Déformation cyclique in situ dans le microscope électronique à 200 kV. Présentation du porte-objet de fatigue

P. Lewandowski, M. Fagot, P. Chomel, J.P. Cottu

► To cite this version:

P. Lewandowski, M. Fagot, P. Chomel, J.P. Cottu. Déformation cyclique in situ dans le microscope électronique à 200 kV. Présentation du porte-objet de fatigue. *Revue de Physique Appliquée*, 1985, 20 (3), pp.207-213. 10.1051/rphysap:01985002003020700 . jpa-00245324

HAL Id: jpa-00245324

<https://hal.science/jpa-00245324>

Submitted on 1 Jan 1985

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
 Physics Abstracts
 62.20 — 06.70

Déformation cyclique *in situ* dans le microscope électronique à 200 kV. Présentation du porte-objet de fatigue

P. Lewandowski, M. Fagot, P. Chomel et J. P. Cottu

Laboratoire de Physique des Solides (*), INSA, avenue de Rangueil, 31077 Toulouse Cedex, France

(Reçu le 24 mai 1984, révisé le 31 octobre, accepté le 12 décembre 1984)

Résumé. — Afin d'effectuer des essais de déformation cyclique à l'intérieur même du microscope électronique JEOL 200 CX, nous avons mis au point un porte-objet de déformation alternée de conception originale. Ce porte-objet à entrée latérale permet d'observer *in situ* les mécanismes microscopiques de la déformation plastique, à des vitesses comprises entre zéro et $0,4 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$, à des températures comprises entre 150 K et 350 K. Nous présentons également les résultats des premières observations faites à partir d'échantillons de fer pur et d'alliages dilués Fe-Pt.

Abstract. — A new push-pull deformation device has been developed for particular use in the electron microscope JEOL 200 CX. *In situ* cyclic deformation experiments can be carried out at various flow rates and temperatures, from zero up to $0.4 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ and from 150 K up to 350 K with the side entry specimen holder presented here. First experimental results obtained with pure iron and dilute Fe-Pt alloys are reported.

Le phénomène de fatigue, observable dans un métal sollicité de façon cyclique un très grand nombre de fois, se traduit par la germination de microfissures dont la propagation aboutit à la rupture. Il paraît maintenant bien admis que cette germination est la conséquence d'une localisation de la déformation plastique à l'échelle du micromètre.

Les études effectuées depuis une dizaine d'années ont montré la nécessité de contrôler les paramètres amplitude et vitesse de déformation plastique, lors des essais de fatigue. Elles ont fourni l'essentiel des données macroscopiques à partir desquelles on commence à comprendre les mécanismes de l'endommagement des métaux par fatigue. On trouvera en [1-2] une toute récente revue consacrée à ces questions.

Notons simplement que lorsqu'un métal est sollicité de façon cyclique, à amplitude de déformation plastique $\Delta\epsilon_p$ constante, la contrainte qu'il supporte à chaque extrémité de cycle évolue puis atteint une valeur constante, σ_s , appelée contrainte à saturation. La valeur de cette contrainte croît lorsque l'amplitude de déformation plastique croît à partir de valeurs très faibles ($\Delta\epsilon_p \sim 10^{-5}$); elle est stable (plateau de σ_s) dans une gamme d'amplitude comprise entre $\Delta\epsilon_p = 10^{-4}$ et $\Delta\epsilon_p \sim 10^{-3}$ ou 10^{-2} , puis augmente de nouveau [3].

Parallèlement à ces essais, les observations effectuées par microscopie électronique en transmission, sur échantillons préfatigués, révèlent différentes microstructures de dislocations typiques de chacun des domaines définis ci-dessus.

— Pour les métaux c.f.c., la déformation, homogène aux plus faibles amplitudes, se localise dans des bandes de glissement persistantes (B.G.P.), peu nombreuses au début du plateau ($\Delta\epsilon_p \sim 10^{-4}$) et qui occupent progressivement la totalité de l'échantillon à la fin du plateau ($\Delta\epsilon_p \sim 10^{-2}$).

— Dans le cas des métaux c.c., l'étendue du plateau de σ_s est plus faible et sa limite supérieure atteint $\Delta\epsilon_p \sim 10^{-3}$. Au-dessous de cette valeur, la déformation paraît homogène et l'on suppose qu'elle procède du mouvement réversible de dislocations non vis. Au-dessus, on observe la formation d'une structure d'écrouissage cellulaire pouvant résulter de la multiplication des dislocations vis et non vis mais on n'observe pas de B.G.P.

