



Contribution à l'étude des hétérogénéités de déformation viscoplastique de la glace Ih mono et multi cristalline : essais de compression in-situ sous rayonnement X

Laura Capolo

► To cite this version:

Laura Capolo. Contribution à l'étude des hétérogénéités de déformation viscoplastique de la glace Ih mono et multi cristalline : essais de compression in-situ sous rayonnement X. Matériaux. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT : . tel-00175271

HAL Id: tel-00175271

<https://theses.hal.science/tel-00175271>

Submitted on 27 Sep 2007

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.



Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement

LABORATOIRE DE GLACIOLOGIE
ET GEOPHYSIQUE DE L'ENVIRONNEMENT
UMR5183

Centre National de la Recherche Scientifique
Université Joseph Fourier
54, rue Molière - Domaine Universitaire
BP 96 - 38402 - Saint Martin d'Hères Cedex (France)

**Contribution à l'étude des hétérogénéités de
déformation viscoplastique de la glace I_h mono et multi
cristalline: essais de compression in-situ sous
rayonnement X**

Laura CAPOLO

Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier (Grenoble 1)
(Arrêtés ministériels du 5 juillet 1984 et 30 mars 1992)

Spécialité : Sciences de la Terre et de l'Univers

Date de Soutenance :
13 Juillet 2007

Composition du jury :

M. Pierre BASTIE	Président
Mme. Andrea TOMMASI	Rapporteur
M. Alain JACQUES	Rapporteur
Mme. Anne Marie BOULLIER	Examineur
M. José BARUCHEL	Examineur
M. Jacques MEYSSONNIER	Directeur de Thèse
Mme. Armelle PHILIP	Co-Directeur de Thèse

REMERCIEMENTS

La recette du succès

temps de cuisson : 3 années (mais prévoir plus pour laisser mijoter).

ingrédients : 10% d'inspiration et 90% de transpiration.

1. Rassembler une Armelle Philip et un Jacques Meyssonier, mixer leur savoir, leurs idées, leurs personnalités afin d'obtenir une base homogène ;
2. S'inspirer de grands chefs et écouter leurs conseils avisés. Leur savoir-faire et leur aide précieuse vous permettront de ne pas passer à côté d'un plat intéressant. La ville de Grenoble fourmille de chefs prestigieux qui savent partager leur instruments de cuisine et de plus, passer des nuits entières avec vous devant les fourneaux. Les toques d'or reviennent ainsi à Pierre Bastie, José Baruchel, Marc Fivel ou encore Jüergen Härtwig ;
3. Prendre conscience que le génie relève souvent ses manches et aller prélever ses éléments à l'atelier : l'adresse d'Alain Manouvrier se marie ainsi très bien avec la patience d'Eric Lefebvre, de Philippe Possenti, d'Olivier Alemany ou de Jean-Philippe Balestrieri ;
4. Ne pas oublier non plus que le déchiffrement de certains points de la recette nécessite l'aide de l'ensemble des services administratifs et que si en plus le sourire de Véro, Martine ou Sylvianne vous accompagne, vous arriverez à comprendre même les plus terribles astérisques ;
5. Ne pas hésiter à rajouter des zestes d'étudiants pour booster la formule : les zestes de Sébastien, d'Aurélia, d'Alban, d'Henri, de Jérémy, de Daniel sont très fameux ;
6. Réunir un jury compétent et sympathique afin d'assurer un bon glaçage final. Mélanger pour cela l'expertise de deux rapporteurs : Andrea Tommasi et Alain Jacques, avec l'évaluation de trois examinateurs : Anne-Marie Boullier, Pierre Bastie et José Baruchel. Ecouter attentivement leur bouillonnement d'idées bienvenues ;
7. Durant tout le temps de la recette, bien s'assurer que vous pouvez ouvrir les fenêtres afin d'éviter toute asphyxie. Les extincteurs de panique et les lances de bonne humeur vous aideront ainsi à garder toutes vos idées fraîches. Les meilleures marques à ce jour sont les croustillants thésards : Hélène, Nico, Gaël, Gilou, Arnaud, Martin, Vincent, Anne-so, Sam, JC et j'en passe ; les joueurs de musique fous : Paquitas Salsa Guerilleros ; les collègues piquants : Delphine, Stef, Nat, Fred, Florent, Bruno ; et les voisins de bureau stylés : Pierre, Yves, Fabien, Jujue, Fred. Mais si vous voulez de plus assurer les fondements de votre cuisine alors visez le haut de gamme avec des frères et soeurs formidables : Stef, Tony, Alex et des amis épatants, notamment les copains de toujours de cette magnifique ville gourmande de Saint-Chamond. Enfin, nous vous conseillons d'habiller votre cuisine quotidienne de la marque Bretonne (Le) Guillou, hautement reconnue dans mon petit monde gastronomique.
8. Pour terminer, choisir un nom de recette qui en jette : Francette !

Avec du recul et pour ne pas vous faire engloutir par la joie d'avoir réussi votre recette, n'oubliez pas de considérer l'importance de l'ensemble de ces éléments qui vous ont fourni l'inspiration ou ont essuyé vos moments de transpiration. Et comme une telle recette ne peut se réussir sans eux, n'oubliez pas de leur transmettre votre profond respect en les remerciant sincèrement..

Plus sérieusement (et afin de rassurer mes chefs cuistots), je tiens à remercier l'ensemble des personnes qui ont participé de près ou de loin à ce travail. Naturellement, mes premiers remerciements vont à mes deux encadrants ainsi qu'aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont portée à mon travail et pour leurs remarques constructives sur ce manuscrit volumineux. Tous ceux qui ont façonné, suivi, amélioré les protocoles expérimentaux reçoivent aussi toute ma gratitude : de l'atelier à l'expertise scientifique tous ont été acteurs de ce projet. Pour tous les conseils avisés et toutes les amitiés rencontrées : un grand Merci...

RÉSUMÉ

Le cristal de glace est un matériau particulièrement anisotrope dans le domaine viscoplastique, qui se déforme principalement par glissement des dislocations dans les plans de base. Cette très forte anisotropie viscoplastique engendre une importante hétérogénéité de déformation à l'origine d'hétérogénéités inter-granulaires. Pour mieux comprendre les mécanismes impliqués dans cette déformation, des expériences de fluage ont été réalisées sous diffraction X (topographie X et rayons X durs refocalisés) ainsi qu'en chambre froide, sur des monocristaux et des tricristaux de glace. La déformation a été suivie in-situ à l'aide d'un dispositif spécialement mis au point au LGGE. Une attention particulière a été portée sur l'évolution de la microstructure (évolution des dislocations individuelles, densités de dislocations, distorsions cristallographiques) notamment au niveau des joints de grains et du point triple.

Mots clés : mono et multi-cristal de glace, déformation, diffraction X, microstructure, dislocations, hétérogénéité

ABSTRACT

The ice crystal exhibits a strong viscoplastic anisotropy since it deforms mainly by dislocation glide in the basal plane. This strong viscoplastic anisotropy induces strain heterogeneities inside and between grains. To better understand the mechanisms involved in the deformation, creep experiments using X-ray diffraction (topography X and refocalised hard X-rays) on ice single crystals and tri crystals, have been carried out. A special attention has been given to the microstructure evolution (movement of dislocations, density of dislocations, crystallographic distortions) especially at grain boundaries and at triple junctions.

Keywords: ice single and tri-crystal, deformation, X ray diffraction, microstructure, evolution of dislocations, heterogeneity

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ	v
ABSTRACT	vii
TABLE DES MATIÈRES	ix
LISTE DES ANNEXES	xiii
INTRODUCTION	xv
CHAPITRE 1 : PHYSIQUE DE LA GLACE CRISTALLINE	1
1.1 Introduction	1
1.2 Structure du cristal de glace	1
1.3 Dislocations dans la glace	3
1.4 Mouvement des dislocations	6
1.4.1 Dislocations glissant dans le plan de base	8
1.4.2 Les dislocations glissant hors du plan de base	10
1.4.3 Génération, multiplication et arrangement des dislocations	11
1.4.3.1 Processus observés dans les monocristaux	11
1.4.3.2 Processus observés dans les polycristaux	12
1.5 Joints de grains	13
1.6 Conclusion	15
CHAPITRE 2 : MÉTHODES DE CARACTÉRISATION D'ÉCHANTILLONS CRISTALLINS	17
2.1 Introduction	17
2.1.1 Les différentes techniques de caractérisation	17
2.1.1.1 Microscopie électronique à balayage	17
2.1.1.2 Microscopie électronique en transmission	17
2.1.1.3 Topographie aux rayons X	18
2.1.1.4 Attaque chimique	19
2.1.2 Application de ces méthodes à la glace	19
2.2 Principe de la topographie aux rayons X	21
2.2.1 La diffraction des rayons X	21
2.2.2 Loi de Bragg	21
2.2.3 Règles d'extinction	22
2.2.4 Origine des contrastes	23
2.2.4.1 Théories cinématique et dynamique	23
2.2.4.2 Mécanismes de contraste	24
2.2.4.3 Conditions d'extinction des dislocations	25
2.2.5 Dispositif expérimental utilisé	25
2.3 Rayons X durs refocalisés	27
2.3.1 Description de la technique	28
2.3.2 Cas d'un cristal imparfait	29
2.4 Conclusion	31

CHAPITRE 3 : DENSITÉ DE DISLOCATIONS ET DISTORSIONS CRISTALLOGRAPHIQUES	33
3.1 Introduction	33
3.2 Estimation de la densité de dislocations par comptage direct	33
3.3 Densité de dislocations d'accommodation géométrique	35
3.3.1 Estimation à partir des mesures aux RX durs	35
3.3.2 Estimation par réticulographie	36
3.3.2.1 Calcul du vecteur de diffraction en un point	37
3.3.2.2 Numérisation des films et acquisition des points de mesure	41
3.3.2.3 Calcul des composantes du tenseur de Nye et du tenseur de courbure	41
3.3.2.4 Incertitude sur le vecteur de diffraction	42
3.4 Conclusion	42
CHAPITRE 4 : PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE GLACE	45
4.1 Introduction	45
4.2 Fabrique de cristaux de glace de qualité	45
4.2.1 Les différents dispositifs de croissance	45
4.2.2 Influence du gradient thermique lors de la croissance	48
4.2.3 Influence de l'orientation des plans de base durant la croissance	49
4.2.4 Influence de la rigidité des parois du cristalliseur	50
4.2.5 Protocole de croissance adopté	51
4.3 Préparation des échantillons	53
4.4 Dispositif et protocole de maintien au froid	54
4.4.1 Histoire thermique des échantillons	54
4.4.2 Cellule réfrigérée	54
4.5 Dispositif de compression	56
4.5.1 Essais en chambre froide	58
4.5.2 Essais in-situ sous rayons X	58
4.6 Conclusion	58
CHAPITRE 5 : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX POUR LES MONO ET MULTI-CRISTAUX	59
5.1 Résultats obtenus sur des monocristaux	59
5.1.1 Observations de l'état microstructural initial	59
5.1.2 Suivi de la déformation en topographie X-synchrotron	61
5.1.2.1 Mécanismes de production et d'expansion des dislocations	61
5.1.2.2 Déplacement et vitesse des dislocations	62
5.1.2.3 Signes multiples d'une hétérogénéité de la déformation	62
5.1.2.4 Microflambement ou désorientation cristalline ?	65
5.1.3 Observations des distorsions cristallographiques sous RX refocalisés	65
5.1.3.1 Hétérogénéité de la déformation	66
5.1.3.2 Utilisation de fentes	66
5.1.3.3 Carte de densité des dislocations géométriquement nécessaires	67
5.1.3.4 Nature des dislocations géométriquement nécessaires	68
5.1.4 Observation de la déformation en lumière polarisée	68
5.1.4.1 Répartition hétérogène des lignes de glissement	68
5.1.4.2 Sous-joint de grains	69
5.2 Résultats obtenus sur des tricristaux	69

5.2.1	Qualité initiale des cristaux	70
5.2.2	Premiers stades de la déformation des cristaux de bonne qualité observés en topographie X-synchrotron	74
5.2.2.1	Franges d'égales déformations	74
5.2.2.2	Sources de dislocations	75
5.2.2.3	Cartes d'évolution des densités de dislocations	76
5.2.2.4	Vitesse des dislocations	76
5.2.2.5	Conclusion : les premiers signes de déformation	77
5.2.3	Déformation à taux plus élevé des cristaux de bonne qualité observée en topographie X-synchrotron	78
5.2.4	Déformation des cristaux de mauvaise qualité cristalline observée en topographie X-synchrotron	78
5.2.5	Influence de l'orientation des grains	78
5.2.6	Utilisation de la réticulométrie pour l'étude de l'évolution des désori- entations	79
5.2.6.1	Désorientation des vecteurs de diffraction	80
5.2.6.2	Densité de dislocations géométriquement nécessaires (cal- cul du tenseur de Nye)	80
5.2.7	Observation des distorsions cristallographiques aux RX refocalisés	81
5.2.7.1	Hétérogénéité de la déformation pour le grain A	82
5.2.7.2	Réponse des grains supérieurs B et C	84
5.2.8	Observation de la déformation en lumière polarisée	85
5.2.8.1	Lignes de glissement	85
5.2.8.2	Polygonisation	87
5.2.8.3	Bandes de localisation intense de la déformation	88
5.2.9	Conclusion sur les mécanismes d'accommodation dans les monocris- taux et les tricristaux	90
CHAPITRE 6 : DISCUSSION ET CONCLUSION GÉNÉRALE		93
6.1	Discussion	93
6.1.1	Hétérogénéité du champ de contrainte : simulation numérique de la déformation	93
6.1.2	Hétérogénéité des distorsions : utilisation de la réticulométrie	95
6.1.3	Comportement des dislocations au voisinage du joint de grains	96
6.1.3.1	Champ de contrainte associé à l'interaction dislocation-joint	96
6.1.3.2	Interaction dislocation-joint de grains : cas des dislocations non dissociées	98
6.1.3.3	Mécanismes de relaxation de l'état hors équilibre du joint	99
6.1.4	Différences de comportement entre le monocristal et le grain du multicristal	99
6.1.4.1	Groupement organisé de dislocations	99
6.1.4.2	Hétérogénéité des plans prismatiques	99
6.1.4.3	Analyse d'un multicristal	101
6.1.5	Dislocations coin	101
6.1.6	Propositions pour l'évolution du dispositif expérimental	102
6.2	Conclusion générale et perspectives	102

