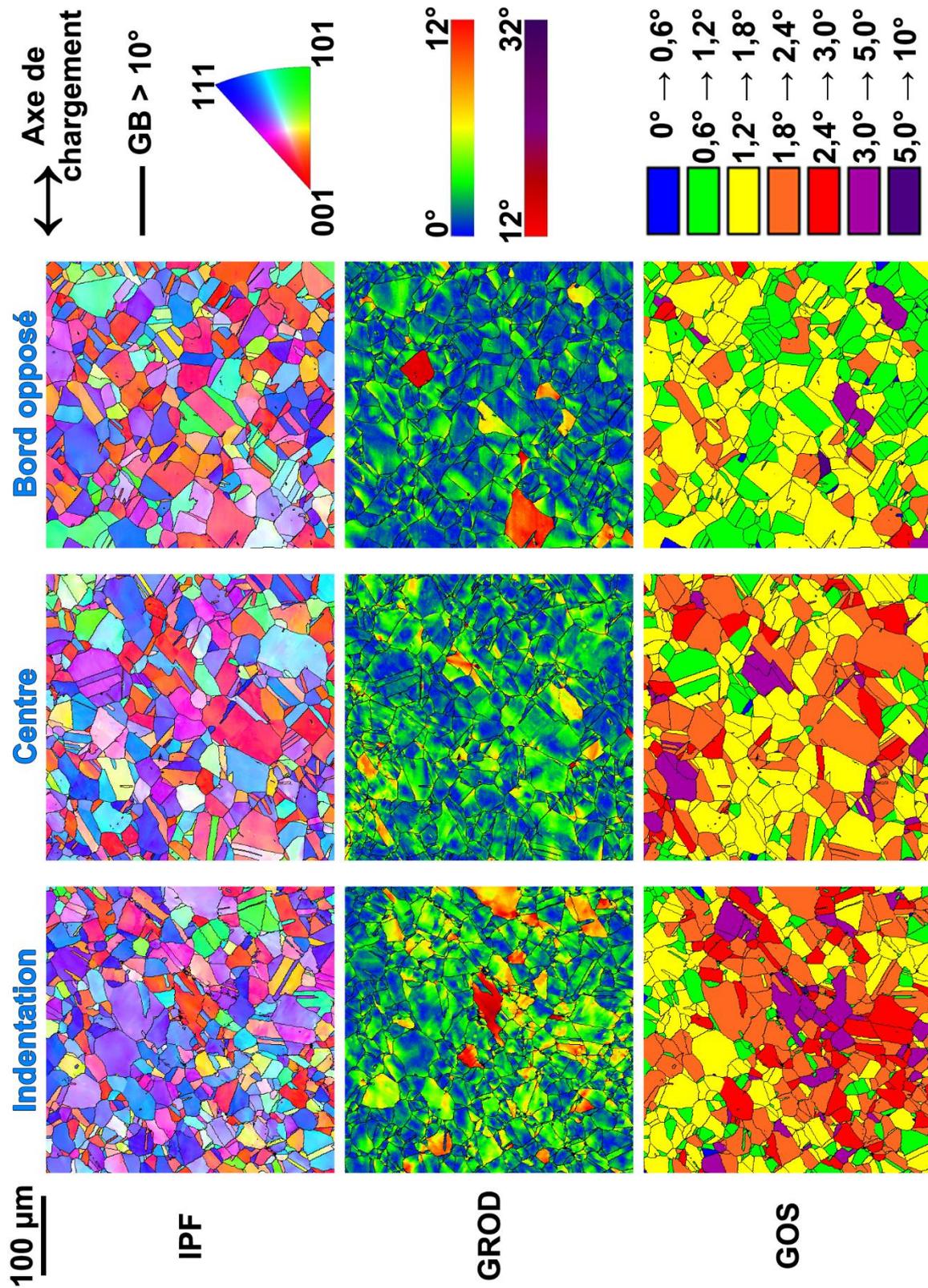


Figure 5-15 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS de la filiation n°2 d'une éprouvette en alliage NS5 testée en fatigue-contact (100 000 cycles, bille 18 mm, charge 16 kN) (pas d'acquisition : 400 nm)

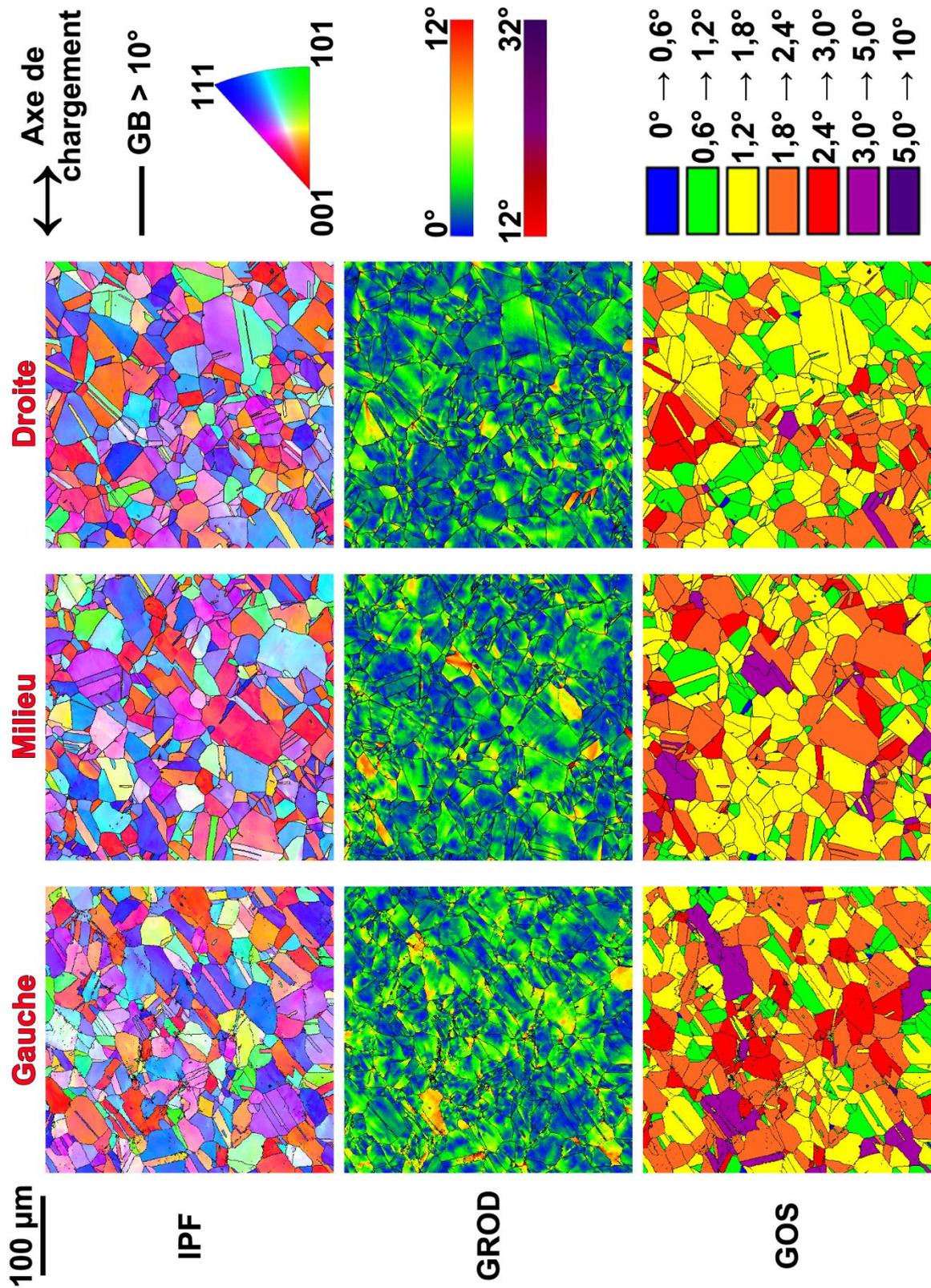


Figure 5-16 : Cartographies IPF (axe normal), GROD et GOS de la filiation n°3 d'une éprouvette en alliage NS5 testée en fatigue-contact (100 000 cycles, bille 18 mm, charge 16 kN) (pas d'acquisition : 400 nm)

Pour essayer de quantifier la déformation induite par l'essai de fatigue-contact, les cartographies GROD se révèlent plus utiles. Tout d'abord, contrairement au cas $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ à rupture présenté en [Figure 4-13](#), la couleur dominante sur la totalité des cartographies est ici le vert (et non plus le bleu). Ceci indique donc une déformation plus importante de l'alliage et semble confirmer que l'essai de fatigue-contact mis en place est bien plus sévère que le niveau de déformation maximal en fatigue uniaxiale. Ensuite, au sein de chaque filiation, il semble que le niveau moyen du GROD diminue au fil de la gradation. De plus, il apparaît sur ces cartographies que la déformation se concentre d'avantage aux niveaux des joints de grains, et notamment des joints triples. Ceci constitue l'autre différence majeure entre les essais de fatigue uniaxiale et ceux de fatigue-contact. Enfin, quelques grains présentent un niveau de GROD élevé mais ont un aspect différent de ceux présentant des cellules de dislocations (cf. [Figure 4-14](#), $\Delta\varepsilon_t = 1,0 \%$ à rupture). Ceci confirme l'absence de ces dernières, comme cela était suspecté après l'inspection de l'échantillon en ECCL.

Pour en finir avec les différents critères EBSD, les cartographies GOS ont également été représentées pour les scans effectués. Celles-ci, dont le niveau moyen baisse visiblement au cours des trois filiations, permet de vérifier les suppositions effectuées à l'aide du critère GROD. Ici aussi, le niveau de GOS est bien supérieur à celui du niveau maximal en fatigue uniaxiale (cf. $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ en [Figure 4-13](#), où la cartographie est majoritairement de couleur verte). Ceci constitue donc une nouvelle preuve de l'augmentation de la sévérité des sollicitations cycliques obtenue à l'aide de l'essai de fatigue-contact.

Pour aller plus loin, l'évolution du GOS moyen surfacique a été représentée en [Figure 5-17](#) pour les différentes filiations effectuées. Sur l'ensemble des mesures, le GOS moyen se situe entre $1,5$ et 2° , soit plus qu'à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ en fatigue uniaxiale ($0,96^\circ$, cf. [Figure 4-11](#)). Ainsi, même en s'éloignant de l'empreinte d'indentation, le niveau de déformation semble plus élevé qu'en fatigue uniaxiale. De plus, pour les filiations n°2 et n°3, la diminution du GOS moyen avec l'éloignement croissant de l'empreinte de l'indentation confirme les suppositions émises dans les paragraphes précédents.

Au final, une seule valeur de GOS dénote sur la [Figure 5-17](#), à savoir celle proche de l'indentation sur la filiation n°1. En effet, la valeur maximale de GOS était à priori attendue pour cette cartographie de par son positionnement. Pour expliquer le niveau inférieur à celui espéré, trois hypothèses peuvent être émises.

- Soit, le niveau de déformation est effectivement inférieur à cet endroit. Une simulation à l'aide de la méthode des éléments finis permettrait de vérifier la validité de cette hypothèse.
- Soit, le niveau de déformation est bien le plus important à cet endroit. Dans ce cas, il peut être supposé que la diminution de GOS est induite par une évolution de la structure de dislocation permettant de diminuer les désorientations au sein des

grains. Ceci traduirait par exemple une consommation plus importante des anciennes parois de cellules de dislocations qui induisaient une déformation de la matrice de cuivre entre les bandes (cf. schéma en [Figure 4-24](#) (f)).

- Soit, la valeur de GOS moyen calculée est aberrante et n'est pas représentative de la microstructure. En effet, sur certaines cartographies, la déformation de l'alliage est telle que les joints de grains (calculés par la méthode LSM en OIM) sont mal définis par endroit. Dans ce cas, les valeurs de GROD et de GOS sont erronées et ne permettent pas une caractérisation correcte des phénomènes en présence.

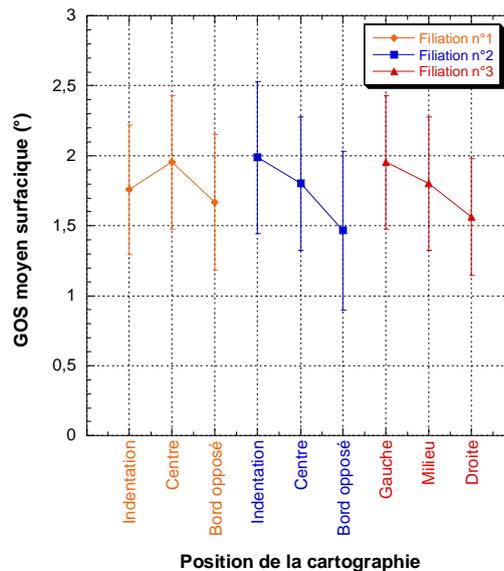


Figure 5-17 : Évolution du GOS moyen surfacique pour les différentes filiations EBSD effectuées (barres d'erreur = écart-type)

5.5. Conclusions

Les différentes expériences mises en place ont permis de vérifier la faisabilité et l'intérêt des essais de fatigue-contact. Tout d'abord, ces essais permettent de caractériser des phénomènes analogues à la fatigue uniaxiale, comme en atteste la présence des bandes dénuées de précipités au sein de l'échantillon sollicité 100 000 cycles à une charge de 16 kN. Ensuite, comme suspecté initialement, les essais de fatigue-contact génèrent effectivement un gradient de déformation, comme le prouve l'évolution du GOS moyen en fonction de la zone de la cartographie (cf. [Figure 5-17](#)).

Les essais de fatigue-contact présentent de nombreux avantages. Le premier réside dans la facilité de mise en place de l'essai mécanique. En effet, les tests ont été réalisés sans investissement particulier, sur une machine de fatigue uniaxiale servo-hydraulique adaptée à l'aide d'une simple pièce (à l'usinage aisé) permettant le centrage de la bille. La préparation des échantillons ne nécessite pas d'usinage particulier, mis à part une découpe

rapide à l'aide d'une tronçonneuse et un polissage de la surface indentée. De plus, comme l'ont prouvés les essais menés sur l'alliage NS5, ces tests permettent d'accéder à des niveaux de déformation difficilement atteignables en fatigue uniaxiale. Un nouvel avantage réside donc dans la possibilité de poursuivre les essais de fatigue, sans passer par un essai dans le vide par exemple. Enfin, l'essai consomme assez peu de matière et permet d'économiser du temps, de par l'absence d'usinage mais également au niveau de l'analyse post-essai. En effet, peu d'échantillons sont à analyser et une taille de bille importante permet par exemple d'effectuer aisément des scans EBSD (les zones affectées sont suffisamment étendues).

Ainsi, les essais de fatigue-contact semblent adaptés à la caractérisation d'un matériau inconnu. Cela permet d'évaluer qualitativement, en un nombre réduit d'essais, l'évolution de la microstructure d'un nouvel alliage au cours d'un chargement cyclique. Il est par exemple possible d'imaginer une campagne à quatre essais, avec deux valeurs de charge chacune testée pour deux durées d'essai différentes. Ce type d'expérience peut être également employé pour les matériaux subissant des transformations de phases. Cela permet d'identifier facilement le résultat de cette transformation, tout en évaluant la propension de l'alliage à présenter ces changements cristallographiques. Enfin, même s'il n'est pas possible d'obtenir des durées de vies en fatigue avec cet essai, il permet d'explorer les structures de dislocations obtenues pour des essais où le nombre de cycles à rupture en sollicitation uniaxiale est très faible, également appelé fatigue ultra-oligocyclique.

De plus, les essais de fatigue-contact sont assez peu répandus dans la littérature. Essentiellement utilisée pour la caractérisation de matériaux ou de revêtements fragiles, il apparaît que cette technique est également bien adaptée à l'étude de la fatigue des matériaux métalliques. Son couplage à une caractérisation à l'aide de l'EBSD semble également appropriée. En effet, l'EBSD est régulièrement employé dans le cadre des études en fatigue-roulement mais peut facilement être appliqué à la fatigue-contact pour étudier les phénomènes d'endommagement cyclique.