Toutes ces observations statiques permettent d'imaginer les mécanismes de déformation correspondant à chaque domaine d'amplitude, en particulier ceux qui expliquent l'existence d'une contrainte à saturation et ceux qui entraînent la formation des bandes de glissement persistantes ou des cellules d'écrouissage. Il est également possible d'estimer, avec plus ou moins de certitude, les parts respectivement

(*) Associé au CNRS.

prises dans la déformation totale par les dislocations vis et non vis, par les dislocations qui sont dans les B.G.P. ou les cellules, et par celles qui sont dans les parois de ces B.G.P. ou cellules. Le principal défaut de ces conclusions est qu'elles reposent sur l'étude de la structure de dislocations relaxées. L'épinglage des dislocations sous contrainte, par irradiation aux neutrons avant amincissement a permis à H. Mughrabi [4] de s'affranchir de cette restriction et d'observer des structures de dislocations représentatives de la déformation de l'échantillon massif. Il n'en reste pas moins que les images correspondantes ne reflètent qu'un seul point du cycle. L'observation directe du mouvement des dislocations au cours d'un cycle, avec enregistrement continu des images, apparaît comme la seule méthode d'étude du comportement dynamique des dislocations qui permet de recouper les conclusions tirées des observations *post mortem*.

C'est à partir de cette évidence que se sont développées les expériences de déformation *in situ*, à l'intérieur du microscope électronique à haute tension. Les précautions à prendre ont été largement indiquées dans le cas des essais de déformation monotone [5] et sont applicables aux essais de fatigue *in situ*. La difficulté supplémentaire provient de la nécessité d'inverser le sens de la contrainte si l'on veut observer la déformation alternée d'une lame mince. La phase de compression d'une lame mince risque toujours d'engendrer un flambage ou un plissement de la zone amincie, transparente aux

électrons. Les liaisons de la lame mince aux mors, et des mors au système moteur, doivent être sans jeu pour maîtriser au moins les paramètres amplitude et vitesse de déformation totale.

Aucun des modes de sollicitation possibles, flexion [6], cisaillement [7], traction-compression (notre travail), ne permet d'éviter le premier risque. Seule, la conception de l'éprouvette permet de le minimiser [8-9]. En ce qui concerne l'absence de jeu à l'inversion, la sollicitation en flexion est séduisante mais peut entraîner une déformation d'amplitude variable dans le sens de l'épaisseur de la lame. Les deux autres modes de sollicitation paraissent équivalents, la fixation de l'échantillon en traction-compression étant peut-être plus facile à réaliser.

Le but du présent article est de présenter le porte-objet de fatigue que nous avons mis au point ainsi que les résultats des premières observations effectuées dans le microscope électronique à 200 kV (JEOL 200 CX).

1. Dispositif expérimental.

1.1 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT. — La micro-machine de déformation représentée schématiquement sur la figure 1 est destinée à fonctionner en traction-compression alternée.

Elle comprend un « bâti » (①, ②, ③ Fig. 1.A), un mors fixe (④ Fig. 1.B), un mors mobile (⑤

Fig. 1. — Porte-objet de déformation alternée à basse température. (A) Vue d'ensemble; (B) Détail des mors et du système de commande fine des efforts; (C) Thermocouple et dispositif de commande fine du déplacement.

[Low temperature fatigue specimen holder. (A) General view; (B) Details of jaws and of the force measuring device; (C) Thermocouple and fine elongation command system.]

Fig. 2. — Système de commande en translation de la tige de traction compression.

[Translation operating system of the tension-compression bar.]

Fig. 1.B) relié par un tube fin (① Fig. 1.C) à un premier dispositif de commande électromécanique.

Trois dispositifs annexes s'ajoutent à ces éléments de base et permettent :

- La mesure des efforts supportés par l'éprouvette au moyen d'un dynamomètre à jauges de contrainte (② Fig. 1.B);

- La variation des températures d'essai grâce au contrôle de la température du mors mobile;

- La commande « fine », et « silencieuse », du déplacement en maîtrisant la dilatation du tube de liaison du mors mobile (① Fig. 1.C).

Les éprouvettes dont la forme est représentée sur la figure 3 comportent une zone centrale amincie, la présence du trou engendrant une concentration de contrainte dans les zones minces voisines du diamètre transversal. Les « ponts » latéraux, non amincis, confèrent à l'éprouvette une rigidité suffisante pour prévenir les risques de flambement, dans les phases de compression.