LISTE DES ANNEXES

Annexe I :	Usinage des échantillons	113
Annexe II :	Facteur de structure et conditions d'extinction pour la glace	115
Annexe III :	Croissance de cristaux de glace	119
III.1	Tableau des différents types de croissance	119
III.2	Qualités obtenues avec les différents types de croissance	120
Annexe IV :	Détails des essais expérimentaux	127
IV.1	Monocristaux	127
IV.1.1	Monocristal M75-1(α)	129
IV.1.2	Monocristal M75-2(α)	131
IV.1.3	Monocristaux M15(α) et M15(β)	136
IV.2	Tricristaux	139
IV.2.1	Tricristal T7(α)	141
IV.2.2	Tricristaux T75-1(α), T75-1(β) et T75-1(γ)	144
IV.2.3	Tricristaux T75-2(α) et T75-2(β)	163
IV.2.4	Tricristal T18(α)	179
IV.2.5	Tricristaux T15-1(α) et T15-1(β)	181
IV.2.6	Tricristaux T15-2(α) et T15-2(β)	183
IV.3	Compression d'un multicristal	185
Annexe V :	Détermination des orientations cristallographiques	187
V.1	Changement de base goniomètre/salle de mesure	187
V.2	Changement de base presse/goniomètre	187
V.3	Changement de base cristal–presse : cas de l'axe c horizontal	188
V.3.1	Les différentes configurations	188
V.3.2	Expression des changements de base	189
V.4	Changement de base cristal–presse : cas de l'axe c vertical	190
V.4.1	Les différentes configurations	190
V.4.2	Expression des changements de base	191
V.4.3	Mesure des orientations à la platine universelle	191
Annexe VI :	Réticulométrie	193
VI.1	Tenseur densité de dislocations	193
VI.2	Relation entre α et le gradient de déplacement	193
VI.3	Relation entre α et le tenseur de courbure	196
VI.4	Effet de l'inclinaison et de l'épaisseur de la lame	197
Annexe VII :	Quelques remarques sur la diffraction	199
VII.1	Configurations couramment observées	199
VII.2	Détermination du vecteur de Burgers en RX polychromatiques	199
VII.3	Effets de surface	202
VII.4	Netteté et contraste des topogrammes	206
VII.5	Contraintes expérimentales	207
VII.5.1	Faisceau polychromatique – faisceau monochromatique	207
VII.5.2	Evolution de la microstructure et temps d'exposition	207

VII.6	Curiosités	208
VII.6.1	Recristallisation dynamique	208
VII.6.2	Boucle hélicoïdale	208
Annexe VIII :	Simulation des essais par éléments finis	211
VIII.	Loi de comportement viscoplastique adoptée	211
VIII.	Paramètres et conditions aux limites du calcul	211

INTRODUCTION

Les calottes de glace, qui forment nos grandes réserves d'eau douce, constituent des archives uniques de l'environnement passé. Dans les régions les plus froides, les neiges préservées, accumulées et transformées en glace parfois depuis des centaines de milliers d'années conservent la mémoire des conditions climatiques de leur époque. L'analyse des glaces obtenues par carottage dans les calottes polaires (Antarctique, Groenland) et dans les glaciers permet de reconstituer les variations de la température et de la composition climatique de l'atmosphère dans le passé, et cela jusqu'à 740 000 ans (Epica Community Members, 2004). L'apport de cette discipline scientifique récente s'est révélé déterminant pour la compréhension du climat de la Terre et de son évolution sous l'influence des facteurs naturels et anthropiques. Les projets du groupe "Rhéologie des glaces polaires" dans lequel j'ai travaillé sont basés sur une modélisation multi-échelles du cristal de glace à la calotte polaire. Les recherches sont menées avec un double objectif : améliorer la modélisation du comportement de ces glaces pour les modèles d'écoulement des calottes polaires et renforcer l'ouverture avec la communauté nationale et internationale de Mécanique des solides et des Sciences du matériau.

Une des difficultés de la modélisation des calottes polaires vient de la description du comportement mécanique de la glace polaire dont une loi constitutive doit être prise en compte dans le modèle d'écoulement. C'est pourquoi une analyse rigoureuse du matériau glace doit être entreprise afin de mieux prendre en compte la physique de la déformation dans les lois de comportement.

La déformation viscoplastique d'un cristal de glace hexagonale (structure $P6_3/mmc$) s'effectue principalement par glissement des dislocations de vecteur de Burgers $1/3 < 11\bar{2}0 >$ dans le plan de base. L'existence d'un plan de glissement privilégié a pour conséquence le développement de fortes incompatibilités de déformation inter-granulaire lors de sollicitations mécaniques sur de la glace polycristalline.

Afin d'étudier les mécanismes d'accommodation de ces incompatibilités de déformation des expériences de compression in-situ sous rayonnement X ont été réalisées. Deux techniques différentes de diffraction ont été utilisées : la topographie avec un rayonnement X synchrotron et les rayons X à haute énergie refocalisés. Lors de nos essais, nous avons utilisé un faisceau polychromatique, ce qui permet d'obtenir à la fois des réflexions sur différents plans d'un même cristal et également sur des plans appartenant à des grains différents. On peut ainsi étudier ce qui se passe simultanément dans des grains adjacents et analyser l'influence des joints de grains et des points triples en cours de sollicitation. Les désorientations du réseau cristallin en cours de sollicitation induisent des perturbations dans les taches de diffraction qui peuvent être analysées en terme de distorsion du réseau puis interprétées en terme de densité de dislocations géométriquement nécessaires.

Pour compléter les observations faites sous rayonnement X, un suivi de la déformation en lumière polarisée a été également réalisé. Il est ainsi possible de suivre l'évolution de la microstructure à une échelle plus "macroscopique" (lignes de glissement, sous joint de grains, recristallisation) jusqu'à des déformations de l'ordre de 10 %, à l'œil nu ou sous loupe binoculaire.

Une micropresse a été développée pour prendre place dans une cellule réfrigérée utilisée lors des essais in-situ sous rayons X. Elle permet de solliciter en compression plane des lames minces de glace multicristalline (dimensions $21 \times 17 \times 1 \text{ mm}^3$). Plusieurs éprouvettes de même microstructure (même configuration géométrique et cristallographique des grains) ont été réalisées afin de pouvoir effectuer des compressions dans des conditions similaires avec les trois méthodes expérimentales.

Le plan de ce manuscrit est le suivant :

Le premier chapitre synthétise les données bibliographiques nécessaires à la compréhension de la physique de la glace cristalline. La structure cristallographique ainsi que les dislocations participant, ou non, à la déformation viscoplastique du matériau sont présentées. Une approche de la compréhension des interactions des dislocations avec les joints de grains est également abordée.

Le deuxième chapitre présente les différentes techniques d'observation des dislocations et leur adaptation au cas de la glace. Deux techniques de radiocristallographie sont retenues pour cette étude : la topographie par rayonnement synchrotron et la refocalisation de rayons X à haute énergie.

L'intérêt de cette étude porte sur l'évolution des défauts structuraux lors d'essais de fluage, en terme d'évolution de densités de dislocations et de distorsions cristallines. Le troisième chapitre présente les différentes méthodes de calcul ou d'estimation de la densité de dislocations à partir des clichés de diffraction. Un outil a pu être mis en place lors de nos expériences : la réticulométrie. Cette technique consiste à scinder le faisceau de rayons X en plusieurs mini-faisceaux qui permettent l'obtention de l'orientation de vecteurs de diffraction en plusieurs points de l'échantillon. Leurs (dés)orientations en cours de sollicitation permettent d'obtenir des informations sur les distorsions cristallines qui sont interprétées en termes de densité de dislocations géométriquement nécessaires.

Le quatrième chapitre présente la méthodologie expérimentale adoptée pour comprimer des échantillons de grande qualité cristalline à la fois en laboratoire froid et dans des salles à température ambiante pour les essais de diffraction. Dans un premier temps nous présentons les différentes techniques de croissance cristalline, ainsi que la mise en place d'un protocole de croissance, d'usinage et de stockage pour obtenir des échantillons d'une qualité permettant l'observation de dislocations individuelles. Le fonctionnement de la micro-presse spécialement créée pour les essais de fluages, ainsi que celui de la cellule réfrigérée par détente d'azote dans laquelle elle peut s'insérer, sont ensuite détaillés.

Durant cette thèse, plusieurs échantillons de glace ont été comprimés : 9 monocristaux ont été testés à l'ESRF (topographie X-synchrotron) et 3 à l'ILL (RX durs refocalisés), 18 tricristaux ont été comprimés à l'ESRF et 4 à l'ILL. L'ensemble de ces compressions a pu être poursuivi ou reproduit en laboratoire froid à -10°C . Ces différents essais nous ont permis d'étudier le comportement individuel ou collectif des dislocations, ainsi que les distorsions cristallines impliquées, en nous penchant particulièrement sur leur évolution près des joints de grains et du point triple. Le chapitre cinq présente les résultats expérimentaux tirés de ces campagnes d'essais en diffraction X pour tenter de relier les hétérogénéités microstructurales aux hétérogénéités macroscopiques.

Enfin la conclusion est donnée dans le Chapitre 6 qui propose aussi des perspectives pour la poursuite de ce projet.

CHAPITRE 1

PHYSIQUE DE LA GLACE CRISTALLINE

1.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons la structure de la glace hexagonale et nous proposons une revue de la littérature sur les dislocations, ainsi que sur le rôle des joints de grains.

1.2 Structure du cristal de glace

En se solidifiant l'eau peut se transformer, selon les conditions de température et de pression, en 14 variétés allotropiques de glace qui diffèrent par leur structure cristallographique. Sous les conditions régnant sur la Terre, l'eau cristallise à 273 K dans un réseau de type Ih (Petrenko and Whitworth, 1999). Les atomes d'oxygène sont arrangés selon un réseau périodique possédant la symétrie hexagonale de type $P6_3/mmc$ (Fletcher, 1970; Hahn, 1989)(cf. Figures 1.1 et 1.2). A une température de 265 K, les paramètres de maille sont $a=b=4.52 \text{ \AA}$, $c=7.36 \text{ \AA}$ et le rapport c/a vaut 1.629, valeur proche de celle ($c/a=1.633$) du réseau hexagonal compact (Fletcher, 1970). Selon Röttger et al. (1994), qui ont étudié des poudres de glace à l'aide de rayonnement synchrotron, le rapport c/a est pratiquement indépendant de la température pour des valeurs supérieures à 120 K (voir aussi Fletcher, 1970).

Au contraire des atomes d'oxygène, les atomes d'hydrogène n'ont pas une structure ordonnée. Cependant la structure de la glace Ih suit les règles de Bernal et Fowler (Bernal et Fowler, 1933; Pauling, 1935)(cf. Fig. 1.1 et 1.3) :

- Dans le cristal la structure de la molécule d'eau est conservée (en ce sens on peut le qualifier de cristal moléculaire).
- Chaque atome d'oxygène se trouve au centre d'un tétraèdre dont les sommets sont formés par les quatre atomes d'oxygène des molécules voisines.(Fig. 1.2) ;
- Chaque atome d'oxygène est lié à deux atomes d'hydrogène (situés à $\approx 1 \text{ \AA}$) par des liaisons covalentes fortes qui forment avec lui une molécule d'eau (Figures 1.1 et 1.3).

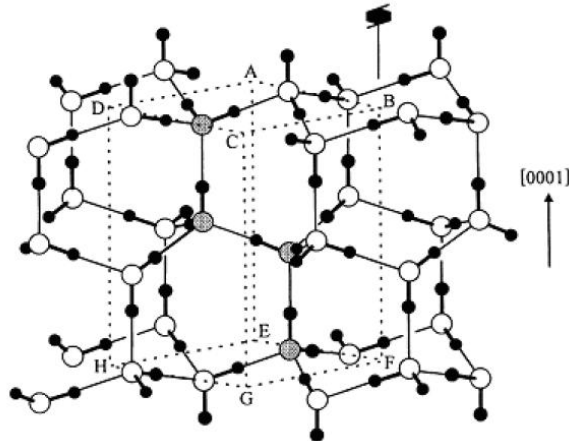


FIG. 1.1 – Structure cristallographique de la glace Ih (Petrenko and Whitworth, 1994). Les atomes d'oxygène des molécules d'eau sont représentés par des cercles blancs ou grisés, les atomes d'hydrogène sont en noir. La maille élémentaire est marquée par les points ABCDEFGH.

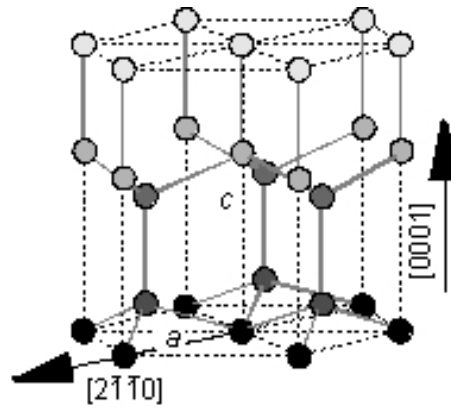


FIG. 1.2 – Représentation de la position des atomes d'oxygène dans la maille de la glace Ih (Les atomes dans un même plan parallèle au plan basal ont le même niveau de gris).

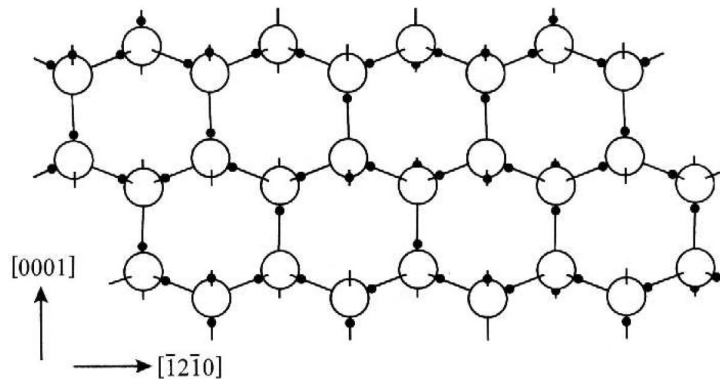


FIG. 1.3 – Structure de la glace projetée dans le plan $(10\bar{1}0)$ (atomes d'oxygène en blanc, d'hydrogène en noir).