Les essais de fatigue-contact présentent également un certain nombre de limitations inhérentes à la technique. Tout d'abord, l'échantillon n'est sollicité qu'en compression. L'absence de traction ne permet donc pas l'ouverture des fissures, ce qui empêche l'étude de leur propagation. De plus, le mode de sollicitation induit une friction entre la bille et le matériau. Les tests sont ainsi dépendants des problématiques relevant de la tribologie. L'ajout d'un lubrifiant permettrait de réduire ces phénomènes mais pourrait générer des problématiques liées à l'environnement en contact avec l'alliage. Ensuite, il est difficilement imaginable de prélever un échantillon classique pour une analyse MET, du fait des faibles dimensions de l'échantillon mais également à cause de la variabilité des observations résultantes en fonction du lieu de prélèvement. Ce problème peut être néanmoins contourné par un prélèvement FIB (*Focused Ion Beam*) dans une zone choisie

au préalable. Enfin, la principale limitation des essais de fatigue-contact réside dans la difficulté à remonter au niveau réel de déformation au sein des différentes zones de l'échantillon. Il est possible d'utiliser la modélisation par éléments finis pour simuler les essais et ainsi calculer ces niveaux de déformations. Toutefois, la bonne adéquation entre la simulation et la réalité nécessite d'alimenter le modèle par des données issues d'essais de fatigue. Dans ce cas, l'essai de fatigue-contact n'est plus un essai préliminaire mais devient l'ultime essai pour terminer la caractérisation d'un matériau.

**Conclusions générales
et perspectives**

Conclusions générales et perspectives

- Conclusions générales

Dans le cadre de la conception d'une nouvelle génération de griffes de jonction dédiées à la maintenance des systèmes caténaux, le groupe Lebronze Alloys cherche à développer de nouveaux alliages permettant à la SNCF de faciliter la réparation des fils de contact en cas de rupture, notamment grâce à la réduction du poids de la griffe.

L'étude des nouveaux alliages passe par l'examen de la nuance actuellement utilisée afin d'établir une base de comparaison. Cet alliage de cuivre à durcissement structural par précipitation, d'appellation commerciale CuNi2Si, fait partie de la famille des Cu-Ni-Si et a été retenu pour son bon rapport entre ses propriétés mécaniques et électriques. Du fait des conditions d'emploi du produit fini, il est nécessaire d'étudier le comportement sous chargement cyclique de la nuance ainsi que sa résistance à la corrosion et à la fatigue-corrosion.

L'étude en fatigue oligocyclique a permis de décomposer le comportement de l'alliage en trois grandes parties. Pour une gamme de variation de déformation totale $\Delta\varepsilon_t$ allant de 0,9 % à 1,5 %, la nuance présente en effet un durcissement initial, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette. L'intensité des phases de durcissement et d'adoucissement augmente lorsque la déformation totale appliquée à l'éprouvette croît. Pour $\Delta\varepsilon_t = 0,8$ %, l'alliage ne présente qu'un adoucissement de faible intensité. Enfin, au plus bas niveau testé ($\Delta\varepsilon_t = 0,6$ %), l'amplitude de contrainte est quasiment stable au cours du chargement cyclique. La variabilité de taille de grains au sein du procédé de fabrication de l'alliage ne provoque de variation ni au niveau de la durée de vie des éprouvettes, ni au niveau des étapes d'accommodation cyclique, mais induit uniquement une différence d'amplitude de contrainte en accord avec l'effet Hall-Petch. L'application des critères de résistance à la fatigue, notamment celui de Manson-Coffin et le critère énergétique, permet de mettre en évidence deux régimes distincts, l'un pour $0,8 \% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 1,0 \%$ et l'autre pour $1,2 \% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 1,5 \%$. Pour finir, la tentative d'un nouveau procédé de fabrication n'a pas permis d'améliorer les propriétés de résistance à la fatigue de l'alliage CuNi2Si.

En milieu NaCl à 50 g.L^{-1} , l'alliage présente une corrosion de type intergranulaire, liée à une déplétion de nickel aux niveaux des joints de grains générant la formation d'une pile galvanique à leurs niveaux. Après une heure d'immersion à potentiel libre, le potentiel de l'alliage n'est pas complètement stabilisé. Le tracé des courbes intensité-potentiel, dont le retour de la polarisation anodique est situé sous l'aller tout en étant presque superposés, indique qu'un film résistif semble se former aux potentiels élevés sans toutefois passiver la surface de l'échantillon. De plus, l'essai potentiostatique montre que ce film ne permet

pas de freiner les phénomènes de corrosion au potentiel sélectionné. Enfin, l'utilisation de la spectroscopie d'impédance électrochimique laisse supposer, à la vue du circuit équivalent modélisant au mieux les données expérimentales, la formation d'un film d'oxydes à la surface de l'alliage.

En combinant le chargement cyclique au milieu NaCl, les essais de fatigue-corrosion permettent de mettre en avant une réduction importante de la durée de vie des éprouvettes aux plus hauts niveaux testés (diminution de N_r d'environ un tiers pour $\Delta\varepsilon_t = 1,0\%$ et $1,5\%$). Dans ce cas, la plus faible durée de vie est attribuée à la forte réduction de la phase d'amorçage à la suite d'une croissance accélérée des microfissures de type I. Pour le plus bas niveau testé ($\Delta\varepsilon_t = 0,8\%$), la diminution de durée de vie est plus faible (de l'ordre de 10%). Ici, le faible niveau de plasticité génère peu d'extrusions et d'intrusions en surface. De ce fait, les joints de grains corrodés peuvent également agir comme site de nucléation des microfissures de type I, réduisant alors un peu la phase d'amorçage des fissures. Enfin, l'étude des faciès de rupture (bien que fortement matés par endroits) a mis en évidence la présence de stries fragiles semblables à celles observées en corrosion sous contrainte. L'alliage CuNi2Si semble donc sensible à ce phénomène.

Pour terminer, les mécanismes d'accommodation de la plasticité cyclique ont été étudiés à l'aide des techniques de microscopie électronique. La combinaison du MET, du MEB-ECCI et du MEB-EBSD a permis d'identifier deux types de mécanismes de plasticité.

- Dans les grains où le niveau de déformation plastique est faible, les dislocations peuvent l'accommoder par un mouvement quasi-réversible car leur libre parcours moyen est inférieur à la distance entre deux précipités. Seul ce mécanisme est observé à $\Delta\varepsilon_t = 0,6\%$, ce qui explique la stabilité de l'amplitude de contrainte au cours du cyclage. Pour les niveaux de déformation plus élevés, un second mécanisme est également présent.
- Lorsque la déformation plastique est plus importante, les grains affectés passent par différents états dont l'enchaînement est surprenant. Tout d'abord, des cellules de dislocations se forment à l'aide des multiples systèmes de glissement activés. L'accumulation de dislocations et leurs mouvements gênés par la présence des précipités permet ainsi qu'expliquer le durcissement initial observé à l'échelle macroscopique. Par la suite, les parois des cellules agissant comme sources et puits de dislocations, les précipités sont cisailés en conséquence du passage répété des dislocations. Ceci explique alors l'adoucissement observé à l'échelle macroscopique. La succession du cisaillement réduit les précipités sous leur taille critique de stabilité, induisant leur dissolution dans la matrice. Les bandes dénuées de précipités se forment agissent comme des bandes de glissement persistantes, ce qui déstabilise les parois des cellules et mène à leur disparition.

L'évolution du critère GOS en fonction de $\Delta\varepsilon_t$ permet enfin d'expliquer les différents régimes observés sur les diagrammes de résistance à la fatigue. En effet, puisque la présence de cellules augmente fortement la valeur du GOS, tandis que la densité de bandes dénuées de précipités induit également une variation de GOS (mais à un niveau inférieur), l'avancée du mécanisme d'accommodation de la plasticité cyclique permet de justifier les différentes pentes sur le diagramme de Manson-Coffin. Pour $0,8 \% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 1,0 \%$, les grains restent majoritairement à l'étape de la formation des cellules car la fissuration principale de l'éprouvette n'a pas permis d'aller plus loin dans le mécanisme, tandis que la formation des bandes est de plus en plus facilitée lorsque la déformation totale augmente.

- Perspectives

Pour aller encore plus loin dans la compréhension des phénomènes d'endommagement en fatigue et en corrosion de l'alliage CuNi2Si, des essais de fatigue propagation en milieu corrosif pourraient être mis en place en complément d'essais de corrosion sous contrainte, afin de vérifier la sensibilité à ces phénomènes observée au cours des essais de fatigue-corrosion présentés dans ce manuscrit.

Concernant les mécanismes d'amorçage en fatigue-corrosion, les critères EBSD utilisés en fatigue à l'air pourraient être appliqués aux échantillons rompus de fatigue-corrosion. Cela permettrait de s'assurer de la similitude (ou non) des structures de dislocations. De même, pour vérifier l'impact des phénomènes corrosifs en fond de fissure, il serait également possible, au cours d'un essai interrompu peu avant la rupture, d'effectuer des scans EBSD pour vérifier la nature des structures de dislocations à leur niveau.

La seconde perspective majeure concerne les essais de fatigue-contact, dont le chapitre 5 a fait l'objet. En effet, les résultats présentés ont montré la faisabilité et l'intérêt de cette méthodologie d'essai. Pour pallier aux différents inconvénients évoqués en conclusion de ce chapitre (cf. paragraphe 5.5), il serait intéressant de réaliser des essais supplémentaires à des durées et/ou des forces inférieures à respectivement 100 000 cycles et 16 kN. Dans ce cas, il est possible d'espérer atteindre un niveau de déformation équivalent à ceux de la fatigue uniaxiale afin de créer un abaque. De plus, il faudrait également appliquer la méthodologie d'essai à un autre matériau bien connu du laboratoire afin de vérifier que la méthode est transposable à d'autres alliages.

Annexes

- 1. Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages Cu-Ni-Si**
- 2. Spectroscopie d'Impédance Electrochimique**
- 3. Choix du pas d'acquisition en EBSD**
- 4. Influence du procédé de fabrication sur les mécanismes de plasticité cyclique**

Annexe 1 : Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages Cu-Ni-Si

• Le chrome, le phosphore et le cobalt

Ces trois éléments d'addition ont la particularité de participer au durcissement structural. Comme le montrent Kim *et al.* [Y.G. Kim, 1986], l'ajout de 0,03 % de phosphore dans un alliage Cu – 1,3 Ni – 0,3 Si (%) entraîne un phénomène de double précipitation, avec dans un premier temps la formation de Ni₃P, suivie dans un second temps de la germination de Ni₂Si. Une analyse thermique différentielle présentée en Figure A1-1 permet de confirmer cette hypothèse, le premier pic correspondant à la précipitation de Ni₂Si, le second à celle de Ni₃P. Plus récemment, il a été montré que l'addition de 0,03 % de phosphore permet d'augmenter les propriétés électriques et mécaniques d'un alliage Cu – 2,0 Ni – 0,5 Si (%), grâce d'une part à l'affinement de la taille de grains de la matrice de cuivre, et d'autre part grâce à l'amélioration de la germination et à la limitation de la coalescence des précipités δ-Ni₂Si lors du traitement thermique de durcissement structural [Y. Zhang, 2016].

De même, l'addition de chrome engendre la précipitation de Cr₃Si [W. Wang, 2016] mais également de chrome seul [A. Ivanov, 1996], ce dernier prenant la forme de pétales [J. Lei, 2004, 2005]. La formation de Cr₃Si a également été confirmée pour un alliage issu de la métallurgie des poudres [H.-S. Wang, 2014].

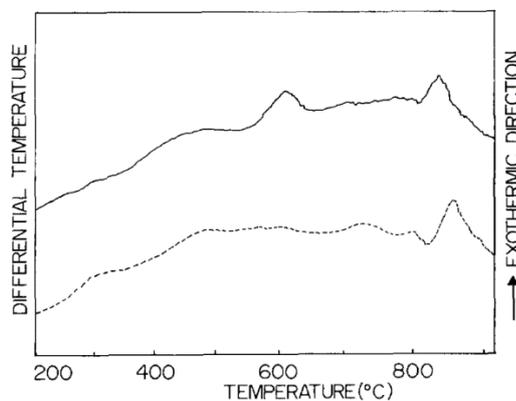


Figure A1-1 : Analyse thermique différentielle d'un alliage Cu-Ni-Si-P (courbe pleine) et d'un alliage Cu-Ni-P (courbe en pointillés) solubilisés à 1020 °C et trempés à l'eau [Y.G. Kim, 1986]

Toutefois, ajoutés en très faible quantité, ces éléments ont une influence limitée sur l'alliage. Selon Watanabe *et al.* [C. Watanabe, 2007], l'impact de 0,02 % de chrome et de phosphore est très faible. Ils n'améliorent quasiment pas la conductivité électrique et la dureté. Le chrome permet de réduire la taille de grains (-20 % sur le procédé de la publication) tandis que le phosphore retarde la précipitation discontinue dont la dureté est plus faible. De même, selon Khereddine *et al.* [A. Khereddine, 2011], l'ajout de chrome a très peu d'influence sur la microstructure au cours du vieillissement.

En revanche, l'intérêt de l'addition de chrome sur les propriétés électriques est reconnu [W. Wang, 2016]. En effet, comme expliqué dans trois brevets [W.W. Edens, 1980; N. Era, 2008, 2010], l'ajout de chrome permet d'éliminer le silicium resté en solution solide, lui-même légèrement en excès pour soustraire le plus possible de nickel de la phase α . De plus, le chrome précipite facilement puisqu'il est très peu soluble dans le cuivre. Ainsi, les entraves au mouvement des électrons sont minimisées, ce qui augmente la conductivité électrique de l'alliage.

Enfin, le cobalt est également connu pour être un élément contribuant au durcissement structural via la formation de précipités de Co_2Si [M.G. Corson, 1928; Q. Wang, 2013; S. Chenna Krishna, 2013; A. Ozawa, 2014]. Toutefois, son influence n'a volontairement pas été développée. En effet, bien que son impact soit globalement positif sur les performances des alliages, le cobalt fait désormais partie des éléments chimiques à éviter du fait de sa toxicité, empêchant son utilisation à l'échelle industrielle.

• Le fer

D'après Suzuki *et al.* [S. Suzuki, 2006], un faible ajout de fer (de 0,1 à 0,3 %) permet d'améliorer un peu les propriétés finales du matériau. En effet, le fer précipitant dans la matrice de cuivre, ces particules permettent d'améliorer la dureté du matériau tout en augmentant sa conductivité électrique. La [Figure A1-2](#) révèle toutefois que ces résultats dépendent du procédé de fabrication choisi (ST = *Solution Treated* ; CR = *Cold-Rolled* ; AG = *AGing treated*) et de la nuance retenue. Mais à la suite d'un revenu, les nuances avec du fer ont une dureté plus importante mais pas forcément une plus faible résistivité électrique. Les précipités de fer peuvent gêner les mouvements de dislocations mais le fer peut également entraver le mouvement des électrons s'il est partiellement en solution solide.