La fixation des éprouvettes sur les mors est obtenue soit à l'aide d'un ciment soluble à l'eau, soit par liaison mécanique, ce choix dépendant de la résistance mécanique du matériau étudié.

1.2 DESCRIPTION DÉTAILLÉE.

1.2.1 *Le bâti.* — Aussi rigide que possible, il comprend un tube de laiton (⑥ Fig. 1.A) $\varnothing$ 10-15, qui supporte, à une extrémité un cadre de laiton terminé par un rubis d'isolement (④ Fig. 1.A) et à l'autre extrémité, le système de commande du déplacement (③ Fig. 2). Les traits longitudinaux visibles sur la partie ⑥ figure 1.A correspondent à deux rainures qui abritent les fils d'alimentation des divers accessoires.

Fig. 3. — Micro-éprouvette de traction-compression.

[Tension-compression micro test-piece.]

1.2.2 *Les mors.* — Le mors fixe, en acier inoxydable (mauvais conducteur thermique) est un cylindre de 3 mm de diamètre. Une surface plane est obtenue à l'extrémité de ce mors par enlèvement d'un demi-cylindre de métal, sur 3 mm de long. L'éprouvette est fixée sur ce méplat.

Le mors mobile, de géométrie comparable, est en cuivre béryllium, alliage choisi pour sa bonne conductibilité thermique. Il est soudé à un tube en acier inox $\varnothing$ 4 x 5 qui assure sa liaison aux organes moteurs. Le guidage des mors est assuré par des entretoises isolantes (⑤ Fig. 1.B).

1.2.3 La commande électromécanique. — Elle est constituée par un système vis-écrou à rattrapage de jeu, schématisé figure 2. La vis ②, solidaire de la tige de traction, est poussée sur l'écrou ⑤, par le ressort ⑧. Cette poussée transmise à l'écrou maintient ce dernier plaqué sur une butée lisse ⑥ à condition, bien sûr d'avoir choisi un ressort de raideur suffisante pour imposer l'effort dans la phase de compression. La vis est immobilisée en rotation par le système de clavetage ④-⑨; l'écrou est entraîné en rotation par un groupe moto-réducteur à courant continu, alimentable directement à partir de la prise du dispositif d'inclinaison d'objet Y du microscope JEOL 200 CX.

1.2.4 Mesure des efforts. — La mesure des efforts est ici nécessaire du fait de la fixation rigide de nos éprouvettes et de la nécessité de savoir compenser certains effets de la dilatation. On l'obtient en disposant un tube fin de duralumin en série avec le mors fixe (② Fig. 1. B). Quatre jauges d'extensométrie de $120\ \Omega$ sont collées sur ce tube et montées en pont complet. La sensibilité de ce dynamomètre est de $0,08\ \text{N}/\mu\text{V}$ lorsque le pont de jauge est alimenté sous $2\ \text{V}$ (tension stabilisée à 10^{-4} près).

1.2.5 Variation de la température. — Suivant la méthode imaginée par P. Thomas *et al.* [10] la température du mors mobile peut être modifiée en faisant circuler un gaz vecteur (hélium) convenablement thermalisé, à l'intérieur du tube de liaison entre le mors mobile et le système de commande électromécanique. Le gaz d'échange parvient au contact immédiat du mors mobile dont la température est mesurée par un thermocouple (Fig. 3). Lors des changements de température, il est nécessaire d'empêcher la surcharge de l'échantillon en compensant les dilatations par une commande convenable du moteur.

1.2.6 Commande fine du déplacement des mors. — Le système de refroidissement ci-dessus offre la possibilité de contrôler la température du « tube de traction », donc sa dilatation. Un fil résistant, bobiné sur ce tube, est alimenté sous une tension d'amplitude et de fréquence variable, au moyen d'un générateur de tension en dent de scie conçu et réalisé au laboratoire par L. Lanegrassie [11].

Lors d'essais de déformation alternée, un effort de traction est d'abord imposé à l'éprouvette, au moyen du moteur. L'application d'une tension en dent de scie d'amplitude convenable permet d'annuler, d'inverser, puis de rétablir la déformation imposée à l'éprouvette, à la fréquence choisie.

Le refroidissement continu du tube, au moyen d'un flux gazeux interne, permet de contrôler ses cycles dilatation-contraction, jusqu'à une fréquence de $0,5\ \text{Hz}$.

1.3 PERFORMANCES. — Les possibilités du porte-objet sont résumées ci-après :

— Porte-objet simple tilt $\pm 45^\circ$.