- Les molécules d'eau sont reliées entre elles par des liaisons hydrogène énergétiquement plus faibles ; chaque molécule est orientée de telle sorte que chacun des ses atomes d'hydrogène est lié à deux des atomes d'oxygène du tétraèdre dont il est le centre (distance $\approx 1.7\text{\AA}$) ;
- L'orientation des molécules d'eau est telle que un seul atome d'hydrogène se trouve entre deux atomes d'oxygène.

Ces règles impliquent qu'une molécule d'eau peut se trouver dans six configurations différentes qui sont équivalentes (cf. Fig. 1.4). L'orientation d'une molécule donnée dépend donc de son environnement, et si elle doit tourner autour d'une liaison O–O il faut que les molécules voisines se réorientent, ou bien qu'il y ait création de défauts comme :

- des défauts de type ionique provoquant la création d'ions hydroxyde OH^- ou hydronium H_3O^+ ;

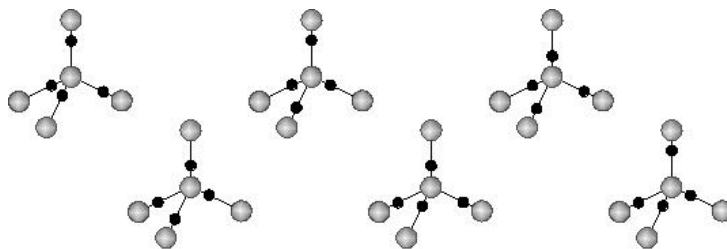


FIG. 1.4 – Les six configurations possibles pour la molécule d'eau dans le réseau de la glace (atomes d'hydrogène en noir).

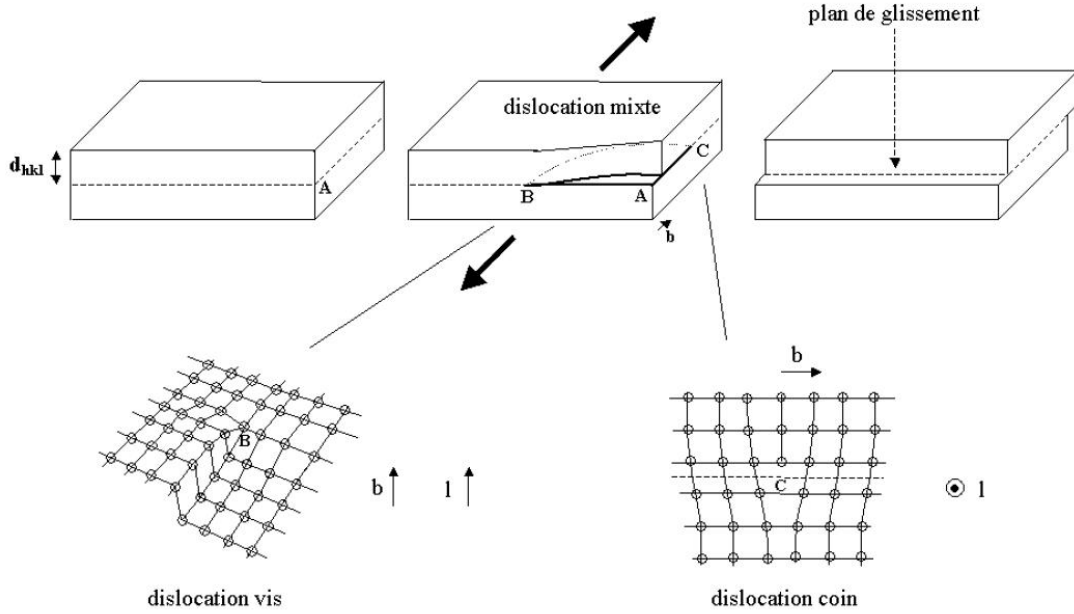


FIG. 1.5 – Représentation du cisaillement de deux plans atomiques distants de d_{hkl} par le glissement d'une dislocation mixte BC , composée d'une partie vis (partie B) et d'une partie coin (partie C). Après le passage de la dislocation, le déplacement des plans est une translation de vecteur de Burgers \vec{b} sur une distance inter-réticulaire (Petrenko and Whitworth, 1994).

- des défauts de Bjerrum de type L (leer) correspondant à une absence d'un hydrogène sur une liaison O-O ;
- des défauts de Bjerrum de type D (doppelt) correspondant à un hydrogène supplémentaire sur une liaison O-O ;

(Pauling, 1935).

1.3 Dislocations dans la glace

L'arrangement des atomes d'oxygène dans la glace peut présenter des défauts ponctuels (lacune, interstitiel, atome de substitution), linéaires (dislocations) ou planaires (fautes d'empilement). Nous nous restreignons ici à l'étude des dislocations dont le glissement est à l'origine de la déformation viscoplastique en réponse à une sollicitation macroscopique. Leur déplacement permet le cisaillement de plans cristallins conduisant à une déformation permanente du réseau (Figs. 1.5 et 1.6).

Dans l'étape intermédiaire de la Figure 1.5 la ligne BC est la frontière entre la zone de glissement ABC et le plan de glissement : c'est la ligne de dislocation (Petrenko and Whitworth, 1994). Le vecteur de Burgers de la dislocation est le vecteur nécessaire à boucler un circuit initialement fermé dans le cristal parfait et qui se trouve ouvert lorsqu'il entoure la ligne de dislocation. Ce vecteur est égal à une translation du réseau cristallin (Hobbs, 1974).

On caractérise une dislocation par deux grandeurs vectorielles :

- la direction de sa ligne, notée \vec{l} (ou \mathbf{l}) ;
- son vecteur de Burgers \vec{b} (ou \mathbf{b}).

Si la ligne de dislocation \vec{l} est parallèle au vecteur de Burgers \vec{b} on parle d'une dislocation vis. Dans le cas où \vec{l} est perpendiculaire à \vec{b} , on est en présence d'une dislocation coin. Les dislocations mixtes sont composées de ces deux types de dislocations (Fig. 1.5).

La distorsion induite par la présence de la dislocation est associée à une énergie qua-

lifiée d'élastique dans la mesure où les atomes retrouvent leur position d'équilibre après le passage de la dislocation. Si on se place assez loin du cœur de la dislocation pour que la théorie de l'élasticité soit applicable (le cristal peut être considéré comme un milieu continu) il est possible de calculer le champ de déplacement correspondant à la présence soit d'une dislocation vis, soit d'une dislocation coin, et en appliquant le principe de superposition celui correspondant à une dislocation mixte. En supposant de plus que l'élasticité est isotrope on peut calculer les champs de contrainte et de déformation et obtenir l'expression correspondante de l'énergie élastique par unité de longueur de la ligne de dislocation (Weertman and Weertman, 1970) comme :

$$E_e = \frac{Gb^2}{4\pi} \frac{1 - \nu \cos^2 \alpha}{1 - \nu} \ln \frac{R}{r_0} \quad (1.1)$$

où $\alpha = 0$ pour une dislocation vis, $\alpha = \pi/2$ pour une coin, b est la longueur du vecteur de Burgers, G et ν sont respectivement le module de cisaillement et le coefficient de Poisson de la glace, R est le "rayon d'action" au delà duquel la dislocation n'a plus d'influence, et r_0 est une (sous-) estimation du rayon du cœur de la dislocation prenant en compte l'énergie du cœur. En pratique R et r_0 ne sont pas connus : r_0 est en général estimé entre 1 et 5 b et une borne supérieure de R est la taille du cristal (en prenant $r_0 = b \approx 5\text{\AA}$ le terme $\ln(R/r_0)$ varie entre ≈ 14.5 , pour $R=1\text{mm}$, et 17, pour $R=10\text{mm}$). L'expression (1.1) suppose que le rayon du cœur de la dislocation est indépendant du type de la dislocation.

D'après (1.1) l'énergie d'une dislocation dépend du carré de la longueur du vecteur de Burgers. D'autre part cette énergie est moindre pour une dislocation vis que pour une coin (en adoptant la valeur $\nu=0.32$ (e.g. Sinha, 1989), le facteur E_{vis}/E_{coin} est de ≈ 0.7 et $E_{coin}/E_{vis} \approx 1.5$). Du fait de la symétrie hexagonale du réseau des atomes d'oxygène les barrières de Peierls–Nabarro sont telles que les dislocations parfaites mettant en jeu le minimum d'énergie sont les dislocations vis de vecteur de Burgers $\vec{b} = (1/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Dans la suite nous prendrons comme référence l'énergie de cette dislocation, notée E_0 :

$$E_0 = \frac{Ga^2}{4\pi} \ln \frac{R}{r_0} \quad (1.2)$$

En prenant $G=3600\text{ MPa}$ (e.g. Sinha, 1989), $a=4.5\text{ \AA}$, et $\ln(R/r_0) = 16$ (i.e. $R/r_0 \approx 10^7$), E_0 est de l'ordre de 10^{-9} Jm^{-1} .

Dans le cas d'une dislocation mixte, les vecteurs de Burgers de la partie vis et de la partie coin étant orthogonaux, les champs de déplacement correspondants sont aussi orthogonaux et par suite l'énergie est simplement la somme des énergies des parties vis et coin. En notant α l'angle du vecteur de Burgers avec la ligne, les parties vis et coin ont des vecteurs de Burgers de longueurs respectives $b \cos \alpha$ et $b \sin \alpha$ et l'énergie de la dislocation mixte est elle aussi donnée par (1.1) (Weertman and Weertman, 1970). Les dislocations dont les vecteurs de Burgers sont à 30° et 60° de leur lignes ont donc une énergie intermédiaire entre un vis pure et une coin pure. Dans la glace, les dislocations 30° basales ont une énergie $E_{30} \approx 1.1E_0$, et les dislocations 60° basales ont une énergie $E_{60} \approx 1.35E_0$.

Une dislocation de vecteur de Burgers \vec{b} peut se dissocier en deux dislocations partielles de vecteurs de Burgers \vec{b}_1 et \vec{b}_2 tels que $\vec{b}_1 + \vec{b}_2 = \vec{b}$. Ces deux dislocations partielles délimitent une faute d'empilement. Dans ce cas l'énergie de la dislocation dissociée est la somme des énergies des deux dislocations partielles considérées isolées, de l'énergie due à leur interaction (le champ de déformation de la dislocation 1 induit un travail du champ de contrainte de la dislocation 2 et réciproquement) et de l'énergie de la faute d'empilement. Dans le cas où les lignes et vecteurs de Burgers des deux partielles sont

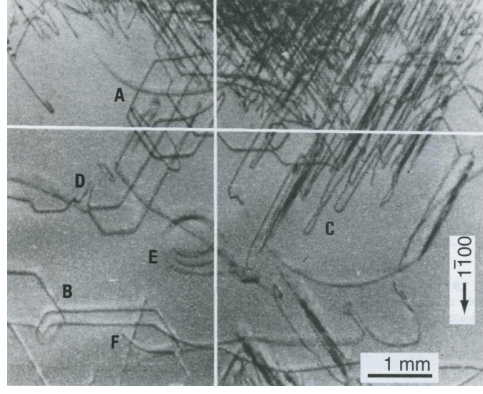


FIG. 1.6 – Topogramme du plan prismatique ($1\bar{1}00$) d'un monocristal de glace montrant les dislocations créées par une compression qui induit une contrainte de cisaillement sur le plan de base. A et B sont des boucles dans le plan de base (l'axe c est perpendiculaire au plan de la figure). Les repères C et D montrent des segments de dislocations coins qui se sont déplacés rapidement sur des plans prismatiques. Des boucles prismatiques sont visibles en E (Ahmad and Withworth, 1988).

coplanaires l'énergie de la dislocation dissociée est donnée par

$$\begin{aligned}
 E_d &= E_1 + E_2 + E_{12} + E_f \\
 E_1 &= \frac{Gb_1^2}{4\pi} \frac{1 - \nu \cos^2 \alpha_1}{1 - \nu} \ln \frac{R}{r_0} \\
 E_2 &= \frac{Gb_2^2}{4\pi} \frac{1 - \nu \cos^2 \alpha_2}{1 - \nu} \ln \frac{R}{r_0} \\
 E_{12} &= \frac{Gb_1 b_2}{2\pi} \left(\cos \alpha_1 \cos \alpha_2 + \frac{1}{1 - \nu} \sin \alpha_1 \sin \alpha_2 \right) \ln \frac{R}{w} \\
 E_f &= +\Gamma w
 \end{aligned} \tag{1.3}$$

où b_1 et b_2 sont les longueurs de \vec{b}_1 et \vec{b}_2 , α_1 et α_2 sont les angles orientés de \vec{b}_1 et \vec{b}_2 avec la ligne de dislocation, Γ est l'énergie de faute d'empilement par unité d'aire, et w est la distance séparant les deux dislocations partielles. Un ordre de grandeur de w est obtenu en écrivant la condition d'équilibre $\partial E_d / \partial w = 0$ exprimant le minimum de $E_{12} + E_f$ (E_{12} est fonction décroissante de w ; E_f est fonction croissante de w) soit, en notant

$$K_{12} = \cos \alpha_1 \cos \alpha_2 + \frac{1}{1 - \nu} \sin \alpha_1 \sin \alpha_2 \tag{1.4}$$

$$w = w_{min} = \frac{Gb_1 b_2}{2\pi} \frac{K_{12}}{\Gamma} \tag{1.5}$$

Dans la glace les dislocations les plus observées sont les dislocations vis basales de vecteur de Burgers $\vec{b} = (1/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$ et les dislocations basales 60° (Petrenko and Whitworth, 1994).

L'énergie des dislocations $\vec{b} = (1/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$ dissociées en deux dislocations partielles dont les vecteurs de Burgers sont à 30° de part et d'autre de \vec{b} , i.e. $(1/3)[11\bar{2}0] = (1/3)[01\bar{1}0] + (1/3)[10\bar{1}0]$, avec une distance entre partielles vérifiant (1.5) est donnée par (1.3). Le calcul montre que les dislocations vis, 30° , 60° et coins sont métastables : l'énergie de la dislocation dissociée devient inférieure à celle de la dislocation entière dès que w_{min} excède $4b$.