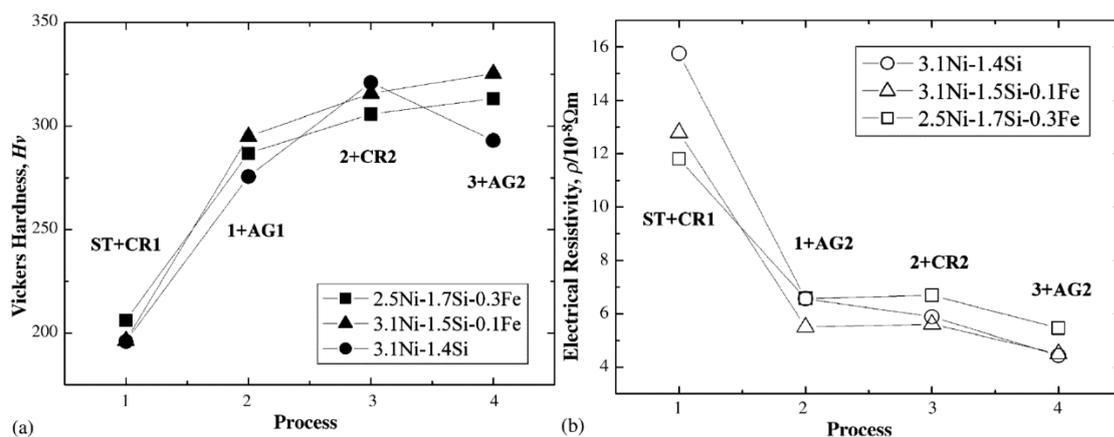
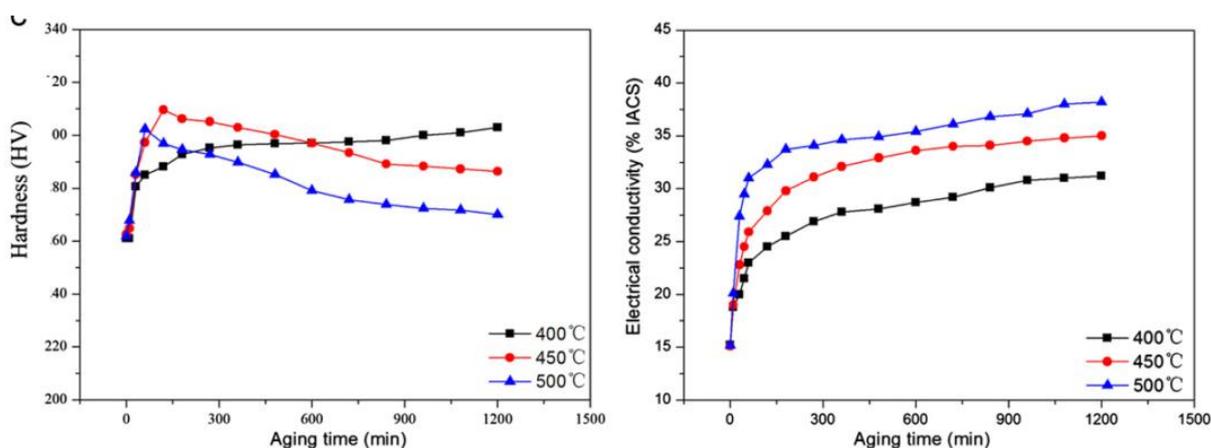


Figure A1-2 : Influence de l'alliage et du procédé de fabrication sur la dureté (a) et la résistivité électrique (b) de différents alliages Cu-Ni-Si [S. Suzuki, 2006]

- **L'aluminium**

Lei *et al.* [Q. Lei, 2013a] ont étudié pour leur part l'impact de l'ajout d'aluminium sur un alliage Cu-Ni-Si, et plus exactement le remplacement de 0,4 % de Si par 0,5 % d'Al. Dans ce cas, la microstructure est légèrement affinée puisque la taille de grain diminue. Ceci entraîne de ce fait une faible augmentation de la dureté (loi de Hall-Petch) et une diminution de la conductivité électrique (joints de grains plus nombreux), comme le révèle la comparaison entre la [Figure A1-3](#) et la [Figure 1-13](#).



[Figure A1-3](#) : Impact de la température de revenu sur la dureté (à gauche) et la conductivité électrique (à droite) d'un alliage Cu – 6,0 Ni – 1,0 Si – 0,5 Al (%) [Q. Lei, 2013a]

- **Le magnésium**

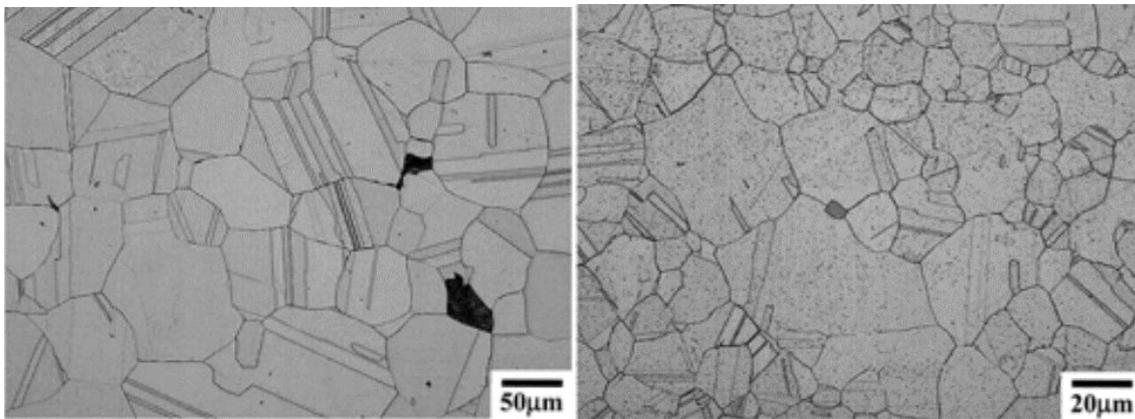
Monzen et Watanabe [R. Monzen, 2008] se sont penchés sur l'influence de l'ajout de magnésium à hauteur de 0,1 % dans un alliage Cu – 2 Ni – 0,5 Si (%). Pour une taille de grains identique égale à 10 μm , le magnésium améliore les propriétés mécaniques à l'exception de l'allongement à rupture et dégrade un peu la conductivité électrique, comme présenté dans le [Tableau A1-1](#). De plus, le magnésium permet d'augmenter la résistance à la relaxation de contraintes, soit en raison d'un espacement plus faible entre les précipités de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$, soit parce que le mouvement des dislocations est gêné par un effet de trainée des atomes de magnésium.

[Tableau A1-1](#) : Propriétés mécaniques et électriques d'alliages vieillis 72 h à 400 °C [R. Monzen, 2008]

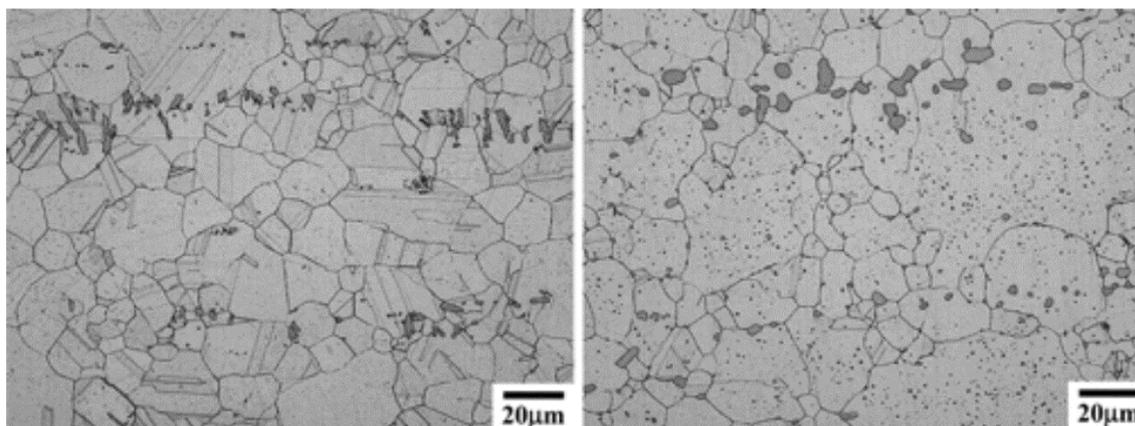
Alliage (% massique)	Limite d'élasticité à 0,2 % (MPa)	Résistance mécanique (MPa)	Allongement à rupture (%)	Conductivité électrique (%IACS)
Cu – 2 Ni – 0,5 Si	520	590	12	47
Idem + 0,1 Mg	560	630	11	44

- **Le titane**

L'impact de l'addition de titane sur les propriétés de différents alliages de la famille des Cu-Ni-Si a également été évalué [E. Lee, 2011, 2013]. Comme le montre la [Figure A1-4](#), le titane permet d'affiner la microstructure, la taille des grains passant de 56 μm à 16 μm à traitements thermomécaniques identiques. Il peut donc être supposé que le titane agit comme un site de nucléation des grains de la matrice de cuivre. De plus, leurs calculs thermodynamiques tendent à prouver que l'ajout de titane favorise la précipitation de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Toutefois, les résistances élastique et mécanique en traction sont dégradées mais l'allongement à rupture augmente. En effet, il semble que l'agglomération des précipités de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ soit favorisée, ceux-ci devenant ainsi visibles en microscopie optique, comme présenté en [Figure A1-5](#) [E. Lee, 2011].

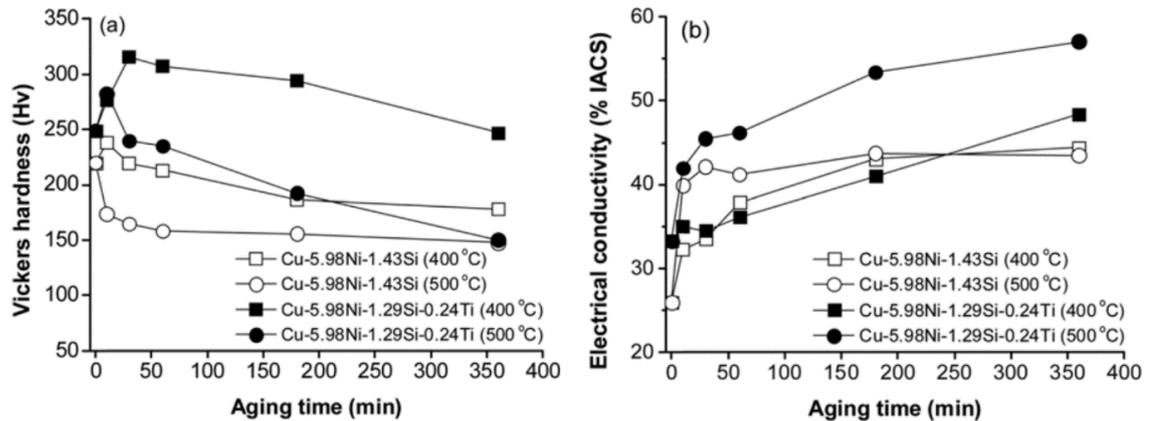


[Figure A1-4](#) : Différence de microstructure entre un alliage Cu - 3,0 Ni - 0,7 Si (%) (à gauche) et une nuance Cu - 3,0 Ni - 0,63 Si - 0,12 Ti (%) (à droite) à traitement thermomécanique identique [E. Lee, 2011]



[Figure A1-5](#) : Formation de précipités volumineux de $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ après traitement thermique de durcissement structural au pic d'alliages Cu - 3,0 Ni - 0,63 Si - 0,12 Ti (%) (à gauche) et Cu - 6,0 Ni - 1,29 Si - 0,24 Ti (%) (à droite) [E. Lee, 2011]

Cependant, dans la seconde publication, une meilleure maîtrise des traitements thermomécaniques permet tout de même d'améliorer les propriétés mécaniques en traction ainsi que la conductivité électrique [E. Lee, 2013]. Ces résultats sont confortés par les travaux de Kim *et al.*, présentés en [Figure A1-6](#) [H.G. Kim, 2013].



[Figure A1-6](#) : Influence de l'addition de titane sur la dureté (a) et la conductivité électrique (b) d'un alliage Cu-Ni-Si en fonction de la température et de la durée du traitement thermique de durcissement structural [H.G. Kim, 2013]

Watanabe *et al.* [C. Watanabe, 2015] ont également examiné l'impact de l'addition de 0,04 et 0,2 % de titane sur un alliage Cu – 2,0 Ni – 0,5 Si (%). Après le traitement thermomécanique, les résultats de traction représentés en [Figure A1-7](#) (gauche) révèlent que l'ajout de 0,04 % de titane a un impact bénéfique sur les propriétés mécaniques du matériau. Au contraire, l'augmentation du taux de titane jusqu'à 0,2 % détériore la résistance à la traction de l'alliage. Il est à noter qu'aucune influence sur les propriétés de conduction électrique n'a été remarquée ici. Les répartitions atomiques des différents éléments d'addition présentés en [Figure A1-7](#) (droite) permettent d'interpréter ces résultats. Il apparaît ainsi qu'une faible addition de titane (0,04 %) améliore la précipitation de δ -Ni₂Si et donc le durcissement de l'alliage. Des observations MET ont permis de vérifier que leur densité était plus importante (plus nombreux et moins espacés). En revanche, une plus grande addition de titane (0,2 %) engendre la formation d'une nouvelle phase de composition Ni₁₆S₇Ti₆ (de structure Mn₂₃Th₆, type D8a), ce qui réduit alors la fraction volumique des précipités δ -Ni₂Si. Le durcissement structural est alors moins important, d'où une diminution des propriétés mécaniques en traction. Enfin, les propriétés électriques sont identiques dans les trois alliages étudiés car la concentration en éléments d'addition en solution solide dans la matrice est globalement constante.

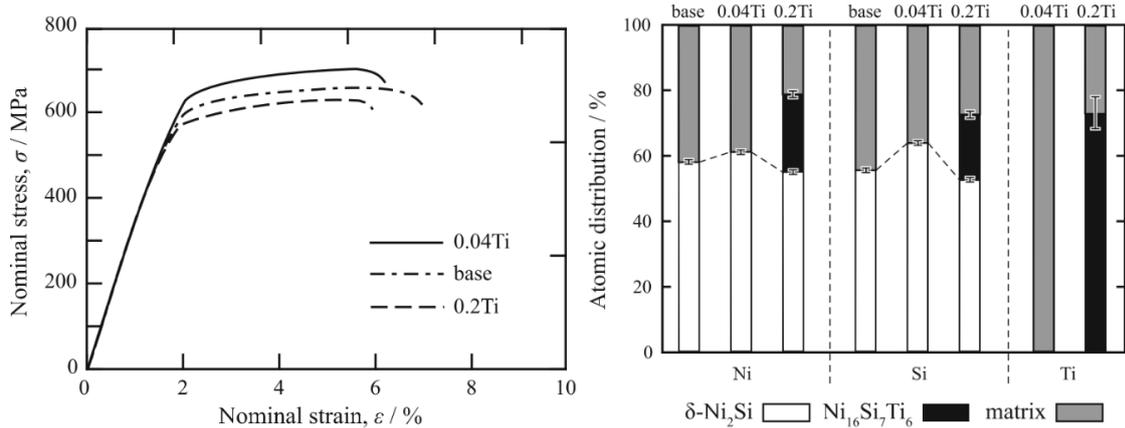


Figure A1-7 : Influence de l'addition de 0,04 et 0,2 % de titane dans un alliage Cu – 2,0 Ni – 0,5 Si (%) sur les propriétés en traction (à gauche) et sur la distribution atomique des éléments d'addition (à droite)

• Le vanadium

L'impact de l'ajout de 0,1 et 0,2 % vanadium sur un alliage Cu – 2,8 Ni – 0,7 Si (%) a été étudié par Han *et al.* [S.Z. Han, 2013]. L'addition de vanadium entraîne tout d'abord un affinement de la microstructure de l'alliage. En effet, comme observable en [Figure A1-8](#), l'ajout de vanadium réduit la taille de grain. Plus précisément, l'alliage sans vanadium a recristallisé suite au traitement thermique de mise en solution solide (qui est précédé d'une phase de laminage à froid). Ainsi, le vanadium empêche la recristallisation d'avoir lieu.

De plus l'ajout de vanadium combiné à une optimisation du vieillissement de l'alliage permet une précipitation plus fine lors de l'étape de durcissement structural, les précipités δ -Ni₂Si étant plus fins et plus nombreux. Ainsi, il est possible d'améliorer les propriétés mécaniques (mesurées dans cette publication par la dureté du matériau) et les propriétés de conduction électrique [S.Z. Han, 2013].