— Vitesse de déformation variable continûment :

- commande mécanique : $\pm 0,04\ \mu\text{m/s}$ à $\pm 0,4\ \mu\text{m/s}$
- commande thermique : de 0 à $\pm 0,4\ \mu\text{m/s}$ à $0,01\ \text{Hz}$ de 0 à $\pm 2\ \mu\text{m/s}$ à $0,5\ \text{Hz}$.

— Rigidité du montage $\approx 0,5\ \text{N}/\mu\text{m}$.

— Charge maximale, en traction + $25\ \text{N}$
en déformation alternée : $\pm 16\ \text{N}$.

— Elongation maximum $\approx 2\ \text{mm}$.

— Températures d'essais : $150\ \text{K}$ à $350\ \text{K}$.

Les courbes reproduites sur les figures 4 et 5 donnent une idée du comportement mécanique de ce dispositif à 20°C , lors du cyclage d'une éprouvette « rigide » (Fig. 4) et lors du cyclage d'une coupe mince d'alliage fer-cobalt à $3,2\ \%$ at. de Co (Fig. 5) en traction-compression. Le déplacement est créé dans ce cas au moyen de la commande mécanique.

2. Résultats des premières observations.

Les travaux relatifs au comportement des métaux cubiques centrés, sollicités de façon cyclique, à amplitude de déformation plastique constante sont moins nombreux que ceux qui concernent les c.f.c. Le fait que le domaine d'amplitude correspondant au plateau de σ_s soit plus réduit et limité à des amplitudes plus faibles pour les c.c. que pour les c.f.c. en est peut-être la cause. Pour la même raison, les mécanismes microscopiques qui contrôlent la déformation, à amplitude donnée, sont moins bien élucidés.

Selon H. Mughrabi [12], la forte différence de mobilité entre dislocations vis et non vis dans les c.c.,

Fig. 4. — Courbes de traction-compression obtenues avec une liaison rigide des mors.

[Tension-compression curves recorded with rigid binding of the jaws.]

Fig. 5. — Courbes de traction-compression d'un échantillon d'alliage fer-3,2 % at. cobalt.

[Tension-compression curves of an iron-3.2 at. % cobalt alloy specimen.]

clairement établie par de nombreux travaux (voir par exemple l'article de revue de L. P. Kubin [13]), serait à l'origine du plateau de σ_s . De plus, la limite de fatigue de ces métaux pourrait être définie à partir de l'amplitude critique au-dessous de laquelle les dislocations non vis sont seules mobiles. Dans le cas du fer pur sollicité à 293 K, à la vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}_p = 4,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, Mughrabi situe cette amplitude critique à la fin du plateau, soit à $\Delta\epsilon_p$ voisine de 10^{-3} .

Dès lors tous les paramètres qui contrôlent la différence de mobilité entre dislocations vis et non vis, doivent aussi contrôler la limite de fatigue de ces métaux. Il s'agit notamment des paramètres température, vitesse de déformation plastique et pureté du matériau.

C'est avec l'intention de vérifier les hypothèses précédentes, dans le cas du fer pur et de ses alliages, que nous avons construit le porte-objet. Les quelques images que nous présentons ont simplement pour but d'illustrer les possibilités de notre dispositif expérimental.

2.1 FER PUR. — Les clichés présentés sur la figure 6 ont été obtenus par cyclage d'une éprouvette de fer pur à 330 K. Les images sont extraites de la bande vidéo, enregistrée en temps réel, aux dates T indiquées en secondes sur chacune d'entre elles. Entre les images 7 et 8, une demi-boucle se forme en traction et se développe jusqu'à la position 9. L'inversion de la commande mécanique entraîne le retour de la demi-boucle vers les positions 10 et 11. Les schémas situés au bas de la figure 6 représentent les positions successives de la demi-boucle par rapport à une même origine. On observe ainsi la répétition de

Fig. 6. — Glissement alterné d'une boucle de dislocation dans le fer pur à 330 K.

[Alternate slip of smooth dislocation loop in pure iron at 330 K.]

l'oscillation de la partie non vis, en avant et en arrière, le déplacement correspondant des parties vis étant imperceptible.

Lors de cet essai de traction ondulée, le mouvement de la demi-boucle est parfaitement maîtrisé, la dislocation obéissant immédiatement à l'inversion du sens de la sollicitation. On vérifie que la mobilité des parties non vis est nettement supérieure à celle

des parties vis bien que l'on soit au voisinage de la température athermique du fer. Ce dernier point est d'ailleurs bien montré par la courbure des dislocations qui est beaucoup plus forte que dans le cas des mêmes essais effectués à 293 K (Fig. 7).