Ainsi les dislocations vis $(1/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$ se dissocient en deux dislocations partielles à 30° de la ligne et les dislocation entières 60° se dissocient en paires de dislocations coin et 30° (Petrenko and Whitworth, 1994; Hondoh, 2000) (cf. Fig. 1.7).

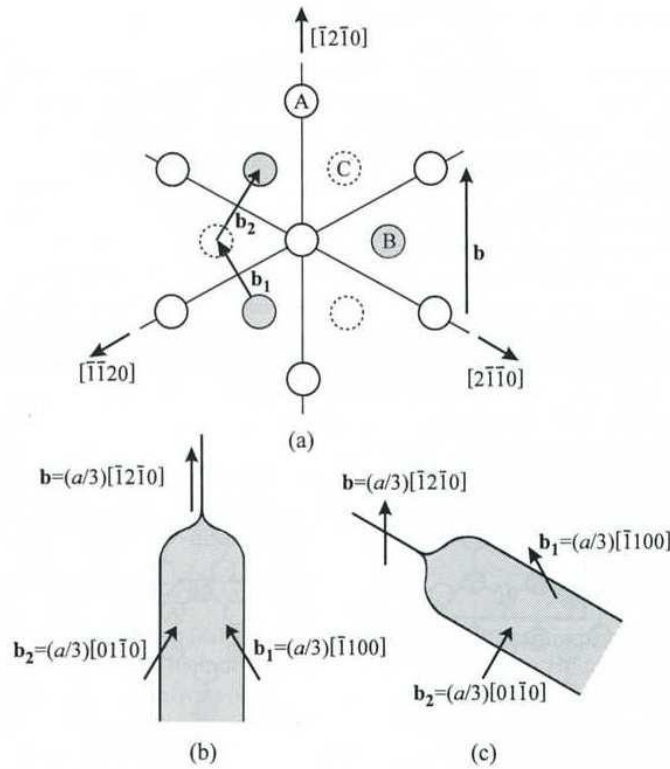


FIG. 1.7 – Dissociation d'une dislocation parfaite sur le plan de base en deux dislocations partielles séparées par une faute d'empilement. a) Les positions A, B, C indiquent les différents plans de base possibles dans la structure de la glace Ih ainsi que le vecteurs de Burgers \vec{b} de la dislocation parfaite et ceux \vec{b}_1 et \vec{b}_2 des dislocations partielles. b) Dissociation d'une dislocation vis. c) Dissociation d'une dislocation 60° . (Petrenko and Whitworth, 1999)

Fukuda et al. (1987) ont estimé l'énergie de faute d'empilement correspondant à la dissociation d'une dislocation parfaite $(1/3) < 11\bar{2}0 >$ à $E_f = 0.6 \times 10^{-3} \text{ J m}^{-2}$ et en ont déduit la distance séparant les deux dislocations partielles à 20 nanomètres dans le cas d'une dislocation vis et à 46 nanomètres pour une dislocation coin. Ces valeurs sont en bon accord avec (1.5) qui donne $w_{\min} = 24, 32, 47$, et $55 \times 10^{-9} \text{ m}$ pour les vis, 30° , 60° et coin, respectivement. En adoptant ces valeurs de w_{\min} les énergies des dislocations vis, 30° , 60° et coin dissociées sont de l'ordre de $0.95E_0$, $1.05E_0$, $1.24E_0$ et $1.34E_0$, respectivement.

Enfin, un troisième type de dissociation selon $(1/3)[11\bar{2}3] = (1/6)[20\bar{2}3] + (1/6)[02\bar{2}3]$ est reporté dans la littérature (Fukuda et al., 1987; Higashi, 1988) avec une énergie de faute d'empilement très faible de $0.3 \times 10^{-3} \text{ J m}^{-2}$. D'autres fautes d'empilement de vecteur $1/2[0001]$ ont été observées dans la glace soumise à un refroidissement rapide (Liu et al., 1992b). Il est intéressant de noter que ces fautes ne sont pas observées près des joints de grains ou des surfaces libres.

1.4 Mouvement des dislocations

Il est bien établi (depuis Glen and Perutz (1954)) que la déformation viscoplastique d'un cristal de glace est principalement due au glissement de dislocations contenues dans le plan de base. Les expériences de Hondoh (1992) montrent que les dislocations basales peuvent bouger pour des cisssions résolues (i.e. la contrainte de cisaillement appliquée parallèlement au plan de glissement dans la direction de glissement) faibles, inférieures à 0.01 MPa selon Duval et al. (1991).

Le mouvement des dislocations peut s'effectuer de plusieurs façons :

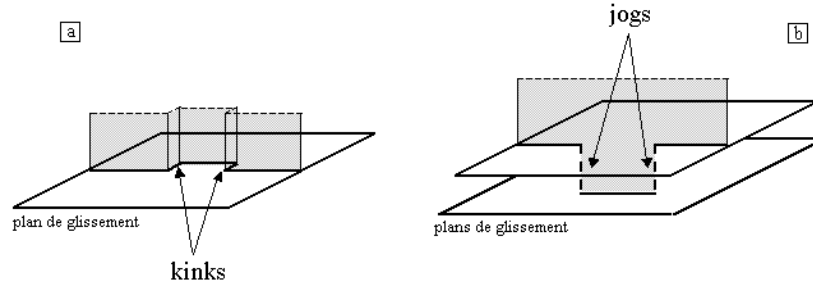


FIG. 1.8 – Représentation schématique d’une dislocation coin contenant (a) deux décrochements (kinks) et (b) deux crans (jogs) entre lesquels elle passe sur le plan de glissement voisin.

- Une dislocation peut glisser sur un plan dense du réseau cristallin. Le glissement est caractérisé par le vecteur de Burgers de la dislocation et son plan de glissement : c’est le système de glissement noté $\langle \vec{b} \rangle \{hkil\}$; en général la ligne avance par morceaux et la jonction entre deux parties droites de la ligne est un “décrochement” (kink) (Fig. 1.8a).
- La composante vis d’une dislocation peut changer de plan de glissement et glisser sur le plan d’une autre famille qui contient son vecteur de Burgers : c’est le glissement dévié ;
- A haute température une dislocation peut se déplacer hors de son plan de glissement, tout en restant dans le même système de glissement, par un procédé de diffusion des atomes initié par des lacunes dans le réseau : c’est le processus de montée. Cette montée de dislocations est en partie responsable de la déformation plastique à chaud des matériaux cristallins (Hull, 1975), mais comme le nombre de lacunes est faible dans la glace (Hondoh, 1992) la probabilité d’observer une montée de dislocations est minime. Les seules observations de montée de dislocations ont eu lieu lors de refroidissements notables (Hondoh, 1992). Si la ligne de dislocation ne monte pas entièrement le changement de plan atomique laisse deux courts segments appelés “crans” (jogs) (Fig. 1.8b).

Les expressions (1.1) et (1.3) concernent une dislocation stationnaire, c’est à dire immobile et en équilibre. Le déplacement d’une dislocation d’un vecteur de Burgers, pour passer d’une position d’équilibre à une autre, nécessite de franchir les barrières énergétiques de Peierls-Nabarro correspondant au déplacement (transitoire) des atomes qui l’entourent. La dislocation pourra donc bouger quand la cission résolue excède la contrainte de Peierls τ_p donnée par le modèle de Peierls-Nabarro (Hondoh, 2000).

$$\tau_p = 2 \frac{G}{1 - \nu} \exp - \frac{2\pi d}{(1 - \nu)b} \quad (1.6)$$

où G et ν sont le module de cisaillement et le coefficient de Poisson, b la longueur du vecteur de Burgers de la dislocation et d la distance inter-réticulaire de la famille de son plan de glissement.

Selon Hondoh (2000), pour une dislocation entière $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ dans la glace la contrainte de Peierls est de l’ordre de $\tau_p \simeq 0.01G$, soit $\approx 35\text{MPa}$, et la glace soumise à une telle contrainte se fracturerait sans déformation plastique. Cela signifie que le déplacement des dislocations pour des contraintes plus faibles nécessite l’activation thermique : la glace ne peut donc se déformer plastiquement qu’à haute température.

Hondoh (2000) définit la contrainte critique τ_c pour déplacer une dislocation comme celle nécessaire pour faire passer la dislocation d’une position d’épinglage à une autre : L étant la distance entre ces deux positions et b la longueur du vecteur de Burgers,

$$\tau_c \simeq \mu b / L \quad (1.7)$$

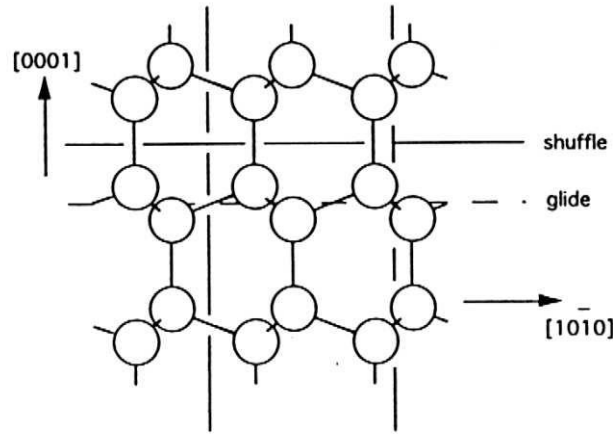


FIG. 1.9 – Projection du réseau des atomes d'oxygène de la glace sur le plan prismatique ($1\bar{2}10$). Cette projection montre le plan basal du shuffle set et celui du glide set (Petrenko and Whitworth, 1994).

Selon Hondoh (2000), les épinglages résultent de l'interaction entre les dislocations basales et les courts segments non basaux créés lors des dissociations. En adoptant des distances observées typiques de $L=1$ mm pour une dislocation basale et $L=0.01$ mm pour un segment non basal Hondoh (2000) conclut que τ_c devrait être de l'ordre de 10^{-3} MPa pour une dislocation basale et de 10^{-1} MPa pour une dislocation non basale. Le glissement basal est donc plus facile, et les systèmes de glissement préférentiels $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$, $\{0001\}$ sont ainsi à l'origine d'une forte anisotropie du comportement plastique du cristal de glace (Fukuda et al., 1987).

Il faut noter que l'énergie d'une dislocation de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ (cf. Fig. 1.10) est environ 4 fois plus grande que celles d'une dislocation $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et que la contrainte de Peierls τ_p est un ordre de grandeur plus grande (Hondoh, 2000). La probabilité de glissement de ce type de dislocation est donc très faible. Cependant, si on considère la distance entre points d'épinglages d'un segment non basal, de l'ordre de 0.01mm, la contrainte critique τ_c des dislocations $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ est du même ordre de grandeur que pour les $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Le système de glissement pyramidal, bien que difficile, pourrait donc être possible (Hondoh, 2000).

1.4.1 Dislocations glissant dans le plan de base

La Figure 1.9 montre une projection des atomes d'oxygène dans le plan ($1\bar{2}10$). Deux plans basaux de glissement sont mis en évidence par cette représentation schématique : le "glide set" et le "shuffle set". Le "shuffle set" fut dans un premier temps considéré comme le plan de glissement privilégié, mais c'est le "glide set" qui semble être le plan de glissement principal du fait de la dissociation dans ce plan des dislocations en deux partielles (Petrenko and Whitworth, 1994).

Des boucles prismatiques de vecteur de Burgers dans la direction $[0001]$ (colinéaire à l'axe \mathbf{c}) ont été observées dans le plan basal : elles sont créées par exemple lors de chocs thermiques dans les zones de faible densité de dislocations de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (Liu et al., 1992b; Jones, 1970; Higashi, 1988). Cependant leur déplacement par glissement n'a jamais été observé. L'expansion et la nucléation de nouvelles boucles de Burgers $[0001]$ sont dues à l'interaction des boucles pré-existantes avec des défauts ponctuels. Higashi (1988) et Hondoh (1992) ont également observé par topographie X des dislocations basales de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ qui seraient formées par la condensation de défauts

ponctuels.

Le glissement des dislocations n'est pas entièrement contrôlé par la barrière de Peierls et la vitesse des dislocations dans la glace semble également être contrôlée par le désordre protonique (Whitworth et al., 1976; Whitworth, 1982). La réorientation des molécules d'eau est accompagnée de la diffusion de défauts de Bjerrum de type D et L. Ce désordre protonique ne peut être surmonté sans l'assistance d'une agitation thermique.

Plusieurs études ont été réalisées pour déterminer la vitesse de déplacement des dislocations dans la glace en fonction de la température et de la cisssion résolue τ sur le plan de glissement (e.g. Fukuda et al., 1987; Shearwood and Whitworth, 1991; Okada et al., 1996, 1999; Jones and Glen, 1969).

La vitesse des dislocations est proportionnelle à la cisssion résolue τ

$$v_d = M\tau \quad (1.8)$$

où M est la mobilité.

Hondoh (2000) propose pour la mobilité M une relation de la forme

$$M = M_0 \exp -\frac{Q}{RT} \quad (1.9)$$

où T est la température et Q est l'énergie d'activation. Fukuda et al. (1987) ont trouvé $M_0 = 6.4 \text{ ms}^{-1}\text{Pa}^{-1}$ et $Q \approx 60 \text{ kJ mol}^{-1}$ pour les dislocations $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ courbes ou droites, dans la gamme $-69^\circ\text{C} < T < -1.6^\circ\text{C}$ et $0.02 < \tau < 0.6 \text{ MPa}$. Cependant les valeurs de M_0 dans (1.9) peuvent différer de plusieurs ordres de grandeur selon les auteurs car elles sont très sensibles à la valeur adoptée pour Q . Pour avoir une vue plus claire il est préférable de ré-écrire (1.9) sous la forme

$$M = M_{-20} \exp \left(\frac{Q}{R} \left(\frac{1}{T_{-20}} - \frac{1}{T} \right) \right) \quad (1.10)$$

où M_{-20} est la mobilité à -20°C .

La compilation de Hondoh (2000) montre que la mobilité et l'énergie d'activation sont très dépendantes de la nature de la dislocation considérée : pour les dislocations vis basales $M_{-20} = 1.3 \text{ } \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ et $Q \approx 73 \text{ kJ mol}^{-1}$; pour les 60° $M_{-20} = 2.6 \text{ } \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ et $Q \approx 66.6 \text{ kJ mol}^{-1}$. Selon Hondoh (2000) les valeurs données par Fukuda et al. (1987) ($M_{-20} = 2.9 \text{ } \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ et $Q \approx 60 \text{ kJ mol}^{-1}$) ne concerneraient que les dislocations courbes. Les énergies d'activation trouvées par Shearwood and Whitworth (1991) sont systématiquement supérieures à celles données par Hondoh (2000) (92 et 84 kJ mol^{-1} pour les vis basales et les 60° , respectivement) mais les mobilités mesurées à -20°C sont comparables ($M_{-20} = 1$ et $2 \text{ } \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ pour les vis basales et les 60° , respectivement).