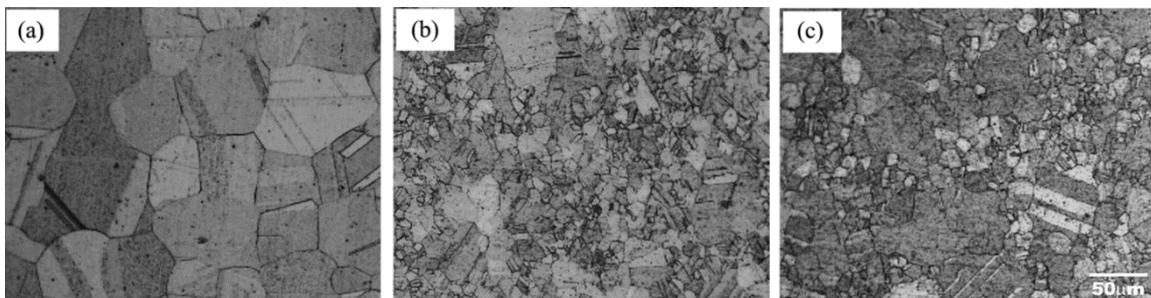


Figure A1-8 : Influence du pourcentage de vanadium sur la microstructure d'un alliage Cu – 2,8 Ni – 0,7 Si – x V (%) après traitement thermique (950 °C, 2 h) de mise en solution solide (a : x = 0 ; b : x = 0,1 ; c : x = 0,2) [S.Z. Han, 2013]

En effet, tout comme pour le titane, le vanadium a une affinité forte avec le nickel et le silicium. De ce fait, il a tendance à les soutirer de la solution solide de cuivre, ce qui

contribue à l'amélioration de la précipitation de δ -Ni₂Si. Toutefois, son addition doit se faire dans une faible proportion, sous peine de risquer la formation d'intermétalliques Ni_xSi_yV_z au détriment du durcissement structural. Ainsi, Han *et al.* ont trouvé, pour le procédé de fabrication retenu, un optimum de propriétés mécaniques et électriques en ajoutant 0,1 % de vanadium et en choisissant un traitement thermique de durcissement structural de 10 h à 500 °C [S.Z. Han, 2013].

Annexe 2 : Présentation de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

- Principe de fonctionnement

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique expérimentale permettant, dans le cadre de la caractérisation du comportement d'un matériau en milieu corrosif, de caractériser les transferts de charges qui se déroulent à l'interface entre le matériau étudié et l'électrolyte.

Or, en général, les phénomènes en présence ne sont pas linéaires, comme indiqué en Figure A2-2. Pour contourner ce problème et essayer de caractériser des phénomènes linéaires, il suffit de sélectionner une plage de travail se rapprochant de la linéarité, représenté par l'ellipse en Figure A2-2. Pour cela, une perturbation de faible amplitude autour d'un point bien choisi (le potentiel libre dans le cadre des travaux présentés dans ce manuscrit) permet de supposer que le système est quasi-stationnaire (à l'équilibre) pendant la durée de la mesure.

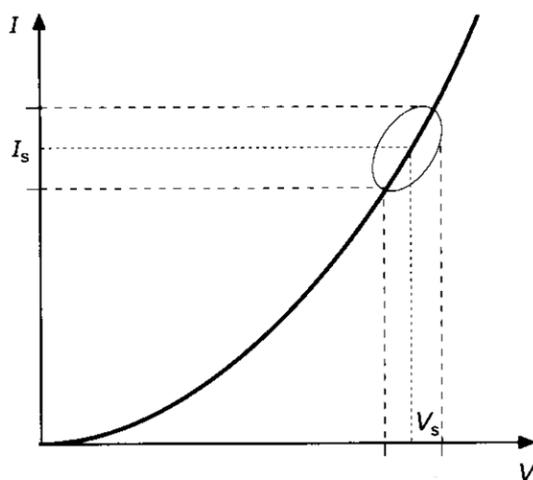


Figure A2-2 : Évolution globalement non linéaire de l'intensité en fonction de la tension appliquée au système, et sélection d'une petite zone se rapprochant de la linéarité

Expérimentalement, une perturbation sinusoïdale de quelques millivolts d'amplitude (E_a) est appliquée par le potentiostat-galvanostat autour du potentiel d'équilibre supposé (E_m). Ainsi, le signal d'entrée peut être décrit par l'Équation 12.

Équation 12 : Tension imposée au cours d'un essai de SEI

$$E_{we} = E_m + E_a \sin(\omega t), \quad \text{où } \omega = 2\pi f$$

L'intensité du courant résultant de cette tension appliquée à l'électrode de travail (WE pour *Working Electrode*) est alors mesurée par le potentiostat-galvanostat. Elle est également sinusoïdale, d'amplitude I_a , de moyenne I_m et déphasée de φ , comme décrit par l'Équation

13. Les signaux de tension et de courant sont représentés graphiquement au sein de la Figure A2-3.

Équation 13 : Courant résultant de la perturbation sinusoïdale de la tension au cours d'un essai de SEI

$$I_{we} = I_m + I_a \sin(\omega t + \varphi), \quad \text{où } \omega = 2\pi f$$

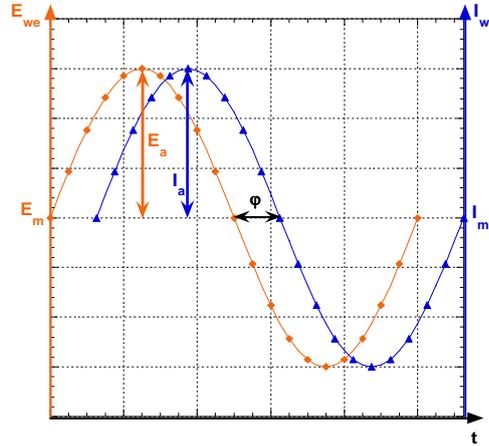


Figure A2-3 : Représentation du déphasage φ entre le potentiel appliqué à l'échantillon (E_{we}) et le courant résultant de cette perturbation (I_{we})

L'impédance électrochimique du système peut être calculée en faisant le rapport de la tension par l'intensité, comme expliqué en Équation 14. Son expression sous forme complexe, présentée en Équation 15, est généralement la plus utilisée.

Équation 14 : Impédance électrochimique du système

$$Z(\omega) = \frac{E_{we}}{I_{we}} = \frac{E_m + E_a \sin(\omega t)}{I_m + I_a \sin(\omega t + \varphi)} = Z_0 \frac{\sin(\omega t)}{\sin(\omega t + \varphi)}$$

Équation 15 : Forme complexe de l'impédance électrochimique du système

$$Z(\omega) = \frac{E_{we}}{I_{we}} = Z_0 e^{j\varphi} = Z_0 (\cos\varphi + j \sin\varphi)$$

De cette expression, il est possible de calculer pour chaque fréquence la partie réelle Z' et la partie imaginaire Z'' de l'impédance du système, dont les formules sont respectivement indiquées en Équation 16 et en Équation 17.

Équation 16 : Partie réelle de l'impédance du système électrochimique à une fréquence donnée

$$Z' = |Z| \cos\varphi$$

Équation 17 : Partie imaginaire de l'impédance du système électrochimique à une fréquence donnée

$$Z'' = |Z| \sin\varphi$$

Le but d'un essai de SIE est alors de mesurer l'influence de la fréquence f du signal de tension appliqué sur la réponse en courant du système électrochimique, les résultats étant représentés graphiquement comme expliqué au paragraphe suivant.

- **Représentation graphique des résultats**

Les résultats de SIE sont généralement regroupés en trois diagrammes. Dans le premier, les différents couples Z'/Z'' mesurés aux différentes fréquences imposées sont représentés dans le plan dit de Nyquist. Le spectre d'impédance, dont un exemple est présenté en Figure A2-4, est usuellement appelé diagramme de Nyquist.

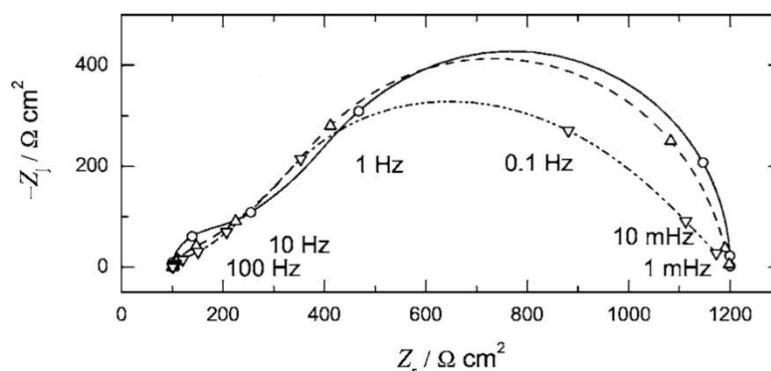


Figure A2-4 : Exemple de diagramme de Nyquist ($Z_r = Z'$ et $Z_i = Z''$) [M.E. Orazem, 2006]

Les deux autres diagrammes utilisés pour la représentation graphique des résultats de SIE sont des diagrammes de Bode, où le module de l'impédance $|Z|$ et le déphasage ϕ sont tracés en fonction de la fréquence (en échelle logarithmique). Deux exemples sont présentés en Figure A2-5 pour illustrer.

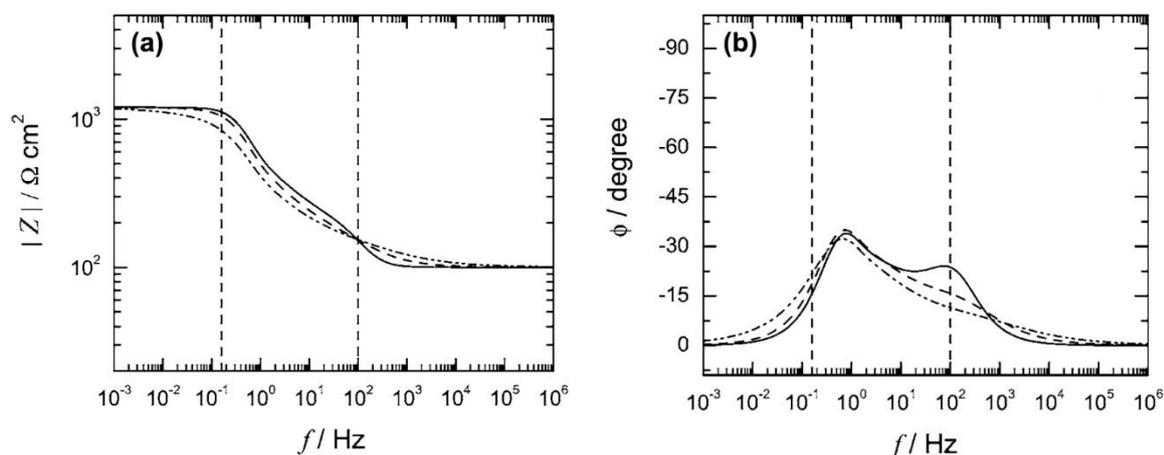


Figure A2-5 : Exemples de diagramme de Bode du module de l'impédance (a) et du déphasage (b) [M.E. Orazem, 2006]

Une fois les résultats regroupés dans les trois diagrammes présentés ci-dessus, le but est alors de modéliser le comportement électrochimique du système par un circuit électrique équivalent, comme expliqué au paragraphe suivant.

- **Circuit électrique équivalent**

Les différents diagrammes présentés au paragraphe précédent sont également utilisés en électricité pour caractériser les circuits. Ainsi, il est possible de modéliser les données expérimentales par un assemblage de composants électriques.

Une illustration peut être faite à l'aide de la [Figure A2-6](#), où un circuit simple est représenté. Dans ce cas, la résistance R_e représente la résistance de l'électrolyte (appelée également résistance de la solution), le condensateur C_{DL} caractérise la capacité de la double couche électronique, la résistance R_t est relative à la résistance du transfert de charge, tandis que Z_W est une impédance caractérisant les phénomènes de diffusion. L'affinement de ces paramètres pour s'approcher au mieux des données expérimentales permet d'essayer d'expliquer les phénomènes de corrosion du matériau étudié.

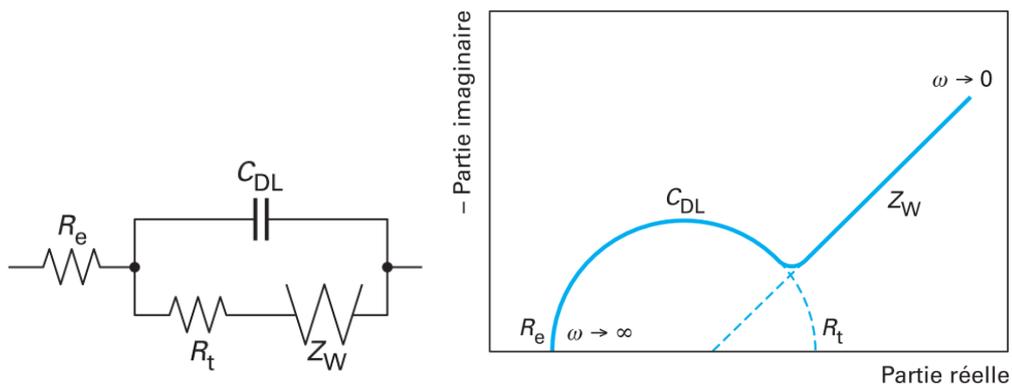


Figure A2-6 : Circuit électrique de Randles et diagramme de Nyquist correspondant [C. Gabrielli, 2010]

Le modèle du circuit de Randles présenté ci-dessus permet donc de schématiser la corrosion d'un matériau ne présentant pas de couche d'oxyde à sa surface. Il existe bien évidemment d'autres modèles, dont une sélection est présentée en [Figure A2-7](#).

La présence de CPE est à noter dans certains circuits. Ces composants électriques (*Constant Phase Element*) correspondent à un condensateur présentant des imperfections. Ils permettent ainsi d'affiner encore mieux la modélisation des phénomènes électrochimiques en présence.

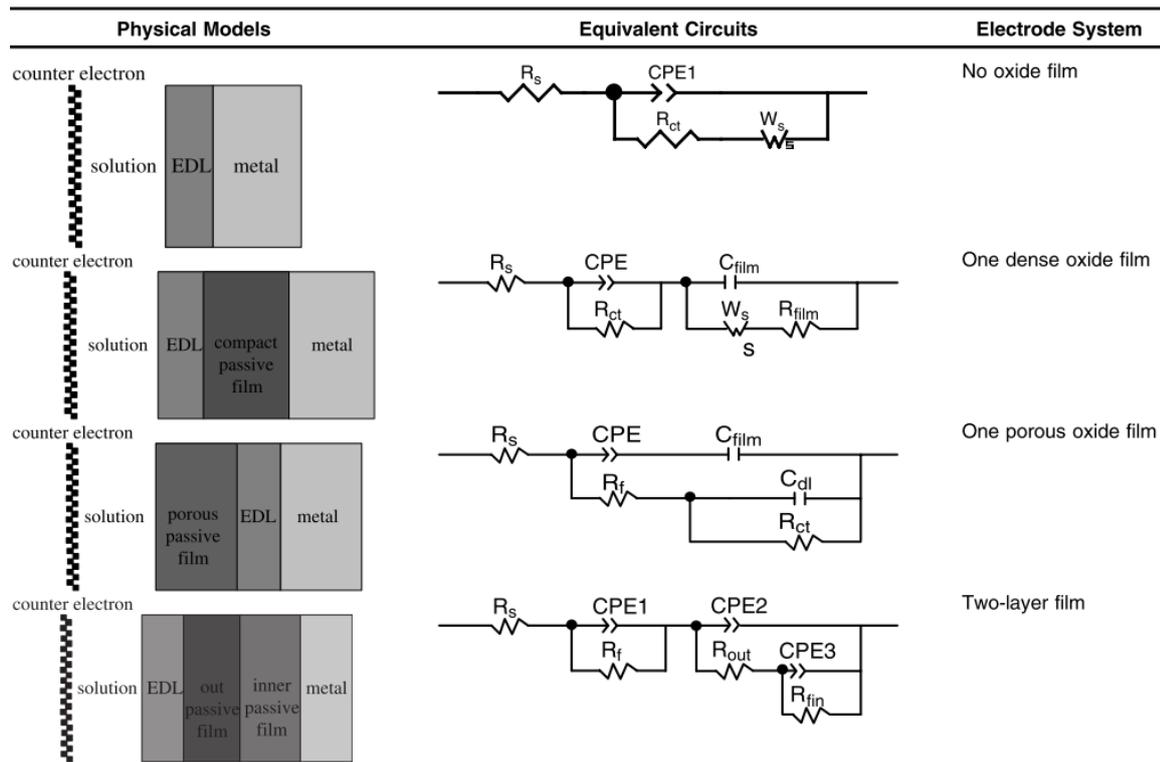


Figure A2-7 : Quatre exemples de modèles physiques du comportement en corrosion d'un métal, accompagnés de leur circuit électrique équivalent [Q. Lei, 2016]

Annexe 3 : Détermination du pas d'acquisition pour les cartographies EBSD réalisées sur le FEI Quanta 400

- **Constat initial**

Avant de procéder à la caractérisation EBSD à l'échelle de la microstructure de l'alliage NS5 sollicité en fatigue, une série de scans a été réalisée au préalable afin de déterminer le pas qui semble optimal à la mise en évidence des phénomènes en présence.