2.2 FER-PLATINE. — La figure 8 regroupe une série d'observations effectuées à partir d'un échantillon d'alliage fer-platine à 0,8 % at. de Pt, sollicité de manière alternée à l'aide du dispositif de commande thermique, à la température ambiante. Les trains de dislocations traversent le champ d'observation dans un sens puis dans l'autre, la prise de vue étant effectuée « au vol », aux extrémités des cycles. La courbure, également marquée, de ces dislocations, est révélatrice de l'effet de l'addition de platine au fer. Celle-ci abaisse en effet la température athermique de l'alliage à 245 K et réduit notablement la différence de mobilité entre les dislocations vis et non vis [9, 14].

3. Conclusion.

Les expériences présentées ci-dessus ont permis la vérification de résultats déjà établis à partir d'essais de déformation monotone *in situ*. Elles ont également montré que l'appareil que nous avons mis au point

Fig. 7. — Glissement rigide de dislocations vis dans le fer pur à 293 K.

[Rigid slip of screw dislocations in pure iron at 293 K.]

Fig. 8. — Mouvement alterné de dislocations courbées dans l'alliage fer-1,85 % at. de platine.

[Alternate slip of curved dislocations in iron-1.85 at. % platinum alloy at 293 K.]

est bien adapté à l'étude des mécanismes microscopiques responsables de l'endommagement par fatigue des métaux cubiques centrés puisqu'il permet de faire varier les paramètres amplitude, vitesse de déformation et température. Par contre, il nous paraît évident, après ces premières expériences, que la minceur de l'éprouvette, liée aux impératifs de transparence, rend difficilement accessible la réalisation *in situ* d'un essai de fatigue complet, depuis l'état initial jusqu'à la rupture finale avec une durée de vie de plusieurs dizaines ou centaines de cycles, voire davantage. La voie qui nous semble devoir être explorée en premier lieu est celle qui passe par la poursuite d'essais de fatigue *in situ* sur des échan-

tillons préfatigués à l'état massif. Cette démarche permet en effet d'observer des structures de dislocations correspondant mieux à la déformation du métal massif, et de relier les mécanismes microscopiques observés aux paramètres macroscopiques préalablement mesurés.

Remerciements.

Cette réalisation n'a pu voir le jour que grâce à la compétence et à la compréhension du personnel technique de notre laboratoire, qu'il trouve ici l'expression de nos remerciements.

Bibliographie

- [1] MAGNIN, T., DRIVER, J., LEPINOUX, J. et KUBIN, L. P., *Revue Phys. Appl.* **19** (1984) 467.
 - [2] MAGNIN, T., DRIVER, J., LEPINOUX, J. et KUBIN, L. P., *Revue Phys. Appl.* **19** (1984) 483.
 - [3] MUGHRABI, H., *Dislocations et Déformation plastique* (Editions de Physique, Orsay) 1979, p. 363.
 - [4] MUGHRABI, H., *Scripta Met.* **13** (1979) 479.
 - [5] KUBIN, L. P., MARTIN, J. L., *Proc. ICSMA* **5** (1979) 1639 ;
HAASEN, P., GEROLD, V., KOSTORZ, G. (Ed. Pergamon Press Oxford).
 - [6] IMURA, T., *Kristall und Technik* **14** n° 10 (1979) 1197.
 - [7] KUBIN, L. P., LEPINOUX, J., RABIER, J., VEYSSIERE, P., FOURDEUX, A., *ICSMA* **6** (1982) 933.
 - [8] LEPINOUX, J., Thèse de 3^e Cycle, Poitiers (1983).
 - [9] LEWANDOWSKI, P., Thèse de Docteur-ingénieur, Toulouse (1983).
 - [10] THOMAS, P., LOUCHET, F., KUBIN, L. P., JOUFFREY, B., 8th Int. Congress on Electron Microscopy, Cambera (1974), p. 176.
 - [11] LANEGRASSE, L., Laboratoire de Physique des Solides, Toulouse (Non publié).
 - [12] MUGHRABI, H., HERZ, K. and STARK, X., *Acta Metallurgica* **27** (1979) 343.
 - [13] KUBIN, L. P., *Rev. Def. Behav.* **IV** n° 3 (1982) 181.
 - [14] LEWANDOWSKI, P., CHOMEL, P., COTTU, J. P., *Revue Phys. Appl.* **17** (1982) 9.
-