Les dislocations 60° se déplacent deux fois plus vite que les vis dans les mêmes conditions. Selon Hondoh (2000) la mobilité des dislocations dans la glace peut être décrite par un modèle de diffusion des décrochements. La différence d'énergie d'activation peut alors être expliquée par les contributions respectives des énergies de formation et de migration des décrochements. Pour les lignes présentant une courbure, donc une densité de décrochement pré-existante, seule l'énergie de migration intervient. Pour les vis et les 60° il faut créer des décrochements et la différence provient du fait que les énergies de formation de décrochements sur les partielles sont différentes.

Lorsque la température approche le point de fusion, on observe une forte augmentation de la vitesse des dislocations qui, selon Okada et al. (1996), pourrait être due à un changement du rayon de courbure des dislocations.

1.4.2 Les dislocations glissant hors du plan de base

Les dislocations non basales ont été largement étudiées cependant l'interprétation de leur participation à la déformation viscoplastique n'est pas parfaitement élucidée. Les dislocations de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ peuvent théoriquement glisser sur des plans non basaux contenant ce vecteur, comme les plans $\{01\bar{1}0\}$ ou $\{01\bar{1}1\}$ (Hondoh, 2000).

Des études par topographie X menées par Shearwood and Whitworth (1989) ont montré qu'une compression selon la direction $[1\bar{1}00]$ (donc sans cisssion résolue dans le plan de base) entraîne la nucléation de dislocations basales de vecteur de Burgers $(1/3)[\bar{1}210]$ et $(1/3)[\bar{2}110]$. Leurs composantes coin $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ glissent facilement dans des plans prismatiques ou pyramidaux contenant leurs vecteurs de Burgers (Fig. 1.6). Ces dislocations coins glissent à des vitesses entre $4.3 \mu\text{ms}^{-1}$ et $20 \mu\text{ms}^{-1}$ pour une contrainte appliquée de 0.45 MPa à -15°C (Shearwood and Whitworth, 1989), comparables à celles mesurées par Hondoh et al. (1990) pour le système $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle, \{1\bar{1}00\}$. Dans sa compilation Hondoh (2000) donne une mobilité M_{-20} dans (1.10) de $14.5 \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ et une énergie d'activation $Q \approx 59 \text{ kJ mol}^{-1}$. Shearwood and Whitworth (1991) trouvent une mobilité M_{-20} de $22 \mu\text{ms}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ et une énergie d'activation légèrement supérieure ($Q \approx 61 \text{ kJ mol}^{-1}$). La mobilité des dislocations coins non basales est donc nettement supérieure à celle des dislocations vis basales.

Des observations de figures d'attaque (Wei and Dempsey, 1994; Levi et al., 1964) ont mis en évidence des dislocations vis de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ qui selon ces auteurs pourraient contribuer à la déformation dans la direction de l'axe c . Les systèmes de glissement seraient alors selon Wei and Dempsey (1994) $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle, \{10\bar{1}1\}$, $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle, \{10\bar{1}0\}$, et éventuellement $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle, \{11\bar{2}2\}$ moins probable, et selon Levi et al. (1964), $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle, \{2\bar{4}21\}$.

A haute température les dislocations $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et non basales $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ interagissent et contribuent à l'anisotropie plastique du cristal. Le glissement des dislocations $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ doit être freiné par leurs interactions avec les forêts des dislocations $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Néanmoins, selon la littérature, aucun mouvement de dislocations de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ n'a été observé directement. De plus, comme l'indiquent Liu et Baker (Liu et al., 1995), les figures d'attaque ne reflètent pas forcément ce qui se passe au sein du cristal puisque les dislocations sont fortement sensibles aux forces images qui permettent d'annuler le vecteur contrainte sur la surface libre.

Des essais en topographie X ont également mis en évidence des dislocations coin non basales de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui se situent au niveau des joints de grains ou des surfaces libres. Elles sont initiées par la force de réaction (force image) de la surface libre activée par l'émergence de dislocations basales (Fukuda et al., 1987; Liu et al., 1992b) : quand une dislocation vis basale $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ intercepte la surface, elle se courbe et forme par diffusion un segment coin non basal qui peut glisser sur un plan prismatique.

Le glissement des dislocations vis basales hors du plan de base est difficile du fait de leur nature dissociée dans le plan basal. De plus, le glissement dévié qui permet à deux dislocations de signes opposés de s'annihiler quand elles glissent dans des plans parallèles n'a jamais été observé expérimentalement dans la plage de température $-20 - -10^\circ\text{C}$ (Ahmad and Withworth, 1988).

Hondoh (2000) a proposé une schématisation de certains systèmes de glissement dans la glace illustrée sur la Figure 1.10. Les dislocations basales permettent un glissement macroscopique du cristal (partie a) de la Figure 1.10). Bien qu'il soit difficile de produire un glissement macroscopique par activation de système non basaux (Duval et al., 1983), les dislocations non basales sont à l'origine d'une déformation localisée (partie b et c de

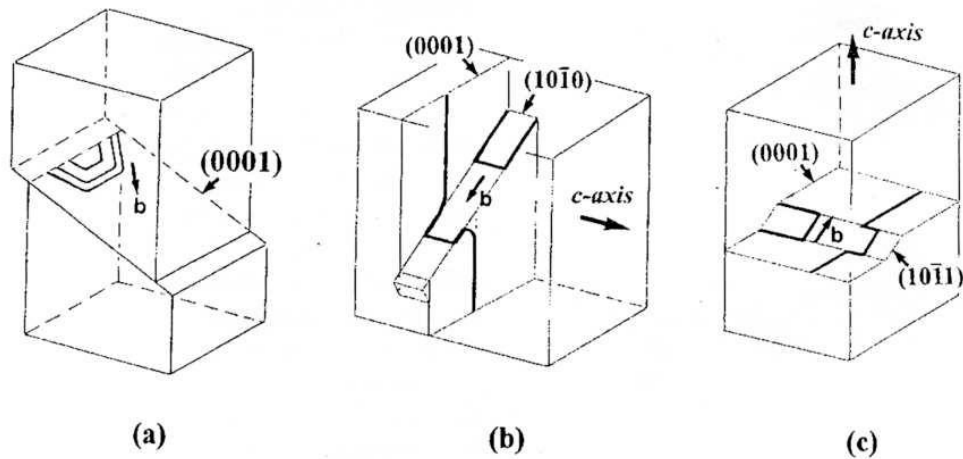


FIG. 1.10 – Déformation de cristaux de glace par glissement de dislocations lors de l'application d'une force verticale. Déformation par glissement de dislocations a) basales de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$; b) prismatiques de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$; c) pyramidales de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Les formes caractéristiques des marches obtenues en surface sont visibles en a) et b) ; (Hondoh, 2000).

la Figure 1.10). Ainsi, bien que participant peu à la déformation globale, elles peuvent permettre des relaxations locales du champ de contrainte.

1.4.3 Génération, multiplication et arrangement des dislocations

1.4.3.1 Processus observés dans les monocristaux

Les premières observations de source de dislocations dans la glace ont été réalisées en 1986 par topographie X sous rayonnement synchrotron (Ahmad et al., 1986). Ces auteurs ont observé l'activation de sources de type Frank Read émettant des boucles glissant sur des plans basaux proches lorsqu'une contrainte macroscopique donnant une cisssion résolue dans le plan de base de 0.16 MPa était appliquée sur des monocristaux maintenus à -20°C (Fig. 1.11). Cependant ce mécanisme ne semble mis en jeu que dans le cas où la cisssion résolue sur le plan prismatique est nulle (Ahmad et al., 1992) ou lorsqu'une partie d'un segment de dislocation est épinglée.

Un autre mécanisme de multiplication des dislocations dans les monocristaux a été proposé par Shearwood and Whitworth (1989) et Ahmad et al. (1992). Il est basé sur le déplacement rapide, hors du plan de base, de courts segments coins de vecteurs de Burgers $(1/3)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ générant de longs segments vis qui glissent dans le plan de base (cf. Fig. 1.12, et Fig. 1.6, repères C et D). Le déplacement du segment coin entraîne ainsi derrière lui deux dislocations vis de vecteur de Burgers identiques qui se propagent dans deux plans basaux plus ou moins proches selon la longueur du segment coin. Ce mécanisme est prépondérant pour la production de dislocations dans le cas de monocristaux. De plus, lorsqu'un segment coin intercepte une surface libre, il peut être à l'origine de la création d'un ensemble de boucles de dislocations glissant dans des plans de base qui interceptent le plan de glissement du segment coin (Shearwood and Whitworth, 1993; Fukuda et al., 1987). Les systèmes de glissement non-basaux permettent ainsi aux dislocations basales de se multiplier.

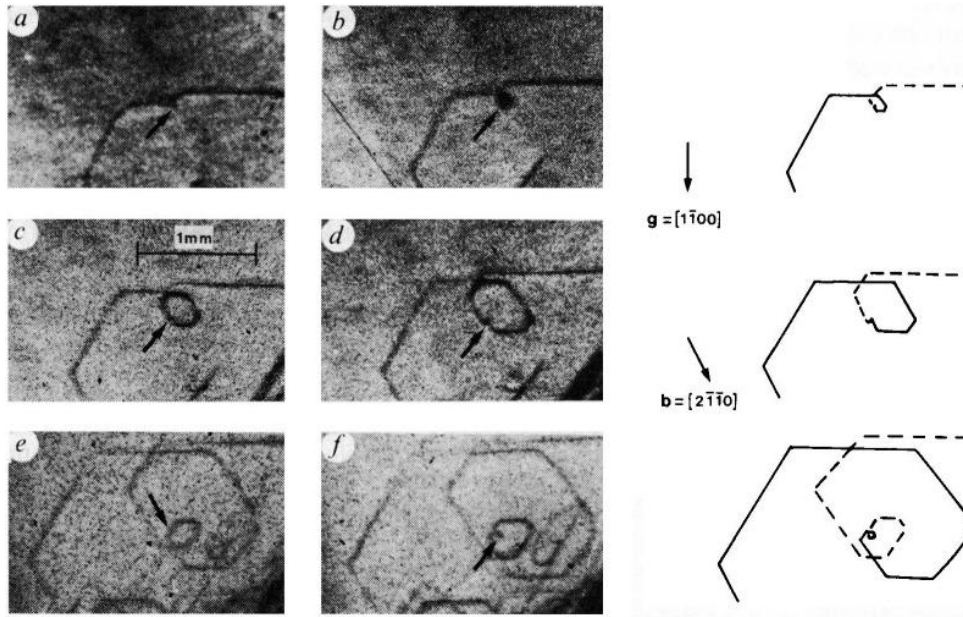


FIG. 1.11 – Six topogrammes du plan prismatique ($1\bar{1}00$) d'un cristal de glace montrant les différentes étapes de l'évolution d'une source de dislocation de type Frank Read. Les représentations à droite schématisent les topogrammes b, d et f, les lignes pleines et en pointillés schématisent les parties de boucle glissant dans différents plans de base séparés de quelques distances inter-réticulaires (d'après Ahmad et al. (1986)).

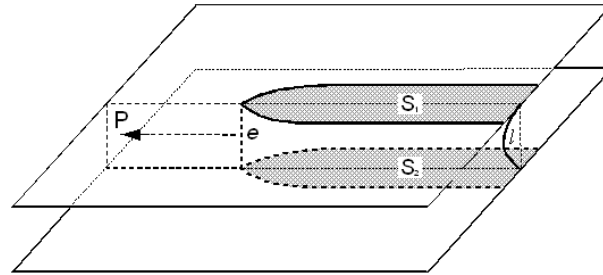


FIG. 1.12 – Formation d'un dipôle de dislocations vis basales. Ce dipôle est obtenu lors du glissement d'une dislocation coin (ligne l) sur un plan prismatique (P). Ce mouvement entraîne l'expansion de dislocations vis glissant sur les plans basaux $S1$ et $S2$ séparés de la distance e .

1.4.3.2 Processus observés dans les polycristaux

Dans le cas de polycristaux les mécanismes de multiplication des dislocations sont moins bien documentés.

Les observations par topographie X de Liu et al. (1993) ont révélé la génération de dislocations au joint de grains dans un bi-cristal dont les axes c sont parallèles à la direction de compression. Les joints de grains n'étant en général pas rectilignes mais composés d'une succession de plans et de micro-marches, l'application d'une contrainte extérieure entraîne des concentrations de contrainte au niveau de ces marches que la génération de dislocations relaxe. Les dislocations ainsi créées au joint glissent ensuite dans le plan de base sous forme de boucles semi-hexagonales. Les segments droits de vecteur de Burgers $(1/3) < 2\bar{1}\bar{1}0 >$ sont soit vis, soit des segments à 60° (Fig. 1.13). La création de ces boucles semble très dépendante des orientations relatives du plan de base et du plan du joint de grains par rapport à la direction de compression (Liu et al., 1993). Aucune augmentation de la concentration de contrainte au joint, par exemple à l'aide d'absorption ou d'empilement de dislocations, n'est nécessaire pour la création de boucles

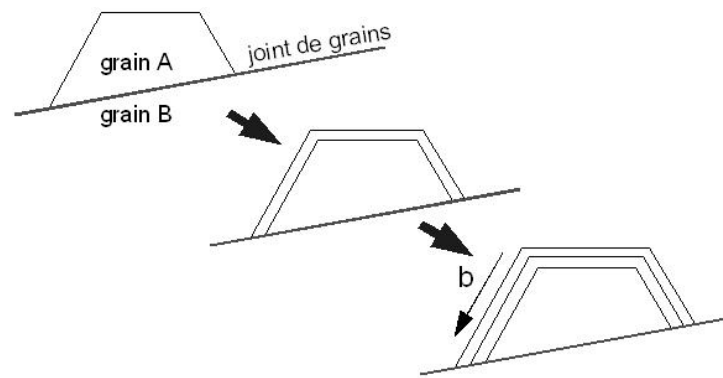


FIG. 1.13 – Création de dislocations par formation de boucles semi-hexagonales au joint de grains. Les boucles créées pour relaxer la concentration de contrainte au joint se déplacent dans le plan de base du grain A. Leurs lignes sont soit vis soit 60° et la source se situe au centre des boucles (Mansuy, 2001).

semi-hexagonales.