Le but étant de caractériser les bandes dénuées de précipités, et notamment la matrice déformée entre ces dernières, il est nécessaire de trouver un optimum entre temps d'acquisition et qualité des résultats. Le critère GROD a donc été choisi comme point de comparaison, afin de se rapprocher au plus près possible des cartographies EBSD réalisées sur le MEB-FEG à un pas de 50 nm (cf. [Figure 4-10](#)).

- **Expériences mises en place**

Dans les conditions expérimentales retenues (tension d'accélération de 20 kV, spot size 6 et résolution angulaire de 0,08 °), l'acquisition optimale des clichés de diffraction peut être effectuée à une fréquence de 20 Hz sans dégrader le taux d'indexation finale.

Quatre pas d'acquisition ont été testés sur une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ (et présentant donc des bandes dénuées de précipités), allant de 200 à 500 nm par incrément de 100 nm. Toutes les cartographies réalisées ont une durée similaire (9h30 d'acquisition) et ont été effectuées sur une même zone. À titre d'information, la durée nécessaire à l'indexation d'une zone de 100 μm^2 est présentée au sein du [Tableau A3-1](#).

[Tableau A3-1](#) : Durée d'acquisition d'une zone de 100 μm^2 en fonction du pas retenu

Pas d'acquisition (nm)	200	300	400	500
Nombre de mesures	250.000	111.112	62.500	40.000
Durée	13h50	6h10	3h30	2h15

- **Résultats**

Les quatre cartographies GROD ont été regroupées en [Figure A3-1](#). Le premier constat concerne leur dimension. En effet, comme attendu à la lecture du [Tableau A3-1](#), le pas influe énormément sur la taille des cartographies pour une durée fixée. Alors qu'une large zone est analysée avec un pas de 500 nm, seuls quelques grains ont été caractérisés avec le pas de 200 nm.

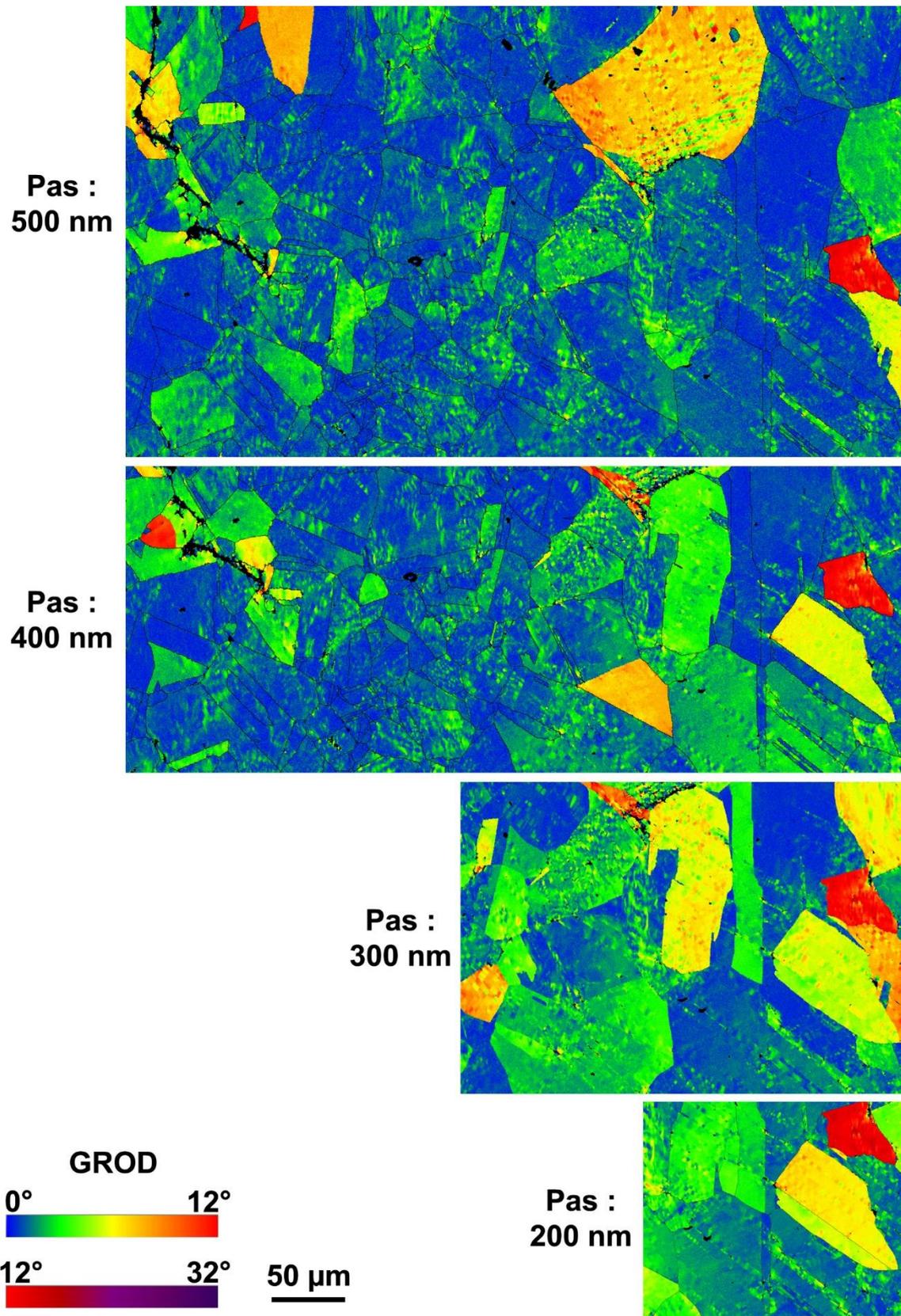


Figure A3-1 : Évolution de la cartographie GROD d'une éprouvette en alliage NS5 rompue à $\Delta\varepsilon_t = 1,5\%$ en fonction du pas d'acquisition du scan EBSD

De plus, le gain concernant la visualisation de la matrice déformée entre les bandes est clairement visible en diminuant le pas de 500 à 400 nm. Une amélioration semble encore possible en diminuant encore le pas à 300 nm. Le gain est toutefois moindre, l'intérêt se situant essentiellement dans les zones où la déformation de la matrice est un peu plus faible. Enfin, la diminution du pas jusqu'à 200 nm ne semble pas avoir un grand impact sur la visualisation des phénomènes en présence.

- **Discussion et choix du pas optimal**

À la vue des résultats présentés en [Figure A3-1](#), il semble tout d'abord que le pas de 200 nm soit à exclure. Il n'apporte que peu d'informations supplémentaires par rapport aux pas plus grossiers et augmente considérablement la durée nécessaire à une cartographie étendue de la microstructure de l'alliage NS5 après fatigue.

Les cartographies réalisées avec un pas de 500 nm présentent l'avantage d'être les plus rapides. Toutefois, la perte d'information reste importante par rapport au scan réalisé avec un pas de 400 nm. De plus, l'augmentation de la durée du scan en passant d'un pas de 500 à 400 nm reste mesurée (environ 50 % de temps en plus).

Il reste donc à départager les pas de 400 et 300 nm. Le premier présente un net avantage pour la durée nécessaire au balayage de surfaces importantes, tandis que le deuxième semble avoir plus de détails visibles. Toutefois, il faut garder en mémoire les paramètres expérimentaux. En effet, sur le microscope FEI Quanta 400, le diamètre du faisceau dans les conditions d'utilisation (tension d'accélération de 20 kV, spot size 6) est estimé, d'après un abaque fourni par le constructeur, à environ 400 nm. Ainsi, en réalisant les scans EBSD à un pas de 300 nm, il se peut que les informations récoltées par la caméra à chaque pointé proviennent partiellement d'une zone ayant déjà diffracté au pointé précédent.

En conclusion, il a été décidé de réaliser les cartographies EBSD de caractérisation à l'échelle de la microstructure à un pas de 400 nm. Ce choix présente le meilleur compromis entre la durée des cartographies et la finesse des résultats obtenus, tout en restant dans la limite d'utilisation du MEB.

Annexe 4 : Influence du procédé de fabrication sur les mécanismes de plasticité cyclique

Les différents critères EBSD utilisés pour l'alliage NS5 ont été appliqués à l'alliage NS5NP afin d'étudier l'influence du procédé de fabrication sur les processus d'accommodation de la plasticité cyclique. Les analyses donc ont été réalisées à l'échelle de la microstructure à l'aide du MEB FEI Quanta. Sur la gamme d'essais réalisés ($0,6 \% \leq \Delta\varepsilon_t \leq 1,2 \%$), deux niveaux, à savoir $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$ et $1,2 \%$, ont été choisis pour illustrer au mieux les phénomènes en présence. Une sélection de cartographies EBSD résultant des scans réalisés est ainsi présentée en [Figure A4-1](#).

Avant toute description des résultats, il convient de rappeler que l'alliage NS5NP diffère grandement de la nuance NS5 au niveau de la microstructure. En effet, cette dernière présente une large gamme de taille de grains (de petit à très gros), mais également des zones non recristallisées assez étendues.

- **Hypothèses de mécanismes d'accommodation cyclique**

En s'intéressant tout d'abord au plus haut niveau de déformation testé ($\Delta\varepsilon_t = 1,2 \%$), il apparaît sur la cartographie GROD que certains grains présentent effectivement des bandes dénuées de précipités. En effet, la signature visuelle qui leur est caractéristique, présentée en [Figure 4-10](#), peut être repérée dans quelques grains.

Le phénomène de formation des bandes dénuées de précipités est donc également présent au sein de l'alliage NS5NP. Il convient toutefois de nuancer les résultats. D'une part, alors que le niveau de déformation plastique est élevée à $\Delta\varepsilon_t = 1,2 \%$ (similaire à $\Delta\varepsilon_t = 1,5 \%$ pour l'alliage NS5, cf. graphique en [Figure 2-16](#)), la densité de bandes est très faible, tout comme le nombre de grains affectés par leur formation. De plus, la matrice entre les bandes semble également faiblement désorientée. D'autre part, seuls les grains recristallisés sont concernés par ce phénomène. Enfin, ces bandes n'ont pas été observées à $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$.

La formation des bandes dénuées de précipités ne semble donc pas être le mécanisme principal d'accommodation de la déformation. En fait, le principal impact de la variation du procédé de fabrication de l'alliage CuNi2Si réside dans le rôle des grains non recristallisés. En effet, comme le prouvent les cartographies de référence présentées en [Figure A4-1](#), ces grains sont fortement écrouis dès l'état initial. Cela est notamment visible par la grande quantité de LAGB en leur sein, mais également par leur faible niveau d'IQ sur la cartographie IQ+GB. Ceci traduit donc la présence de dislocations (GND et SSD), impliquant de ce fait une forte désorientation visible sur la cartographie GROD et pouvant atteindre 32° avant toute sollicitation mécanique.

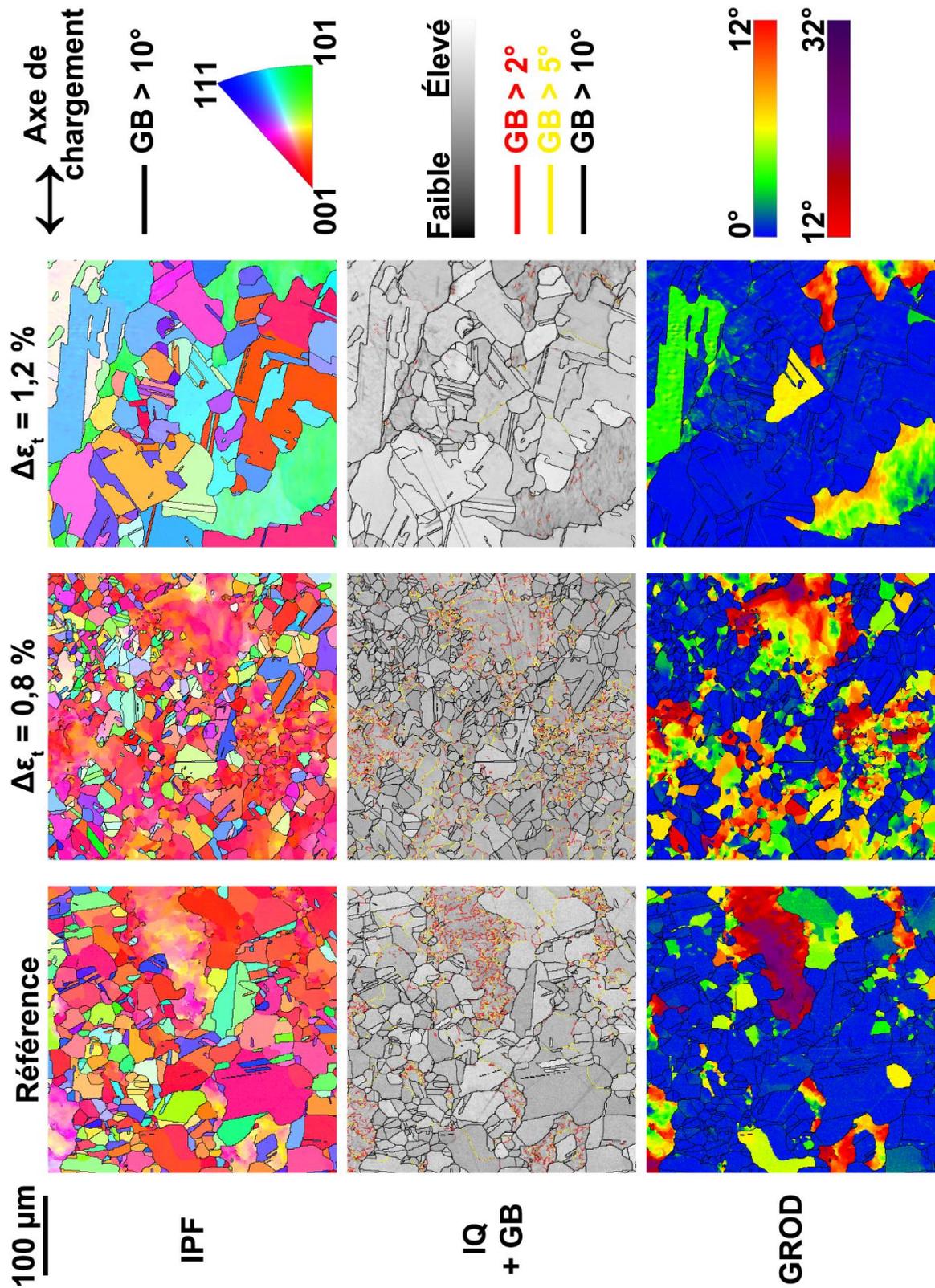


Figure A4-1 : Cartographies IPF (axe normal), IQ+GB et GROD d'une éprouvette non déformée en alliage NS5NP (Référence) et d'éprouvettes en alliage NS5NP rompues par fatigue à $\Delta\epsilon_t = 0,8 \%$ et $\Delta\epsilon_t = 1,2 \%$ (pas d'acquisition : 400 nm)

En conséquence, il est possible que l'accommodation de la déformation plastique soit différente dans les grains non recristallisés. Et cela se vérifie par l'étude de l'évolution des LABG en fonction du niveau de déformation sur les cartographies IQ+GB. En effet, la quantité de LABG diminue lorsque la variation de déformation totale augmente, induisant également une diminution du niveau de GROD.

Il semble donc que ces grains présentent un nouveau mécanisme d'accommodation cyclique. En effet, sous l'effet de la déformation cyclique, il n'est pas nécessaire d'y générer des dislocations, la densité de ces dernières étant déjà élevée à la suite du procédé de fabrication. En conséquence, la contrainte de cisaillement générée par l'essai mécanique permet de les mettre en mouvement, ce qui mène à leur annihilation lorsqu'elles rencontrent une dislocation de signe opposé. Ceci engendre donc une diminution de leur densité avec le cyclage et explique la réduction de la quantité de LABG avec l'augmentation de la déformation totale appliquée à l'éprouvette.

- **Conclusions et limites de l'EBSD**

La vérification, à l'aide des critères EBSD, de la présence de bandes dénuées de précipités sur les éprouvettes en alliage NS5NP permet d'expliquer en partie le comportement mécanique en fatigue oligocyclique. En effet, ce mécanisme étant similaire à celui du NS5, il est logique que la réponse à la sollicitation cyclique soit semblable, à savoir, comme observé en [Figure 2-15](#), un durcissement suivi d'un adoucissement de l'alliage. Ce mécanisme paraît toutefois spécifique aux grains recristallisés. De même, les bandes n'ayant pas été constatées à $\Delta\varepsilon_t = 0,8 \%$, cela peut expliquer la faible intensité des étapes de durcissement et d'adoucissement. De plus, la différence nette de microstructure, et notamment de la taille de grains entre les deux alliages, permet de justifier facilement la plus faible amplitude de contrainte relevée pour l'alliage NS5NP.

L'utilisation de la méthode LSM a également permis de mettre en avant l'existence d'un second mécanisme d'accommodation cyclique pour l'alliage NS5NP, étant spécifique cette fois-ci des grains non recristallisés. En effet, l'importante densité de dislocation initialement présente dans ces grains, se traduisant par une grande quantité de LABG et un niveau d'IQ faible, a tendance à diminuer par annihilation avec l'accumulation de déformation cyclique. Ce nouveau mécanisme ne produisant probablement pas d'extrusions en surface, peut expliquer la présence de grandes zones dépourvues de bandes de glissement, comme celles présentées en [Figure 2-18](#), en surface des éprouvettes rompues en NS5NP. Enfin, ce processus d'accommodation cyclique, ne générant pas de dislocations, permet de justifier la diminution du niveau de déformation plastique observé en [Figure 2-16](#) par rapport à l'alliage NS5.

L'utilisation de la méthode LSM reste à nuancer. En effet, ne connaissant pas l'étendue réelle des phénomènes en présence, il est possible que le pas d'acquisition choisi (400 nm)

ne soit pas adapté à la caractérisation. En première approche, la méthode permet néanmoins d'obtenir des pistes d'explications des mécanismes d'endommagement de l'alliage NS5NP.

Ainsi, en utilisant les différents critères EBSD précédemment explicités pour l'alliage NS5, il a été possible d'émettre des hypothèses sur les mécanismes d'endommagement cyclique de l'alliage NS5NP et ainsi de mettre en avant l'influence du procédé de fabrication sur le comportement mécanique de la nuance CuNi2Si.

Toutefois, certaines limites de la technique ont également été mises en avant par cette étude. La microstructure étant très variable d'une zone à l'autre d'une éprouvette, il n'a pas été possible d'utiliser un critère quantitatif comme le GOS. En effet, la présence plus ou moins importante de grains non recristallisés a un impact trop important sur la moyenne du GROD. Pour contourner le problème, il est possible de multiplier le nombre de scans, ce qui n'était pas possible ici pour des contraintes de temps.

De même, bien qu'il ait permis l'identification de la présence de bandes dénuées de précipités, l'utilisation du critère GROD a atteint en partie ses limites, également en conséquence de la microstructure de l'alliage NS5NP. En effet, la signature visuelle en GROD des cellules de dislocations, comme celles visibles en [Figure 4-12](#), est très proche de celles des grains non recristallisés de la [Figure A4-1](#). De ce fait, il est donc impossible de conclure sur la présence ou non des cellules pour l'alliage NS5NP uniquement à l'aide des critères EBSD. Toutefois, les analyses n'ont pas été prolongées aux échelles inférieures, du fait du manque d'intérêt de l'alliage dans l'application envisagée.

Bibliographie

Bibliographie

- [**F.B. Abudaia et al., 2005**] F.B. Abudaia, J.T. Evans, B.A. Shaw, *Spherical indentation fatigue cracking*, *Materials Science and Engineering: A* 391 (1–2), 2005, 181–187
- [**F. Ackermann et al., 1984**] F. Ackermann, L.P. Kubin, J. Lepinoux, H. Mughrabi, *The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals*, *Acta Metallurgica* 32 (5), 1984, 715–725
- [**P.A. Ageladarakis et al., 1999**] P.A. Ageladarakis, N.P. O’Dowd, G.A. Webster, *Tensile and Fracture Toughness Tests of CuNiSi at Room and Cryogenic Temperatures*, JET Joint Undertaking R(99)01, 1999, 1–15
- [**J. Ahmed et al., 2001**] J. Ahmed, A.J. Wilkinson, S.G. Roberts, *Electron channelling contrast imaging characterization of dislocation structures associated with extrusion and intrusion systems and fatigue cracks in copper single crystals*, *Philosophical Magazine A* 81 (6), 2001, 1473–1488
- [**I. Altenberger et al., 2014**] I. Altenberger, H.-A. Kuhn, M. Gholami, M. Mhaede, L. Wagner, *Characterization of ultrafine grained Cu-Ni-Si alloys by electron backscatter diffraction*, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 63 (1), 2014, 12135
- [**I. Altenberger et al., 2015**] I. Altenberger, H.-A. Kuhn, H.R. Müller, M. Mhaede, M. Gholami-Kermanshahi, L. Wagner, *Material properties of high-strength beryllium-free copper alloys*, *International Journal of Materials and Product Technology* 50 (2), 2015, 124–146
- [**R.R. Ambriz et al., 2014**] R.R. Ambriz, D. Jaramillo, *Mechanical Behavior of Precipitation Hardened Aluminum Alloys Welds*, dans: *Light Metal Alloys Applications*, Monteiro, W.A. (Ed.), 2014, InTech, 35–59
- [**D. Arnaud et al., 1985**] D. Arnaud, J. Barbery, R. Biaï, B. Fargette, P. Naudot, *Propriétés du cuivre et de ses alliages*, dans: *Techniques de l’Ingénieur*, 1985, m4640
- [**ASTM International, 2004**] ASTM International, *Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*, ASTM G5-94, 2004
- [**H. Azzeddine et al., 2014**] H. Azzeddine, B. Mehdi, L. Hennet, D. Thiaudière, B. Alili, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon, *An in situ synchrotron X-ray diffraction study of precipitation kinetics in a severely deformed Cu–Ni–Si alloy*, *Materials Science and Engineering: A* 597, 2014, 288–294
- [**J. Bouquerel et al., 2015**] J. Bouquerel, B. Diawara, A. Dubois, M. Dubar, J.-B. Vogt, D. Najjar, *Investigations of the microstructural response to a cold forging process of the 6082-T6 alloy*, *Materials & Design* 68, 2015, 245–258
- [**H. Cai et al., 1994**] H. Cai, S.M.A. Kalceff, B.M. Hooks, B.R. Lawn, K. Chyung, *Cyclic fatigue of a mica-containing glass-ceramic at Hertzian contacts*, *Journal of Materials Research* 9 (10), 1994, 2654–2661
- [**C. Calabrese et al., 1974**] C. Calabrese, C. Laird, *Cyclic stress—strain response of two-phase alloys Part I. Microstructures containing particles penetrable by dislocations*, *Materials Science and Engineering* 13 (2), 1974, 141–157
- [**J.Y. Cheng et al., 2014**] J.Y. Cheng, B.B. Tang, F.X. Yu, B. Shen, *Evaluation of nanoscaled precipitates in a Cu–Ni–Si–Cr alloy during aging*, *Journal of Alloys and*

Compounds 614, 2014, 189–195

[**S. Chenna Krishna et al., 2013**] S. Chenna Krishna, J. Srinath, A.K. Jha, B. Pant, S.C. Sharma, K.M. George, *Microstructure and Properties of a High-Strength Cu-Ni-Si-Co-Zr Alloy*, Journal of Materials Engineering and Performance 22 (7), 2013, 2115–2120

[**T.-J. Cho et al., 1994**] T.-J. Cho, Y.-G. Kim, D.W. Endicott, *A computer aided diffraction analysis in a Cu-base precipitation hardened alloy*, Scripta Metallurgica et Materialia 30 (3), 1994, 291–295

[**Copper Development Association Inc., 2016**] Copper Development Association Inc., *Annual Data 2016 - Copper Supply & Consumption - 1995–2015*

[**M.G. Corson, 1928**] M.G. Corson, *Copper Alloy and Process of Producing the Same*, Brevet US 1658186 A, 1928

[**J.R. Davis, 2001**] J.R. Davis, *ASM Specialty Handbook: Copper and Copper Alloys*, 2001, ASM International, Materials Park, OH, USA

[**E. Donoso et al., 2012**] E. Donoso, R. Espinoza, M.J. Diáñez, J.M. Criado, *Microcalorimetric study of the annealing hardening mechanism of a Cu–2.8Ni–1.4Si (at%) alloy*, Materials Science and Engineering: A 556, 2012, 612–616

[**B. Dubost et al., 1991**] B. Dubost, P. Sainfort, *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 1991, m240

[**S. Dymek et al., 2012**] S. Dymek, P. Kwaśniewski, M. Blicharski, T. Knych, *Electron Microscopy Investigation of Ageing Behavior in a Cu–Ni–Si Alloy*, Solid State Phenomena 186, 2012, 267–270

[**W.W. Edens et al., 1980**] W.W. Edens, Q.F. Ingerson, *Copper-nickel-silicon-chromium alloy having improved electrical conductivity*, Brevet US 4191601 A1, 1980

[**N. Era et al., 2008**] N. Era, K. Fukamachi, H. Kuwagaki, *Cu-Ni-Si system copper alloy for electronic materials*, Brevet US 2008/0175746 A1, 2008

[**N. Era, 2010**] N. Era, *Cu-Ni-Si-based alloy for electronic material*, Brevet EP 2154257 A1, 2010

[**E.P. Favvas et al., 2008**] E.P. Favvas, A.C. Mitropoulos, *What is spinodal decomposition?*, Journal of Engineering Science and Technology Review 1, 2008, 25–27

[**T. Fett et al., 2006**] T. Fett, E. Ernst, G. Rizzi, D. Munz, D. Badenheim, R. Oberacker, *Sphere contact fatigue of a coarse-grained Al₂O₃ ceramic*, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 29 (11), 2006, 876–886

[**T. Fujii et al., 2010**] T. Fujii, H. Kamio, Y. Sugisawa, S. Onaka, M. Kato, *Cyclic Softening of Cu-Ni-Si Alloy Single Crystals under Low-Cycle Fatigue*, Materials Science Forum 654–656, 2010, 1287–1290

[**H. Fujiwara et al., 1998**] H. Fujiwara, T. Sato, A. Kamio, *Effect of Alloy Composition on Precipitation Behavior in Cu-Ni-Si Alloys*, Journal of the Japan Institute of Metals 62 (4), 1998, 301–309

[**C. Gabrielli et al., 2010**] C. Gabrielli, H. Takenouti, *Méthodes électrochimiques appliquées à la corrosion - Techniques dynamiques*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 2010, cor811

[**S. Ghosh et al., 2012**] S. Ghosh, R. V. Prakash, *Study of Damage and Fracture Toughness Due to Influence of Creep and Fatigue of Commercially Pure Copper by Monotonic and*

- Cyclic Indentation*, Metallurgical and Materials Transactions A 44 (1), 2012, 224–234
- [**K. Golos et al., 1988**] K. Golos, F. Ellyin, *A Total Strain Energy Density Theory for Cumulative Fatigue Damage*, Journal of Pressure Vessel Technology 110 (1), 1988, 36–41
- [**M. Goto et al., 2016**] M. Goto, S.Z. Han, S.H. Lim, J. Kitamura, T. Fujimura, J.-H. Ahn, T. Yamamoto, S. Kim, J. Lee, *Role of microstructure on initiation and propagation of fatigue cracks in precipitate strengthened Cu–Ni–Si alloy*, International Journal of Fatigue 87, 2016, 15–21
- [**F. Guiberteau et al., 1993**] F. Guiberteau, N.P. Padture, H. Cai, B.R. Lawn, *Indentation fatigue A simple cyclic Hertzian test for measuring damage accumulation in polycrystalline ceramics*, Philosophical Magazine A 68 (5), 1993, 1003–1016
- [**F. Guiberteau et al., 1994**] F. Guiberteau, N.P. Padture, B.R. Lawn, *Effect of Grain Size on Hertzian Contact Damage in Alumina*, Journal of the American Ceramic Society 77 (7), 1994, 1825–1831
- [**F. Hadj Larbi et al., 2015**] F. Hadj Larbi, H. Azzeddine, T. Baudin, M.-H. Mathon, F. Brisset, A.-L. Helbert, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon, *Microstructure and texture evolution in a Cu–Ni–Si alloy processed by equal-channel angular pressing*, Journal of Alloys and Compounds 638, 2015, 88–94
- [**S.Z. Han et al., 2013**] S.Z. Han, J.H. Gu, J.H. Lee, Z.P. Que, J.H. Shin, S.H. Lim, S.S. Kim, *Effect of V addition on hardness and electrical conductivity in Cu–Ni–Si alloys*, Metals and Materials International 19 (4), 2013, 637–641
- [**S.Z. Han et al., 2016**] S.Z. Han, J. Lee, M. Goto, S.H. Lim, J.H. Ahn, S. Kim, K. Kim, *Increasing toughness by promoting discontinuous precipitation in Cu–Ni–Si alloys*, Philosophical Magazine Letters 96 (5), 2016, 196–203
- [**S. Hong et al., 1996**] S. Hong, J.-P. Candelone, M. Soutif, C.F. Boutron, *A reconstruction of changes in copper production and copper emissions to the atmosphere during the past 7000 years*, Science of the Total Environment 188 (2–3), 1996, 183–193
- [**T. Hu et al., 2013**] T. Hu, J.H. Chen, J.Z. Liu, Z.R. Liu, C.L. Wu, *The crystallographic and morphological evolution of the strengthening precipitates in Cu–Ni–Si alloys*, Acta Materialia 61 (4), 2013, 1210–1219
- [**F. Huang et al., 2003**] F. Huang, J. Ma, H. Ning, Y. Cao, Z. Geng, *Precipitation in Cu–Ni–Si–Zn alloy for lead frame*, Materials Letters 57 (13–14), 2003, 2135–2139
- [**H. Idrissi et al., 2014**] H. Idrissi, A. Kobler, B. Amin-Ahmadi, M. Coulombier, M. Galceran, J.-P. Raskin, S. Godet, C. Kübel, T. Pardoën, D. Schryvers, *Plasticity mechanisms in ultrafine grained freestanding aluminum thin films revealed by in-situ transmission electron microscopy nanomechanical testing*, Applied Physics Letters 104 (10), 2014, 101903
- [**C.A. Isbell, 2000**] C.A. Isbell, *Copper Alloys*, dans: Ullmann’s Encyclopedia of Industrial Chemistry, 2000, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 229–272
- [**A. Ivanov et al., 1996**] A. Ivanov, V. Abramov, M. Rodin, *Promising Cu–Ni–Cr–Si alloy for first wall ITER applications*, Journal of Nuclear Materials 233–237 (Part 1), 1996, 553–556
- [**M. Jedrychowski et al., 2013**] M. Jedrychowski, J. Tarasiuk, B. Bacroix, S. Wronski, *Electron backscatter diffraction investigation of local misorientations and orientation*

gradients in connection with evolution of grain boundary structures in deformed and annealed zirconium. A new approach in grain boundary analysis, Journal of Applied Crystallography 46 (2), 2013, 483–492