Quand un équilibre est atteint entre le champ de contrainte interne, externe, les forces images et le champ de contrainte propre à la boucle de dislocation, cette dernière devient courbe (Fig. 2.5, Chapitre 2). Lorsque la boucle semi-hexagonale est en mouvement hors-équilibre elle redevient anguleuse (Liu et al., 1993; Baker, 2003).

1.5 Joints de grains

Nous ne considérerons ici que les joints de grains dans la glace polycristalline constituée de cristaux de glace pure, c'est-à-dire exempte d'impuretés qui pourraient conduire à des phénomènes de ségrégation, diffusion de ces impuretés au joint et autres mécanismes n'entrant pas dans le cadre de cette étude.

Lorsque les deux grains situés de part et d'autre du joint sont faiblement désorientés l'un par rapport à l'autre, ou quand un grain présente un sous joint, on parle de joint de grains faiblement désorienté. Dans le cas d'un sous-joint, celui-ci est formé de dislocations organisées. Dans les autres cas la formation d'un joint de faible énergie requiert que les deux réseaux adjacents présentent un certain nombre de sites en coïncidence. Le modèle CSL ("coïncidence-site-lattice") a été étudié pour quelques configurations de joints de grains dans la glace par Higashi (1978). Des exemples tirés de la littérature sont reportés par Petrenko and Whitworth (1994).

Sous certaines conditions (température, contrainte...), la vitesse de migration d'un sous-joint de grains peut être considérée comme étant du même ordre de grandeur que celle observée pour les dislocations seules (Higashi, 1978; Petrenko and Whitworth, 1994).

L'interpénétration de deux grains sur un plan à haute densité de sites en coïncidence implique une faible possibilité de migration du joint (Higashi, 1978).

Hondoh and Higashi (1983) ont étudié l'évolution de joints de grains fortement désorientés (désorientation de $10-15^\circ$ entre les deux grains), facettés et avec une coïncidence de sites faible, en soumettant des bi-cristaux (collés artificiellement) à une compression. Leur étude montre que les dislocations sont générées au joint de grains lorsque celui-ci est soumis à une contrainte de cisaillement (lorsque le plan du joint de grains est incliné par rapport à la direction de compression) mais que lorsque le plan du joint est parallèle à la direction de compression il y a absorption des dislocations. D'autres observations in-situ en topographie X montrent qu'un joint fortement désorienté et facetté est le lieu de création de dislocations dans les premiers stades de la déformation puis devient par la suite

un obstacle fort à leur transmission (Liu et al., 1993, 1995). Les dislocations sont générées à la fois à l'intérieur du joint lui même ou bien à l'intersection du joint avec la surface libre et quelquefois au sein du cristal par déplacement de segments coins. L'observation de la nucléation de dislocations au joint reste difficilement interprétable pour une charge appliquée excédant 0.1 MPa car le joint de grains se déforme et le champ de contrainte local obscurcit le topogramme. Cependant, l'analyse des clichés en cours de chargement ($<0.1\text{MPa}$) révèle des absorptions et empilements au joint. Les dislocations empilées reviennent dans leur position d'origine après décharge. La création de boucles non basales sous forme de boucles appartenant aux systèmes de glissement $(1/3) < \bar{1}210 >$, $\{10\bar{1}1\}$ ou $(1/3) < \bar{1}210 >$, $\{10\bar{1}2\}$ a aussi été observée, mais ces dislocations participent peu à la déformation viscoplastique. Selon Liu et al. (1995), aucune orientation du joint de grains par rapport à l'axe de compression ne favorise la nucléation de dislocations et l'accommodation de la déformation, à haute température, se fait par glissements locaux aux joints, au niveau des facettes. La différence d'orientation des deux grains adjacents implique un champ de contrainte hétérogène au niveau du joint de grains, et cette hétérogénéité est amplifiée localement au niveau des facettes. Selon Liu et al. (1995) la transmission des dislocations n'est alors possible que lorsque les plans de bases des deux grains sont parallèles ; dans les autres cas Liu et al. (1995) considèrent le joint de grains comme un obstacle au passage des dislocations.

Une conclusion forte de ces observations en topographie X de la déformation d'un bicristal en compression est que la zone près des joints se déforme toujours avant l'intérieur du grain lui même, quels que soient la désorientation entre les grains, le nombre d'atomes en coïncidence de sites, ou le facettagage du joint (Liu et al., 1993, 1995). L'intérieur du grain subit quant à lui une contrainte de cisaillement comparativement plus homogène.

La transmission des dislocations au travers de joints de grains non facettés et sans glissement intergranulaire a été observée par Jia et al. (1996). La présence d'une dislocation près d'un côté du joint de grains entraînait l'émergence de dislocations de l'autre côté sans qu'il soit possible de déterminer si il y avait nucléation de dislocations à cause de la contrainte locale liée à la présence de la dislocation près du joint ou si il y avait purement transmission de la dislocation. Leur étude était réalisée dans des conditions spéciales où le glissement basal était facile dans les deux grains, le plan du joint de grains était parallèle à la direction de compression, le joint n'était pas facetté et l'angle entre les plan basaux et le joint était faible (11° pour les deux grains). Jia et al. (1996) en concluent que la transmission ne peut exister que dans ce cas très particulier et que de manière générale elle n'apparaît pas.

D'après Liu et al. (1993) il existe trois possibilités pour maintenir les compatibilités au travers d'un joint de grains. La première est qu'il n'y a aucun glissement de dislocations possible au travers du joint, dans ce cas l'intérieur du grain se déforme avant la zone près du joint de grains. La seconde possibilité est une transmission directe du glissement au travers du joint. Dans ce cas, le vecteur de Burgers des dislocations doit être le même de chaque côté du grain. La troisième possibilité, et probablement la plus courante, est la transmission du glissement au travers du joint par une dissociation de la dislocation à l'intérieur du joint, ce qui laisse une dislocation résiduelle dans le joint. Pour le troisième cas, les observations montrent que la mobilité de la dislocation dans un grain est stoppée près du joint et que la contrainte ainsi créée permet d'activer des sources émettant des dislocations dans le grain adjacent. Ceci est en accord avec les transmissions observées dans les autres matériaux (Priester, 2006, page 273).

Le glissement au joint dans le cas de deux cristaux de glace fortement désorientés (bicristal) dépend de l'orientation relative des deux cristaux et ne semble pas apparaître de façon systématique (Ignat and Frost, 1987). Ce phénomène demeure controversé mais

aucun essai expérimental ne le met en évidence de façon probante.

Les interactions entre dislocations et joints de grain sont encore plus complexes quand la recristallisation entre en jeu. La recristallisation est un phénomène de germination d'un nouveau grain qui permet la diminution des champs de contrainte locaux et des énergies mises en jeu lors de la croissance ou lors d'une sollicitation mécanique ou thermique. L'accumulation de dislocations lors d'une déformation hétérogène peut former un sous-grain dont la rotation progressive en cours de déformation fait évoluer le sous-joint en joint de grains : c'est la recristallisation par rotation ou polygonisation (Poirier and Nicolas, 1975; Guillope and Poirier, 1979; Mansuy et al., 2002). Les nouveaux grains formés ont tout de même une structure interne et une orientation proche du grain parents. Un deuxième type de recristallisation, appelé recristallisation discontinue, a lieu à haute température par migration rapide d'un joint de grains entre deux grains, l'un fortement déformé et l'autre faiblement. Ce processus entraîne la nucléation de nouveaux grains, qui grossissent rapidement du fait de leur faible énergie de déformation, généralement au niveau du joint de grains fortement désorienté selon Montagnat-Rentier (2001).

1.6 Conclusion

Le cristal de glace se déforme plastiquement à haute température par glissement de défauts linéaires perturbant la structure cristallographique : ce sont principalement des dislocations de Burgers $(1/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$ qui se déplacent sur le plan de base. Les quelques systèmes de glissement actifs hors du plan de base participent peu à la déformation globale mais permettent des relaxations locales de la contrainte et la création de dislocations basales. La forte anisotropie plastique qui en résulte peut générer de fortes incompatibilités de déformation entre les grains d'un polycristal et les joints de grains sont alors le siège de fortes perturbations liées aux concentrations de contrainte locales. Ces perturbations engendrent par exemple la création de boucles de dislocations semi-hexagonales glissant sur le plan de base, ou la transmission des dislocations entre deux grains lorsque le joint de grains fait obstacle au franchissement des dislocations.

A ce stade, il est un point qui demeure peu ou pas étudié et qui paraît pourtant essentiel dans la glace polycristalline : le point triple. On pressent que les phénomènes décrits plus hauts y sont bien plus complexes.

CHAPITRE 2

MÉTHODES DE CARACTÉRISATION D'ÉCHANTILLONS CRISTALLINS

2.1 Introduction

2.1.1 Les différentes techniques de caractérisation

Les méthodes d'observation et d'analyse de la structure de matériaux cristallins sont nombreuses et présentent toutes des avantages et des limitations.

2.1.1.1 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions entre électrons et matière (Fig. 2.1). Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet des électrons et un rayonnement électromagnétique.

Nous décrivons ici quelques détecteurs permettant d'analyser les électrons réémis et de reconstruire une image de la surface de la glace :

- Les MEB conventionnels sont basés sur l'émission d'électrons secondaires (Fig. 2.1a). Un faisceau d'électrons primaires balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse à l'excitation atomique, réémet des électrons secondaires faiblement liés à l'atome et donc de plus basse énergie. Ces électrons secondaires vont être accélérés et amplifiés sur un détecteur. A chaque point d'impact sur le détecteur correspond ainsi un signal électrique dont l'intensité dépend de la nature de l'échantillon ainsi que de sa topographie (Fig. 2.2). On peut ainsi obtenir une cartographie de la surface de la zone balayée. Les détecteurs les plus classiques permettent d'atteindre une résolution de l'ordre de $20 \times 10^{-9}\text{m}$.

- La méthode EBSD (pour Electron BackScatter Diffraction en anglais) utilise quant à elle la diffraction des électrons rétrodiffusés (Fig. 2.1b). Ces électrons sont réémis avec une faible perte d'énergie et peuvent provenir d'une plus grande profondeur sous la surface de l'échantillon. Les électrons émis sont diffractés selon la loi de Bragg en formant un cône de diffraction dont l'intersection avec le détecteur forme une ligne de Kikuchi (Fig. 2.3 a). L'interprétation des lignes de Kikuchi permet de déterminer la structure cristallographique des grains et sous-grains d'un polycristal sur quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur (Fig. 2.3 b). La résolution spatiale du microscope à électrons rétrodiffusés est d'environ $100 \times 10^{-9}\text{m}$.

2.1.1.2 Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET ou TEM en anglais pour Transmission Electronic Microscopy) est une technique basée sur la diffraction des électrons (voir e.g. Willaime, 1987). Elle consiste à placer un échantillon suffisamment fin sur le trajet d'un faisceau d'électrons et à visualiser, sur un détecteur, une projection en deux dimensions de la structure tri-dimensionnelle d'un matériau cristallin (Fig. 2.4). La résolution est alors attractive puisqu'elle va jusqu'au nanomètre. Elle permet l'observation de l'organisation des atomes (dislocations et fautes d'empilement) et de l'orientation des cristaux.

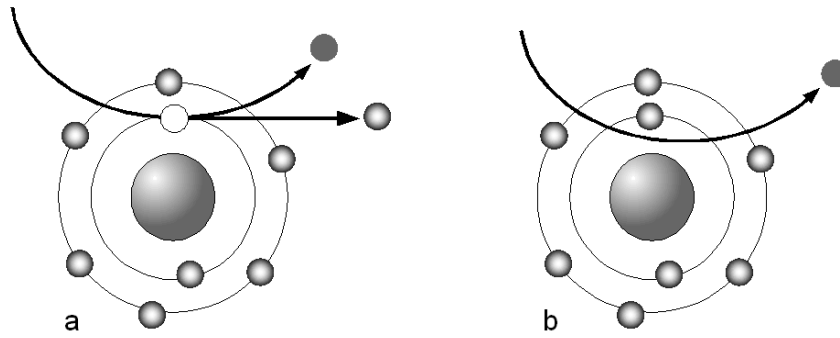


FIG. 2.1 – *Emission d'électron produite en réaction à un faisceau incident d'électrons : a) secondaire ; b) rétrodiffusé.*

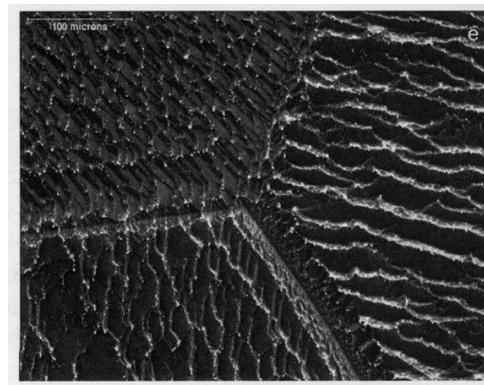


FIG. 2.2 – *Visualisation de la topographie d'un tricristal de glace par MEB d'après Obbard et al. (2006).*

2.1.1.3 Topographie aux rayons X

La topographie aux rayons X est, comme la méthode MET, une projection bidimensionnelle d'une structure tridimensionnelle d'un matériau.

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique de même nature que la lumière couvrant une plage de longueurs d'onde comprise approximativement entre 5 picomètres et 10 nanomètres. L'énergie de ces photons va de quelques eV à plusieurs centaines de keV. Lorsque l'on irradie de la matière avec un faisceau de photons X, une partie du faisceau est absorbée, une autre est diffusée en conservant la longueur d'onde. L'énergie diffusée est très variable selon que les ondes diffusées interfèrent de façon constructive (c'est à dire sans déphasage modulo 2π entre les ondes), donnant lieu aux ondes diffractées, ou pas. La radiocristallographie est l'analyse de la distribution spatiale des intensités diffractées (ou plus simplement l'analyse des figures de diffraction). Elle apporte des renseignements sur la nature cristallographique du matériau irradié. De façon générale, l'utilisation de rayonnement X présente l'avantage d'être non destructif et d'une mise en oeuvre relativement facile. Un échantillon pouvant aller jusqu'à quelques millimètres d'épaisseur est placé sur le trajet d'un faisceau incident de rayons X. Dans sa traversée le faisceau incident diffracte en plusieurs faisceaux liés à la nature cristalline du matériau. La résolution est de l'ordre du micromètre, ce qui permet d'imager les champs de distorsions créés par les dislocations et défauts structuraux (Fig. 2.5). Cette méthode sera développée dans la suite du chapitre.