[**L. Jia et al., 2012**] L. Jia, X. Lin, H. Xie, Z. Lu, X. Wang, *Abnormal improvement on electrical conductivity of Cu–Ni–Si alloys resulting from semi-solid isothermal treatment*, Materials Letters 77, 2012, 107–109

[**Y. Jia et al., 2013**] Y. Jia, M. Wang, C. Chen, Q. Dong, S. Wang, Z. Li, *Orientation and diffraction patterns of δ -Ni₂Si precipitates in Cu–Ni–Si alloy*, Journal of Alloys and Compounds 557, 2013, 147–151

[**B. Jouffrey et al., 2008**] B. Jouffrey, M. Karlík, *Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Formation des images*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 2008, m4135

[**D.C. Joy et al., 1982**] D.C. Joy, D.E. Newbury, D.L. Davidson, *Electron channeling patterns in the scanning electron microscope*, Journal of Applied Physics 53 (8), 1982, R81–R122

[**M. Kamaya et al., 2006**] M. Kamaya, A.J. Wilkinson, J.M. Titchmarsh, *Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction*, Acta Materialia 54 (2), 2006, 539–548

[**M. Kamaya, 2009**] M. Kamaya, *Characterization of microstructural damage due to low-cycle fatigue by EBSD observation*, Materials Characterization 60 (12), 2009, 1454–1462

[**M. Karlík et al., 2008**] M. Karlík, B. Jouffrey, *Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) - Microscopie, échantillons et diffraction*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 2008, m4134

[**A. Khereddine et al., 2011**] A. Khereddine, F. Hadj Larbi, L. Djebala, H. Azzeddine, B. Alili, D. Bradai, *X-ray diffraction analysis of cold-worked Cu–Ni–Si and Cu–Ni–Si–Cr alloys by Rietveld method*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China 21 (3), 2011, 482–487

[**A.Y. Khereddine et al., 2013a**] A.Y. Khereddine, F. Hadj Larbi, H. Azzeddine, T. Baudin, F. Brisset, A.-L. Helbert, M.-H. Mathon, M. Kawasaki, D. Bradai, T.G. Langdon, *Microstructures and textures of a Cu–Ni–Si alloy processed by high-pressure torsion*, Journal of Alloys and Compounds 574, 2013, 361–367

[**A.Y. Khereddine et al., 2013b**] A.Y. Khereddine, F. Hadj Larbi, M. Kawasaki, T. Baudin, D. Bradai, T.G. Langdon, *An examination of microstructural evolution in a Cu–Ni–Si alloy processed by HPT and ECAP*, Materials Science and Engineering: A 576, 2013, 149–155

[**D.K. Kim et al., 1999**] D.K. Kim, Y.-G. Jung, I.M. Peterson, B.R. Lawn, *Cyclic fatigue of intrinsically brittle ceramics in contact with spheres*, Acta Materialia 47 (18), 1999, 4711–4725

[**H.G. Kim et al., 2013**] H.G. Kim, T.W. Lee, S.M. Kim, S.Z. Han, K. Euh, W.Y. Kim, S.H. Lim, *Effects of Ti addition and heat treatments on mechanical and electrical properties of Cu–Ni–Si alloys*, Metals and Materials International 19 (1), 2013, 61–65

[**Y.G. Kim et al., 1986**] Y.G. Kim, T.Y. Seong, J.H. Han, A.J. Ardell, *Effect of heat treatment on precipitation behaviour in a Cu–Ni–Si–P alloy*, Journal of Materials Science 21 (4), 1986, 1357–1362

- [**J. Kinder et al., 2007**] J. Kinder, J. Fischer-Bühner, *Investigations on the Precipitation Sequence of CuNi₂Si-Alloys Precipitation Hardening of CuNiSi-Alloys*, dans: Copper; Proceedings of the International Conference Copper '06, Welter, J.M. (Ed.), 2007, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 93–100
- [**D. Kuhlmann-Wilsdorf et al., 1983**] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N.R. Comins, *Dislocation cell formation and work hardening in the unidirectional glide of f.c.c. metals I: Basic theoretical analysis of cell walls parallel to the primary glide plane in early stage II*, Materials Science and Engineering 60 (1), 1983, 7–24
- [**D. Kuhlmann-Wilsdorf, 1987**] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *LEDS: Properties and effects of low energy dislocation structures*, Materials Science and Engineering 86, 1987, 53–66
- [**H.-A. Kuhn et al., 2007**] H.-A. Kuhn, A. Käufler, D. Ringhand, S. Theobald, *A new high performance copper based alloy for electro-mechanical connectors*, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 38 (8), 2007, 624–634
- [**E. Lee et al., 2011**] E. Lee, S. Han, K. Euh, S. Lim, S. Kim, *Effect of Ti addition on tensile properties of Cu-Ni-Si alloys*, Metals and Materials International 17 (4), 2011, 569–576
- [**E. Lee et al., 2013**] E. Lee, K. Euh, S.Z. Han, S. Lim, J. Lee, S. Kim, *Tensile and electrical properties of direct aged Cu-Ni-Si-x%Ti alloys*, Metals and Materials International 19 (2), 2013, 183–188
- [**S. Lee et al., 2014**] S. Lee, H. Matsunaga, X. Sauvage, Z. Horita, *Strengthening of Cu-Ni-Si alloy using high-pressure torsion and aging*, Materials Characterization 90, 2014, 62–70
- [**J. Lei et al., 2004**] J. Lei, P. Liu, X. Jing, D. Zhao, J. Huang, *Aging Kinetics in a CuNiSiCr Alloy*, Journal of Materials Science & Technology 20 (6), 2004, 727–730
- [**J. Lei et al., 2005**] J. Lei, J. Huang, P. Liu, X. Jing, D. Zhao, X. Zhi, *The effects of aging precipitation on the recrystallization of CuNiSiCr alloy*, Journal of Wuhan University of Technology - Materials Science Ed. 20 (1), 2005, 21–24
- [**Q. Lei et al., 2010**] Q. Lei, Z. Li, Z. Pan, M. Wang, Z. Xiao, C. Chen, *Dynamics of phase transformation of Cu-Ni-Si alloy with super-high strength and high conductivity during aging*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China 20 (6), 2010, 1006–1011
- [**Q. Lei et al., 2010**] Q. Lei, Z. Li, M.P. Wang, L. Zhang, Z. Xiao, Y.L. Jia, *The evolution of microstructure in Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg alloy during aging*, Materials Science and Engineering: A 527 (24–25), 2010, 6728–6733
- [**Q. Lei et al., 2011**] Q. Lei, Z. Li, M.P. Wang, L. Zhang, S. Gong, Z. Xiao, Z.Y. Pan, *Phase transformations behavior in a Cu-8.0Ni-1.8Si alloy*, Journal of Alloys and Compounds 509 (8), 2011, 3617–3622
- [**Q. Lei et al., 2013a**] Q. Lei, Z. Li, C. Dai, J. Wang, X. Chen, J.M. Xie, W.W. Yang, D.L. Chen, *Effect of aluminum on microstructure and property of Cu-Ni-Si alloys*, Materials Science and Engineering: A 572, 2013, 65–74
- [**Q. Lei et al., 2013b**] Q. Lei, Z. Li, T. Xiao, Y. Pang, Z.Q. Xiang, W.T. Qiu, Z. Xiao, *A new ultrahigh strength Cu-Ni-Si alloy*, Intermetallics 42, 2013, 77–84
- [**Q. Lei et al., 2016**] Q. Lei, Z. Li, L. Han, Z. Xiao, T. Xiao, *Effect of Aging Time on the Corrosion Behavior of a Cu-Ni-Si Alloy in 3.5 wt% NaCl Solution*, Corrosion 72 (5), 2016, 615–627
- [**G. Li et al., 2000**] G. Li, B.G. Thomas, J.F. Stubbins, *Modeling creep and fatigue of*

- copper alloys*, Metallurgical and Materials Transactions A 31 (10), 2000, 2491–2502
- [**J.-F. Li et al., 1999**] J.-F. Li, M. Ono, R. Watanabe, S. Wada, *Hertzian Contact Fatigue Test of Y-PSZ and Y-PSZ/Al₂O₃ Ceramics in Hot Water*, Journal of the Ceramic Society of Japan 107 (1250), 1999, 913–917
- [**M. Li et al., 2012**] M. Li, S.J. Zinkle, *4.20 Physical and Mechanical Properties of Copper and Copper Alloys*, Comprehensive Nuclear Materials 4, 2012, 667–690
- [**Z. Li et al., 2009**] Z. Li, Z.Y. Pan, Y.Y. Zhao, Z. Xiao, M.P. Wang, *Microstructure and properties of high-conductivity, super-high-strength Cu–8.0Ni–1.8Si–0.6Sn–0.15Mg alloy*, Journal of Materials Research 24 (6), 2009, 2123–2129
- [**X. Liu et al., 2013**] X. Liu, S. Xiang, S. Yang, R. Shi, C. Wang, *Experimental investigation of phase equilibria in the Cu–Ni–Si ternary system*, Journal of Alloys and Compounds 578, 2013, 439–447
- [**S.A. Lockyer et al., 1994**] S.A. Lockyer, F.W. Noble, *Precipitate structure in a Cu–Ni–Si alloy*, Journal of Materials Science 29 (1), 1994, 218–226
- [**S.A. Lockyer et al., 1999**] S.A. Lockyer, F.W. Noble, *Fatigue of precipitate strengthened Cu–Ni–Si alloy*, Materials Science and Technology 15 (10), 1999, 1147–1153
- [**D. Lu et al., 2007**] D. Lu, J. Wang, A. Atrens, X. Zou, L. Lu, B. Sun, *Calculation of Cu-rich part of Cu–Ni–Si phase diagram*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China 17 (Special 1), 2007, s12–s15
- [**P. Lukáš et al., 2004**] P. Lukáš, L. Kunz, *Role of persistent slip bands in fatigue*, Philosophical Magazine 84 (3–5), 2004, 317–330
- [**S.P. Lynch, 2011**] S.P. Lynch, *I – Mechanistic and fractographic aspects of stress-corrosion cracking (SCC)*, dans: Stress Corrosion Cracking - Theory and Practice, Raja, V.S., Shoji, T. (Eds.), 2011, Woodhead Publishing Limited, 3–89
- [**T. Maitland et al., 2006**] T. Maitland, S. Sitzman, *Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples*, dans: Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications, Zhou, W., Wang, Z.L. (Eds.), 2006, Springer New York, New York, NY, 41–75
- [**J.W. Martin, 1998**] J.W. Martin, *Precipitation Hardening, Second edition*, 1998, Butterworth-Heinemann
- [**K. Massol et al., 2002**] K. Massol, J.-B. Vogt, J. Foct, *Fatigue Behaviour of New Duplex Stainless Steels Upgraded by Nitrogen Alloying.*, ISIJ International 42 (3), 2002, 310–315
- [**C. Maurice et al., 2008**] C. Maurice, R. Fortunier, *A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns*, Journal of microscopy 230 (Pt 3), 2008, 520–529
- [**S. Medina et al., 2006**] S. Medina, A. V. Olver, B.A. Shollock, *Rolling contact damage accumulation in two contrasting copper alloys*, Wear 260 (7–8), 2006, 794–802
- [**J.H. Mendenhall, 1977**] J.H. Mendenhall, *Understanding Copper Alloys*, Olin Brass. ed, 1977, East Alton
- [**J. Miettinen, 2005**] J. Miettinen, *Thermodynamic description of the Cu–Ni–Si system in the copper-rich corner above 700 °C*, Calphad 29 (3), 2005, 212–221
- [**R. Monzen et al., 2008**] R. Monzen, C. Watanabe, *Microstructure and mechanical properties of Cu–Ni–Si alloys*, Materials Science and Engineering: A 483–484, 2008, 117–119

- [**H. Mughrabi, 2006**] H. Mughrabi, *Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime*, International Journal of Fatigue 28 (11), 2006, 1501–1508
- [**P. Nash et al., 1987**] P. Nash, A. Nash, *The Ni–Si (Nickel-Silicon) System*, Bulletin of alloy phase diagrams 8 (1), 1987, 6–14
- [**M.E. Orazem et al., 2006**] M.E. Orazem, N. Pébère, B. Tribollet, *Enhanced Graphical Representation of Electrochemical Impedance Data*, Journal of The Electrochemical Society 153 (4), 2006, B129
- [**R. Osorio-Galicia et al., 2012**] R. Osorio-Galicia, C. Gomez-Garcia, M.A. Alcantara, A. Herrera-Vazquez, *Influence of Heat Treatment and Composition Variations on Microstructure, Hardness, and Wear Resistance of C 18000 Copper Alloy*, ISRN Mechanical Engineering 2012, 2012, 1–6
- [**A. Ozawa et al., 2014**] A. Ozawa, C. Watanabe, R. Monzen, *Influence of Co on Strength of Cu-Ni-Co-Si Alloy*, Materials Science Forum 783–786, 2014, 2468–2473
- [**A. Pineau et al., 2013**] A. Pineau, C. Bathias, *Introduction to Fatigue: Fundamentals and Methodology*, dans: Fatigue of Materials and Structures, Bathias, C., Pineau, A. (Eds.), 2013, John Wiley & Sons, Inc., 1–21
- [**M. Radetzki, 2009**] M. Radetzki, *Seven thousand years in the service of humanity—the history of copper, the red metal*, Resources Policy 34 (4), 2009, 176–184
- [**E.F. Rauch et al., 2014**] E.F. Rauch, M. Véron, *Automated crystal orientation and phase mapping in TEM*, Materials Characterization 98, 2014, 1–9
- [**J. Robles et al., 1994**] J. Robles, K.R. Anderson, J.R. Groza, J.C. Gibeling, *Low-Cycle fatigue of dispersion-strengthened copper*, Metallurgical and Materials Transactions A 25 (10), 1994, 2235–2245
- [**J. Ruste, 2013a**] J. Ruste, *Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 2013, p865v3
- [**J. Ruste, 2013b**] J. Ruste, *Microscopie électronique à balayage - Images, applications et développements*, dans: Techniques de l'Ingénieur, 2013, p866v2
- [**H.J. Ryu et al., 2000**] H.J. Ryu, H.K. Baik, S.H. Hong, *Effect of thermomechanical treatments on microstructure and properties of Cu-base leadframe alloy*, Journal of Materials Science 35 (14), 2000, 3641–3646
- [**S. Sato et al., 2008**] S. Sato, Y. Takahashi, T. Sanada, K. Shinoda, K. Wagatsuma, S. Suzuki, *X-ray analysis of precipitates formed in copper-base alloys*, Advances in X-ray Analysis 52, 2008, 9–14
- [**C. Schayes et al., 2016**] C. Schayes, J. Bouquerel, J.-B. Vogt, F. Palleschi, S. Zaefferer, *A comparison of EBSD based strain indicators for the study of Fe-3Si steel subjected to cyclic loading*, Materials Characterization 115, 2016, 61–70
- [**W. Schütz, 1996**] W. Schütz, *A history of fatigue*, Engineering Fracture Mechanics 54 (2), 1996, 263–300
- [**S. Semboshi et al., 2016**] S. Semboshi, S. Sato, A. Iwase, T. Takasugi, *Discontinuous precipitates in age-hardening Cu-Ni-Si alloys*, Materials Characterization 115, 2016, 39–45
- [**G.M. Sparkes et al., 1971**] G.M. Sparkes, J.C. Scully, *Stress corrosion crack propagation in an age-hardened Cu-Be alloy*, Corrosion Science 11 (9), 1971, 641–659

- [**V.C. Srivastava et al., 2004a**] V.C. Srivastava, A. Schneider, V. Uhlenwinkel, S.N. Ojha, K. Bauckhage, *Age-hardening characteristics of Cu–2.4Ni–0.6Si alloy produced by the spray forming process*, Journal of Materials Processing Technology 147 (2), 2004, 174–180
- [**V.C. Srivastava et al., 2004b**] V.C. Srivastava, A. Schneider, V. Uhlenwinkel, K. Bauckhage, *Effect of thermomechanical treatment on spray formed Cu – Ni – Si alloy*, Materials Science and Technology 20 (7), 2004, 839–848
- [**D. Steiner et al., 1983**] D. Steiner, R. Beddoe, V. Gerold, G. Kosterz, R. Schmelczer, *Particle dissolution during fatigue softening of age hardened Cu-Co single crystals*, Scripta Metallurgica 17 (6), 1983, 733–736
- [**D. Steiner et al., 1986**] D. Steiner, V. Gerold, *The fatigue behaviour of age-hardened Cu-2at.%Co alloy*, Materials Science and Engineering 84, 1986, 77–88
- [**J. Stobrawa et al., 2009**] J. Stobrawa, Z. Rdzawski, W. Głuchowski, W. Malec, *Microstructure and properties of CuNi2Si1 alloy processed by continuous RCS method*, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 37 (2), 2009, 466–479
- [**J. Stobrawa et al., 2011**] J. Stobrawa, Z. Rdzawski, W. Głuchowski, W. Malec, *Ultrafine Grained Strips of Precipitation Hardened Copper Alloys*, Archives of Metallurgy and Materials 56 (1), 2011, 171–179
- [**R.E. Stoltz et al., 1978**] R.E. Stoltz, A.G. Pineau, *Dislocation-precipitate interaction and cyclic stress-strain behavior of a γ' strengthened superalloy*, Materials Science and Engineering 34 (3), 1978, 275–284
- [**A. Sugeta et al., 2006**] A. Sugeta, Y. Uematsu, K. Tomita, K. Hirose, M. Jono, *Development of Fatigue Testing System for in-situ Observation by an Atomic Force Microscope and Small Fatigue Crack Growth Behavior in α -Brass*, JSME International Journal Series A 49 (3), 2006, 382–389
- [**W. Sun et al., 2011**] W. Sun, H. Xu, S. Liu, Y. Du, Z. Yuan, B. Huang, *Phase equilibria of the Cu–Ni–Si system at 700°C*, Journal of Alloys and Compounds 509 (41), 2011, 9776–9781
- [**Z. Sun et al., 2008**] Z. Sun, C. Laitem, A. Vincent, *Dynamic embrittlement at intermediate temperature in a Cu–Ni–Si alloy*, Materials Science and Engineering: A 477 (1–2), 2008, 145–152
- [**Z. Sun, 2008**] Z. Sun, *Contribution à l'étude des propriétés des alliages de cuivre à durcissement structural Cu-Ni-Si et Cu-Cr-Zr : influence de la microstructure et des conditions d'utilisation*, 2008, Thèse, Génie des Matériaux, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
- [**Z. Sun et al., 2011**] Z. Sun, C. Laitem, A. Vincent, *Dynamic embrittlement during fatigue of a Cu–Ni–Si alloy*, Materials Science and Engineering: A 528 (19–20), 2011, 6334–6337
- [**M. Sundararaman et al., 1990**] M. Sundararaman, W. Chen, V. Singh, R.P. Wahi, *TEM investigation of γ' free bands in nimonic PE16 under LCF loading at room temperature*, Acta Metallurgica et Materialia 38 (10), 1990, 1813–1822
- [**S. Suzuki et al., 2006**] S. Suzuki, N. Shibusani, K. Mimura, M. Isshiki, Y. Waseda, *Improvement in strength and electrical conductivity of Cu–Ni–Si alloys by aging and cold rolling*, Journal of Alloys and Compounds 417 (1–2), 2006, 116–120

- [**Y. Takahashi et al., 2007**] Y. Takahashi, T. Sanada, S. Sato, T. Okajima, K. Shinoda, S. Suzuki, *SAXS and XAFS Characterization of Precipitates in a High-Performance Cu–Ni–Si Alloy*, *Materials Transactions* 48 (2), 2007, 101–104
- [**E. Tarrés et al., 2009**] E. Tarrés, G. Ramírez, Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué, L. Llanes, *Contact fatigue behavior of PVD-coated hardmetals*, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 27 (2), 2009, 323–331
- [**B. Thomas et al., 2002**] B. Thomas, J.-H. Schmitt, *Durcissement des aciers - Mécanismes*, dans: *Techniques de l'Ingénieur*, 2002, m4340
- [**H. Toyama et al., 2015**] H. Toyama, M. Niwa, J. Xu, A. Yonezu, *Failure assessment of a hard brittle coating on a ductile substrate subjected to cyclic contact loading*, *Engineering Failure Analysis* 57, 2015, 118–128
- [**W. Vogel et al., 1982a**] W. Vogel, M. Wilhelm, V. Gerold, *Persistent slip bands in fatigued peak aged Al-Zn-Mg single crystals—I. Development of dislocation microstructure and change of precipitation distribution*, *Acta Metallurgica* 30 (1), 1982, 21–30
- [**W. Vogel et al., 1982b**] W. Vogel, M. Wilhelm, V. Gerold, *Persistent slip bands in fatigued peak aged Al-Zn-Mg single crystals—II. Persistent slip bands in front of stage I fatigue cracks*, *Acta Metallurgica* 30 (1), 1982, 31–35
- [**J.-B. Vogt et al., 1991**] J.-B. Vogt, J. Foct, C. Regnard, G. Robert, J. Dhers, *Low-temperature fatigue of 316L and 316LN austenitic stainless steels*, *Metallurgical Transactions A* 22 (10), 1991, 2385–2392
- [**J.-B. Vogt, 1991**] J.-B. Vogt, *Influence de l'azote interstitiel et de la température sur les structures de dislocations obtenues par fatigue d'aciers inoxydables austénitiques*, 1991, Thèse, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois
- [**J.-B. Vogt et al., 2013**] J.-B. Vogt, E. Charkaluk, A. Daoud, L. Zhang, J.-C. Biasci, *Effect of Al₂O₃ Dispersed Nanoparticles on the Fatigue Behaviour of Copper*, dans: *LCF7 - Seventh International Conference on Low Cycle Fatigue*, 2013, DVM Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V., Aachen, Germany, 327–332
- [**C. Wang et al., 2014**] C. Wang, J. Zhu, Y. Lu, Y. Guo, X. Liu, *Thermodynamic Description of the Cu-Ni-Si System*, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 35 (1), 2014, 93–104
- [**H.-S. Wang et al., 2014**] H.-S. Wang, H.-G. Chen, J.-W. Gu, C.-E. Hsu, C.-Y. Wu, *Effects of heat treatment processes on the microstructures and properties of powder metallurgy produced Cu–Ni–Si–Cr alloy*, *Materials Science and Engineering: A* 619, 2014, 221–227
- [**Q. Wang et al., 2013**] Q. Wang, G. Xie, X. Mi, B. Xiong, X. Xiao, *The Precipitation and Strengthening Mechanism of Cu-Ni-Si-Co Alloy*, *Materials Science Forum* 749, 2013, 294–298
- [**W. Wang et al., 2016**] W. Wang, H. Kang, Z. Chen, Z. Chen, C. Zou, R. Li, G. Yin, T. Wang, *Effects of Cr and Zr additions on microstructure and properties of Cu-Ni-Si alloys*, *Materials Science and Engineering: A* 673, 2016, 378–390
- [**C. Watanabe et al., 2002**] C. Watanabe, K. Kanmuri, M. Kato, S. Onaka, T. Fujii, *Rearrangement of fatigue dislocation structure in copper single crystals associated with reduction in the plastic strain amplitude*, *Philosophical Magazine A* 82 (7), 2002, 1317–1330

- [**C. Watanabe et al., 2007**] C. Watanabe, F. Nishijima, R. Monzen, K. Tazaki, *Mechanical Properties of Cu-4.0wt%Ni-0.95wt%Si Alloys with and without P and Cr Addition*, Materials Science Forum 561–565, 2007, 2321–2324
- [**C. Watanabe et al., 2011**] C. Watanabe, R. Monzen, *Coarsening of δ -Ni₂Si precipitates in a Cu–Ni–Si alloy*, Journal of Materials Science 46 (12), 2011, 4327–4335
- [**C. Watanabe et al., 2015**] C. Watanabe, S. Takeshita, R. Monzen, *Effects of Small Addition of Ti on Strength and Microstructure of a Cu–Ni–Si Alloy*, Metallurgical and Materials Transactions A 46 (6), 2015, 2469–2475
- [**C. Wejdemann et al., 2004**] C. Wejdemann, O.B. Pedersen, *Atomic force microscopy of the intense slip localization causing fatigue crack initiation in polycrystalline brass*, Materials Science and Engineering: A 387–389, 2004, 556–559
- [**A.J. Wilkinson et al., 2012**] A.J. Wilkinson, T. Ben Britton, *Strains, planes, and EBSD in materials science*, Materials Today 15 (9), 2012, 366–376
- [**A.T. Winter et al., 1981**] A.T. Winter, O.B. Pedersen, K.V. Rasmussen, *Dislocation microstructures in fatigued copper polycrystals*, Acta Metallurgica 29 (5), 1981, 735–748
- [**S.I. Wright et al., 2011**] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field, *A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction*, Microscopy and Microanalysis 17 (3), 2011, 316–329
- [**X. Xiao et al., 2016**] X. Xiao, Z. Yi, T. Chen, R. Liu, H. Wang, *Suppressing spinodal decomposition by adding Co into Cu–Ni–Si alloy*, Journal of Alloys and Compounds 660, 2016, 178–183
- [**X.-P. Xiao et al., 2013a**] X.-P. Xiao, B.-Q. Xiong, Q.-S. Wang, G.-L. Xie, L.-J. Peng, G.-X. Huang, *Microstructure and properties of Cu–Ni–Si–Zr alloy after thermomechanical treatments*, Rare Metals 32 (2), 2013, 144–149
- [**X.-P. Xiao et al., 2013b**] X.-P. Xiao, B.-Q. Xiong, G.-J. Huang, L. Cheng, L.-J. Peng, Q.-M. Liang, *Microstructure and properties of Cu–2.8Ni–0.6Si alloy*, Rare Metals 32 (3), 2013, 228–233
- [**H. Xie et al., 2009**] H. Xie, L. Jia, Z. Lu, *Microstructure and solidification behavior of Cu–Ni–Si alloys*, Materials Characterization 60 (2), 2009, 114–118
- [**B.X. Xu et al., 2007**] B.X. Xu, Z.F. Yue, J. Wang, *Indentation fatigue behaviour of polycrystalline copper*, Mechanics of Materials 39 (12), 2007, 1066–1080
- [**S. Zaefferer et al., 2014**] S. Zaefferer, N.-N. Elhami, *Theory and application of electron channelling contrast imaging under controlled diffraction conditions*, Acta Materialia 75, 2014, 20–50
- [**Y. Zhang et al., 2016**] Y. Zhang, B. Tian, A.A. Volinsky, H. Sun, Z. Chai, P. Liu, X. Chen, Y. Liu, *Microstructure and Precipitate's Characterization of the Cu–Ni–Si–P Alloy*, Journal of Materials Engineering and Performance 2016, Article in press
- [**D. Zhao et al., 2003**] D. Zhao, Q.M. Dong, P. Liu, B.X. Kang, J.L. Huang, Z.H. Jin, *Aging behavior of Cu–Ni–Si alloy*, Materials Science and Engineering: A 361 (1–2), 2003, 93–99
- [**D.M. Zhao et al., 2003**] D.M. Zhao, Q.M. Dong, P. Liu, B.X. Kang, J.L. Huang, Z.H. Jin, *Structure and strength of the age hardened Cu–Ni–Si alloy*, Materials Chemistry and Physics 79 (1), 2003, 81–86

Résumé

Utilisés pour leur bon compromis entre propriétés mécaniques, thermiques et électriques, les alliages Cu-Ni-Si à durcissement structural par précipitation sont notamment employés pour la maintenance ferroviaire. Ils sont donc soumis aux passages des trains et aux effets d'environnement. C'est pourquoi la résistance d'un alliage CuNi₂Si a été étudiée en fatigue oligocyclique, en corrosion aqueuse et en fatigue-corrosion. Le but est de relier les propriétés macroscopiques aux mécanismes microstructuraux.

Les essais de fatigue ont montré un durcissement initial de l'alliage, suivi d'un adoucissement continu jusqu'à la rupture. À l'aide des microscopies électroniques en transmission (MET) et à balayage (MEB), notamment en ECCI (*Electron Channelling Contrast Imaging*) et en EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*), une formation initiale de cellules de dislocations a été identifiée, ces dernières disparaissant au profit de la formation de bandes dénuées de précipités suite à la dissolution mécanique des précipités δ -Ni₂Si. Ceci constitue le mécanisme d'accommodation de la déformation cyclique. L'avancée de la formation de ces bandes explique les différents régimes observés sur le diagramme de Manson-Coffin.

L'alliage présente en milieu NaCl à 50 g.L⁻¹ un mécanisme de corrosion intergranulaire. La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) semble indiquer la présence d'un film d'oxydes en surface de l'alliage. Enfin, une sensibilité à la fatigue-corrosion apparaît, notamment aux plus hauts niveaux de déformation où la durée de vie est réduite d'un tiers. De plus, un faciès de rupture semblable à ceux observés en corrosion sous contrainte est constaté.

Mots clés : Alliages Cu-Ni-Si, fatigue oligocyclique, corrosion aqueuse, fatigue-corrosion, plasticité cyclique, microscopie électronique, structures de dislocations, bandes dénuées de précipités

Abstract

Employed for their good balance between mechanical, thermal and electrical properties, precipitation hardened Cu-Ni-Si alloys are used for various purposes, including railway maintenance. In the latter case, they are submitted to train traffic and environmental effects. This is why the low cycle fatigue (LCF), the wet corrosion and the fatigue-corrosion behaviours of a CuNi₂Si alloy have been studied. The aim of the present work is to relate the macroscopic properties to the microstructural behaviour.

The fatigue life of the alloy is composed of an initial hardening step, followed by a continuous softening until fracture. Thanks to the combination of transmission and scanning electron microscopies (respectively TEM and SEM), including ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) in addition to EBSD (Electron BackScattered Diffraction), the formation of dislocation cells has been identified, which ones are then consumed by the formation of precipitate free bands after the mechanical dissolution of the δ -Ni₂Si precipitates. This sequence describes the cyclic strain accommodation mechanism. The progress in the formation of these bands explains the different regimes observed into the Manson-Coffin diagram.

The alloy exhibits intergranular corrosion in 50 g.L⁻¹ NaCl solution. The electrochemical impedance spectroscopy (EIS) indicates the formation of an oxide film at the surface of the alloy. Finally, the alloy seems to be sensible to fatigue-corrosion, especially at high strain range where the number of cycle to failure is reduced by a third. Moreover, a crack surface similar to a stress corrosion cracking surface is also observed.

Keywords: Cu-Ni-Si alloys, low cycle fatigue, wet corrosion, fatigue-corrosion, cyclic plasticity, electronic microscopy, dislocation structures, precipitate free bands