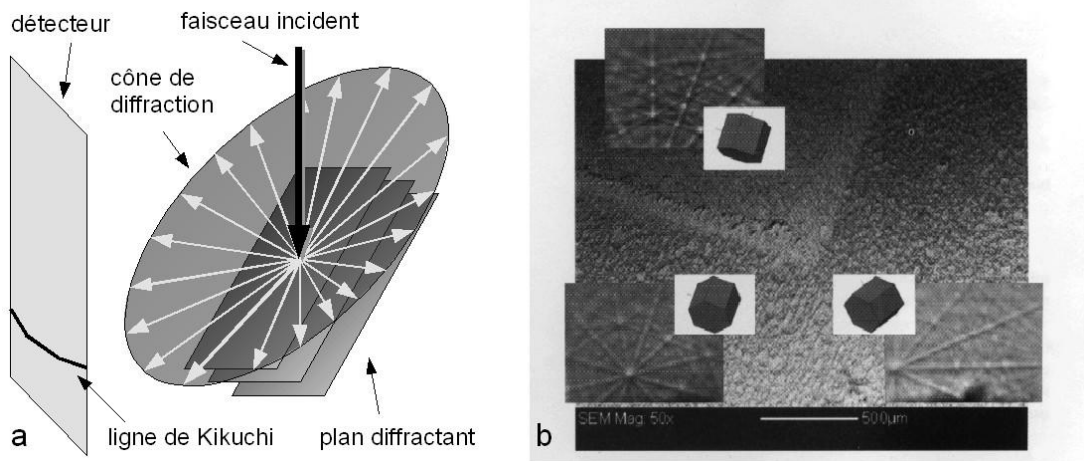


FIG. 2.3 – a) Formation des lignes de Kikuchi; b) visualisation de l'orientation par la méthode EBSD de l'orientation de trois grains d'un polycristal de glace de la carotte de Vostok (Antarctique); la figure placée en fond des trois images montrant les lignes de Kikuchi a été obtenue par MEB, d'après Obbard et al. (2006).

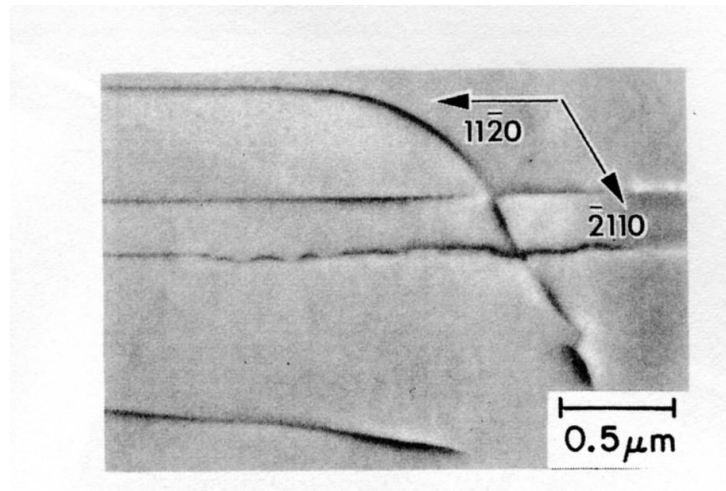


FIG. 2.4 – Plan de base observé par microscopie électronique en transmission. Les lignes observées sont des dislocations basales de type $(a/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$, d'après Falls et al. (1983).

2.1.1.4 Attaque chimique

L'attaque chimique (etching en anglais) est une technique consistant à attaquer la surface du matériau avec une solution corrosive pour obtenir une figure d'attaque. Au point d'intersection d'une dislocation avec la surface attaquée il y a formation d'une cavité (Fig. 2.6). Les figures observées sont uniquement surfaciques et il est donc impossible d'obtenir une information sur les défauts structuraux en volume.

2.1.2 Application de ces méthodes à la glace

Plusieurs de ces méthodes ont été utilisées pour observer les dislocations dans la glace. Baker (1997, 2003) a mis en évidence les désavantages des figures d'attaque et de la microscopie électronique en transmission (MET). **Les figures d'attaque**, obtenues par sublimation d'échantillons, ont été utilisées pour estimer des densités de dislocations et argumenter sur leur rôle dans la déformation viscoplastique de la glace. Cette technique reste néanmoins limitée au rôle des dislocations non-basales dans les mécanismes d'accom-

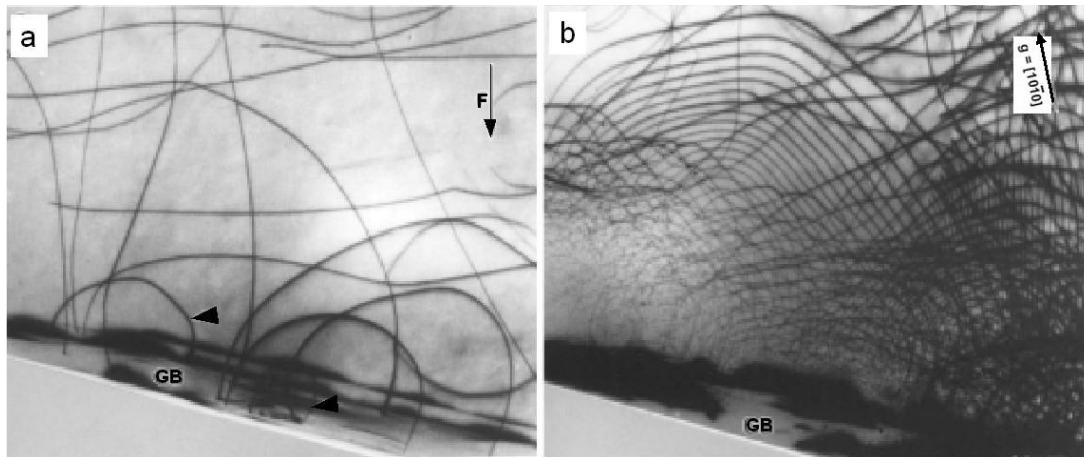


FIG. 2.5 – Topogramme du plan prismatique d'un polycristal de glace ($T = -10^\circ\text{C}$) illuminé en lumière monochromatique soumis à un chargement dans la direction F , d'après Baker (2003). a) Avant chargement les boucles sont courbes ; b) Après mise sous charge, on observe une création importante de boucles semi-hexagonales émises depuis le joint de grains. La concentration de contrainte élevée au joint de grains est imagée par une zone noire.

modation puisque les dislocations basales, qui jouent un rôle principal dans la déformation sont difficilement observables (Sinha, 1978). De plus les arrangements complexes de dislocations sont également difficilement interprétables et la limite supérieure de densité quantifiable est d'environ 10^{11}m.m^{-3} . Enfin, comme cela a été dit plus haut, l'étude en volume des matériaux n'est pas possible. Pour la **microscopie électronique en transmission** les désavantages sont également multiples. D'une part il est difficile de transférer les échantillons de glace sur le MET et d'éviter leur sublimation, causée par l'application du vide, ou bien la formation de givre. D'autre part, l'épaisseur d'échantillon mesurable par le TEM est de l'ordre du micromètre, finesse difficile à obtenir pour la glace. La glace étant très absorbante pour un faisceau d'électrons, il faudrait réduire encore cette épaisseur jusqu'à celle de la couche quasi liquide (Louchet, communication verbale). A défaut on pourrait utiliser un faisceau à plus haute énergie mais cela perturberait la structure atomique. Dans des conditions normales la structure de la glace peut être endommagée par le faisceau d'électrons (Falls et al., 1983) et aucune étude de la déformation in-situ n'a pu être réalisée à ce jour.

Quant aux méthodes de **microscopie électronique à balayage** EBSD et MEB conventionnelle, leur principal désavantage est qu'elles ne sont pas adaptées à notre étude puisque elles ne permettent qu'une analyse en surface des échantillons et ne donnent pas accès à l'étude de l'évolution de la microstructure dans le volume de l'échantillon. D'autre part, l'ensemble du système étant sous vide, sublimation et problème de givre risquent d'être présents comme pour la MET.

La **topographie aux rayons X** a été choisie pour cette étude car les avantages de cette technique pour l'observation de dislocations sont multiples (Baker, 1997). Tout d'abord, au vu de son faible poids atomique, la glace présente un faible coefficient d'absorption (Lliboutry, 1964) ce qui la rend quasi-transparente aux rayons X. Ensuite, il est possible de faire croître des cristaux d'une qualité telle que les dislocations individuelles et leur organisation sous faible contrainte sont observables. Il faut cependant noter que l'utilisation de sources conventionnelles de laboratoire rend l'interprétation de l'évolution de l'arrangement des dislocations en cours de déformation difficilement interprétable. En effet le temps d'exposition d'un cliché avec une source conventionnelle est de l'ordre de 10 minutes, ce qui donne le temps à la microstructure d'évoluer pendant chaque enregistrement.

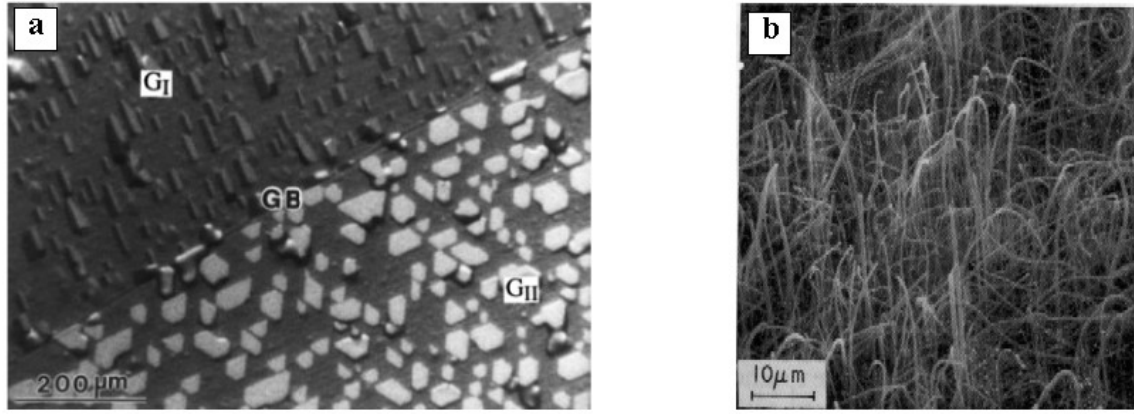


FIG. 2.6 – a) Figures d'attaque de dislocations non-basales dans la glace sur deux grains séparés par un joint de grains (GB), d'après Baker (2003). L'interprétation des figures obtenues est détaillée dans Hobbs (1974). b) Observation par MEB de la réplique d'une forêt de dislocations basales obtenue après attaque chimique, d'après Sinha (1978). Les longues lignes représentent les lignes de dislocations basales interceptant le plan (1120) .

L'utilisation d'une source synchrotron permet d'éviter ce problème. Un seul désavantage de cette technique est la résolution plus faible qu'en MET, ce qui implique que les cristaux doivent présenter une très faible densité de dislocations, inférieure à 10^9m.m^{-3} .

Dans la suite nous détaillerons les deux techniques que nous avons utilisées pour accéder à l'évolution de la microstructure sous contrainte : la topographie sous rayonnement synchrotron et l'utilisation d'une source de laboratoire à haute énergie.

2.2 Principe de la topographie aux rayons X

La topographie aux rayons X est une technique d'imagerie basée sur la diffraction qui permet de visualiser une carte bidimensionnelle (topogramme) de l'intensité du faisceau diffracté par le cristal. Cette carte permet d'imager les défauts cristallins contenus dans le volume de l'échantillon à partir de la distribution non homogène de l'intensité diffractée affectée par les distorsions du réseau cristallin.

2.2.1 La diffraction des rayons X

Lorsqu'une onde de longueur d'onde λ arrive sur les atomes d'un plan de distance inter-réticulaire d , deux cas peuvent se produire : soit l'interférence est constructive et l'intensité diffractée peut alors être récupérée sur un détecteur, soit les ondes diffusées sont en opposition de phase et l'intensité diffractée est nulle.

2.2.2 Loi de Bragg

La loi fondamentale de la diffraction qui relie la distance inter-réticulaire d'une famille de plans cristallins, à la longueur d'onde λ est la loi de Bragg (Fig. 2.7) :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2.1)$$

où

- d_{hkl} est la distance inter-réticulaire entre les plans $\{hkl\}$
- θ est l'angle du faisceau incident (et du faisceau diffracté) avec le plan diffractant : c'est l'angle de diffraction ou angle de Bragg ;

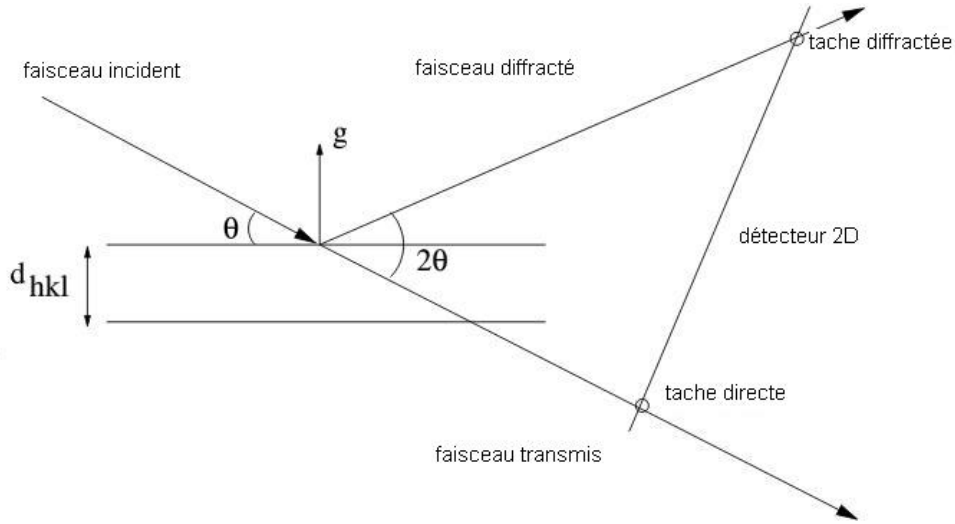


FIG. 2.7 – Diffraction en transmission d'un plan cristallographique quelconque.

- λ est la longueur d'onde du rayonnement ;
- n le numéro d'harmonique de l'onde.

Dans cette étude, nous nous intéresserons uniquement à la diffraction en transmission. Dans ce cas le schéma de la Figure 2.7 permet d'établir la relation :

$$\tan 2\theta = \frac{TA}{FE} \quad (2.2)$$

où TA est la distance tache directe – tache diffractée et FE est la distance détecteur – échantillon.

2.2.3 Règles d'extinction

L'intensité diffractée par le cristal est proportionnelle au carré du module du facteur de structure qui rend compte de la position des atomes dans une famille de plans cristallographiques. Lorsque l'intensité du facteur de structure est nulle, l'intensité diffractée est nulle et il y a "extinction". Ainsi selon l'arrangement des atomes dans un cristal parfait et la famille de plans considérée le rayonnement peut être ou ne pas être diffracté.

Dans le système hexagonal un plan cristallin est défini par ses quatre indices de Miller ($hkil$). Les calculs d'annulation de l'intensité du facteur de structure F_{hkil} (voir Annexe II) permettent de définir des critères d'extinction dans la cas de la glace :

$$(l = 2n + 1 \text{ et } h - k = 3n) \quad \text{ou} \quad (l = 4(2n + 1)) \quad (2.3)$$

Il n'y aura, par exemple, pas de diffraction visible pour les plans (0001), tandis que les plans (0002), pourtant de même nature cristallographique, ne seront pas éteints. (voir Annexe II).

Pour plus de commodités, on préfère parfois parler des conditions de visibilité des plans ($hkil$)

$$(l = 2n + 1 \text{ et } (h - k = 3n + 1 \text{ ou } h - k = 3n + 2)) \quad \text{et} \quad (l = 2(2n + 1) \text{ ou } l = 8n) \quad (2.4)$$

Noter que la condition d'extinction (l multiple impair de 4) vient en supplément des règles données habituellement pour $P6_3/mmc$ dans la littérature (Hahn, 1989), cependant elle ne concerne que des plans d'indice élevé.

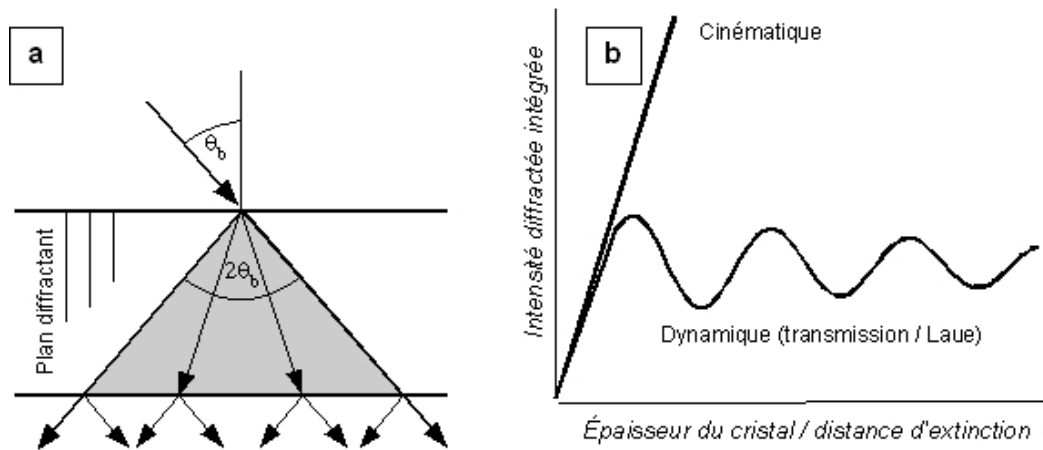


FIG. 2.8 – a) Propagation des champs d'onde dans un cristal parfait à l'intérieur du triangle de Borrmann (grisé); b) Intensité diffractée intégrée pour un cristal non absorbant en fonction de l'épaisseur adimensionnelle e/Λ_0 dans le cas de la transmission. L'approximation cinématique est également montrée. (Baruchel, 2005)

2.2.4 Origine des contrastes

2.2.4.1 Théories cinématique et dynamique

Pour expliquer les intensités diffractées qui sont observées, on a en général recours à deux théories.

Théorie cinématique La théorie cinématique de la diffraction suppose principalement qu'une onde diffusée par un atome n'est pas rediffusée par un autre atome. Chaque élément de volume du matériau étudié diffracte indépendamment des autres. Cette théorie est donc applicable soit à des cristaux assez distordus, soit à des cristaux suffisamment fins pour qu'une onde diffractée ne soit que très faiblement re-diffractée.

Selon cette théorie, l'intensité diffractée intégrée étant proportionnelle au volume éclairé du cristal, pour un faisceau incident de section donnée, elle doit augmenter linéairement avec l'épaisseur du cristal.

Théorie dynamique Les valeurs observées de l'intensité diffractée sont souvent mal représentées par cette relation linéaire et sont plus faibles que celles prévues par la théorie cinématique. Quand un faisceau monochromatique traverse un cristal parfait, la diffraction se produit si la direction du vecteur de diffraction du faisceau incident est comprise dans un angle ω_h autour de la position exacte de Bragg. ω_h est la largeur intrinsèque de diffraction, appelée également largeur de Darwin. ω_h est de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-6} radians.

Dans le cas d'un faisceau monochromatique et pour une onde sphérique, les champs d'onde incident et diffracté se propagent et interfèrent dans le triangle de Borrmann (Fig. 2.8a).

L'intensité diffractée intégrée a une expression très différente de celle donnée par la théorie cinématique. Elle est fonction du rapport de l'épaisseur du cristal e à la longueur caractéristique Λ_0 , appelée longueur d'extinction. Λ_0 représente la distance nécessaire pour que la majeure partie de l'énergie participant au processus de diffraction puisse s'échanger (en condition de Bragg) entre le faisceau transmis et le faisceau diffracté : Λ_0 est la longueur d'onde des oscillations d'intensité entre les deux faisceaux. La figure (Fig.2.8b) présente la forme typique de l'intensité diffractée intégrée pour un cristal parfait

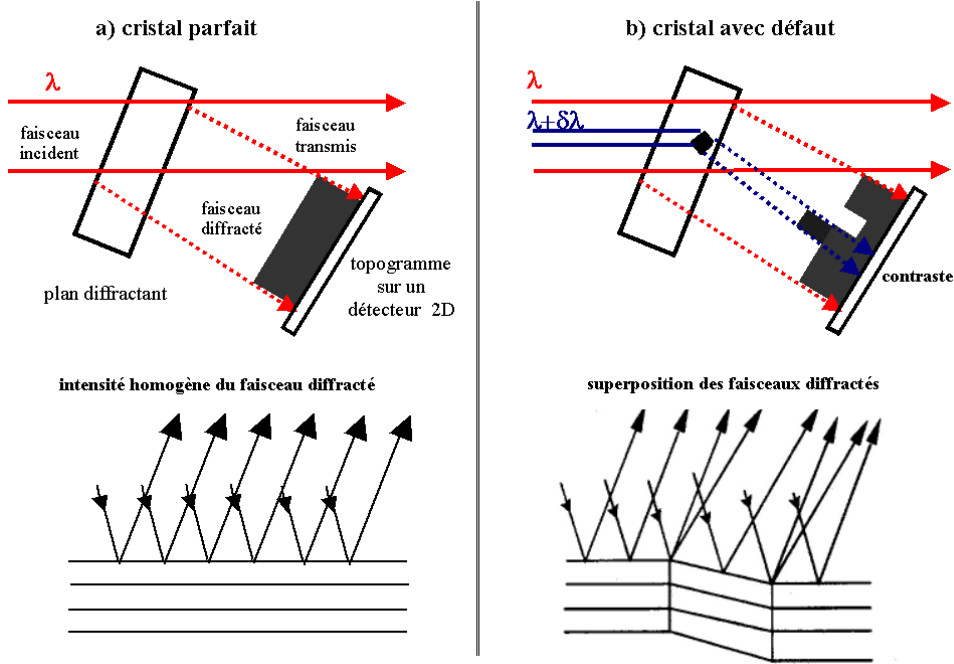


FIG. 2.9 – *Contraste d'orientation dû à la présence d'un défaut en faisceau polychromatique, source Authier et al. (1996) et données de la ligne ID19.*

non absorbant en fonction de e/Λ_0 . Dans la limite des cristaux minces ($e \ll \Lambda_0$) les théories cinématiques et dynamiques donnent le même résultat. Dans le cas de la configuration de Laue (transmission), l'intensité diffractée intégrée présente un comportement oscillatoire, autour d'une valeur proportionnelle à $|F|$, pour une épaisseur de cristal grande devant Λ_0 .

2.2.4.2 Mécanismes de contraste

Considérons que l'on est en présence, d'un faisceau polychromatique, parallèle et, comme c'est le cas pour la glace, d'un cristal faiblement absorbant. La direction du faisceau diffracté et son intensité dépendent (Baruchel, 2005) :

- du facteur de structure ;
- de l'angle entre les directions du faisceau incident et des plans réticulaires (angle de Bragg θ_b) ;
- d'un paramètre Y incluant les modifications produites par les inhomogénéités du cristal sur la diffraction du cristal parfait.

Le faisceau diffracté par deux régions voisines I et II produit des contrastes si :

- les facteurs de structure diffèrent (dans notre cas ce processus n'intervient pas avant chargement car nous ne sommes pas en présence de phases différentes ou de domaines différents) ;
- les angles θ_b diffèrent, ce qui est le cas lorsque deux régions sont désorientées (sous grains ou domaines différents). On observe alors des zones blanches ou noires du fait de la superposition ou de la divergence des faisceaux diffractés par les deux zones. Ce processus est appelé contraste d'orientation (Fig. 2.9) ;
- $Y_I \neq Y_{II}$, les deux régions révèlent alors des contrastes d'extinction.

Toute imperfection modifiant le comportement du cristal parfait tel que décrit par la théorie dynamique peut réduire ou augmenter l'intensité relevée sur un topogramme. De nouvelles images peuvent apparaître du fait du découplage ou de la création de nouveaux champs d'onde au niveau du défaut. Pour le cristal faiblement absorbant, ces contrastes sont majoritairement liés à un processus appelé image directe. Par exemple,

supposons toujours un faisceau polychromatique traversant un cristal dont un faible volume V contient un défaut. A ce défaut est associé un champ de distorsion qui diminue à mesure que l'on s'éloigne du coeur du défaut. Dans ce cas, une plage de longueurs d'onde participe à la diffraction pour le cristal parfait tandis que la région autour du défaut est en position de Bragg pour des composantes du faisceau incident qui sont en dehors de cette plage. Ce défaut entraîne alors une intensité diffractée additionnelle sur le détecteur : c'est le phénomène d'image directe (typiquement une ligne noire et/ou une ligne blanche si le défaut est linéaire, cf. Fig. 2.5).

Les régions qui produisent l'image directe d'un défaut donné sont situées à une certaine distance du coeur du défaut. Cette distance dépend du défaut lui-même mais aussi du processus de diffraction. La distorsion associée au défaut agit ainsi sur la diffraction au travers d'un angle $\delta\theta$ appelé désorientation effective et représentant la variation de l'écart par rapport à l'angle de Bragg θ_b . Il a été montré que la largeur visible sur le topogramme de l'image directe correspond à la contribution de régions telles que $\delta\theta$ est de l'ordre de ω_h (typiquement $1 \mu\text{m}$ sur le topogramme). Ceci peut être compris par le fait que les régions de distorsions inférieures à ω_h sont quasiment dans la plage de diffraction du cristal parfait, et que celles dont la distorsion est très grande devant ω_h présentent une contribution négligeable pour la tache de diffraction considérée.

Remarque : les images directes ne sont pas visibles pour des cristaux fortement absorbants et sont remplacées par des chutes d'intensité. Les deux types d'images (additionnelle et chute) sont présentes simultanément pour des coefficients d'absorption modérés, tout comme les franges d'interférence.

2.2.4.3 Conditions d'extinction des dislocations

\vec{g} étant le vecteur de diffraction (le vecteur normal unitaire au plan diffractant), le critère de non visibilité d'une dislocation isolée de vecteur de Burgers \vec{b} et de ligne \vec{l} est (Authier et al., 1996)

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad \text{et} \quad \vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{l}) = 0 \quad (2.5)$$

La deuxième condition d'extinction est automatiquement vérifiée pour une dislocation vis pure. En d'autres termes, la ligne de dislocation n'est pas visible sur un topogramme si

- a) pour une dislocation coin : \vec{g} est dans le plan de glissement et parallèle à \vec{l} , donc le plan diffractant est perpendiculaire à la ligne de dislocation ;
- b) pour une dislocation vis : \vec{g} est perpendiculaire à \vec{b} , donc le plan diffractant contient \vec{b} ;
- c) pour une dislocation mixte : \vec{g} est contenu dans le plan de glissement et est perpendiculaire à \vec{b} , donc le plan diffractant est le plan perpendiculaire au plan de glissement qui contient \vec{b} .

Noter que le cas c) est équivalent à a) ou b) dans les cas limites où la dislocation mixte est coin ou vis respectivement.

Par exemple, les dislocations vis de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ne sont pas visibles sur un topogramme du plan de base (0002), ou encore, les dislocations de Burgers $(1/3)[11\bar{2}0]$ ne sont pas visibles sur $(1\bar{1}00)$.

2.2.5 Dispositif expérimental utilisé

Pour nos expériences nous avons eu la possibilité d'utiliser le rayonnement synchrotron. Les essais ont été réalisés sur la ligne ID19 de l'ESRF à Grenoble (Fig. 2.10). Le rayonnement synchrotron présente plusieurs avantages :

- Le principal avantage est l'émission sur l'échantillon, d'un faisceau spectralement et spatialement homogène, hautement cohérent et avec une dimension maximale de 45×15

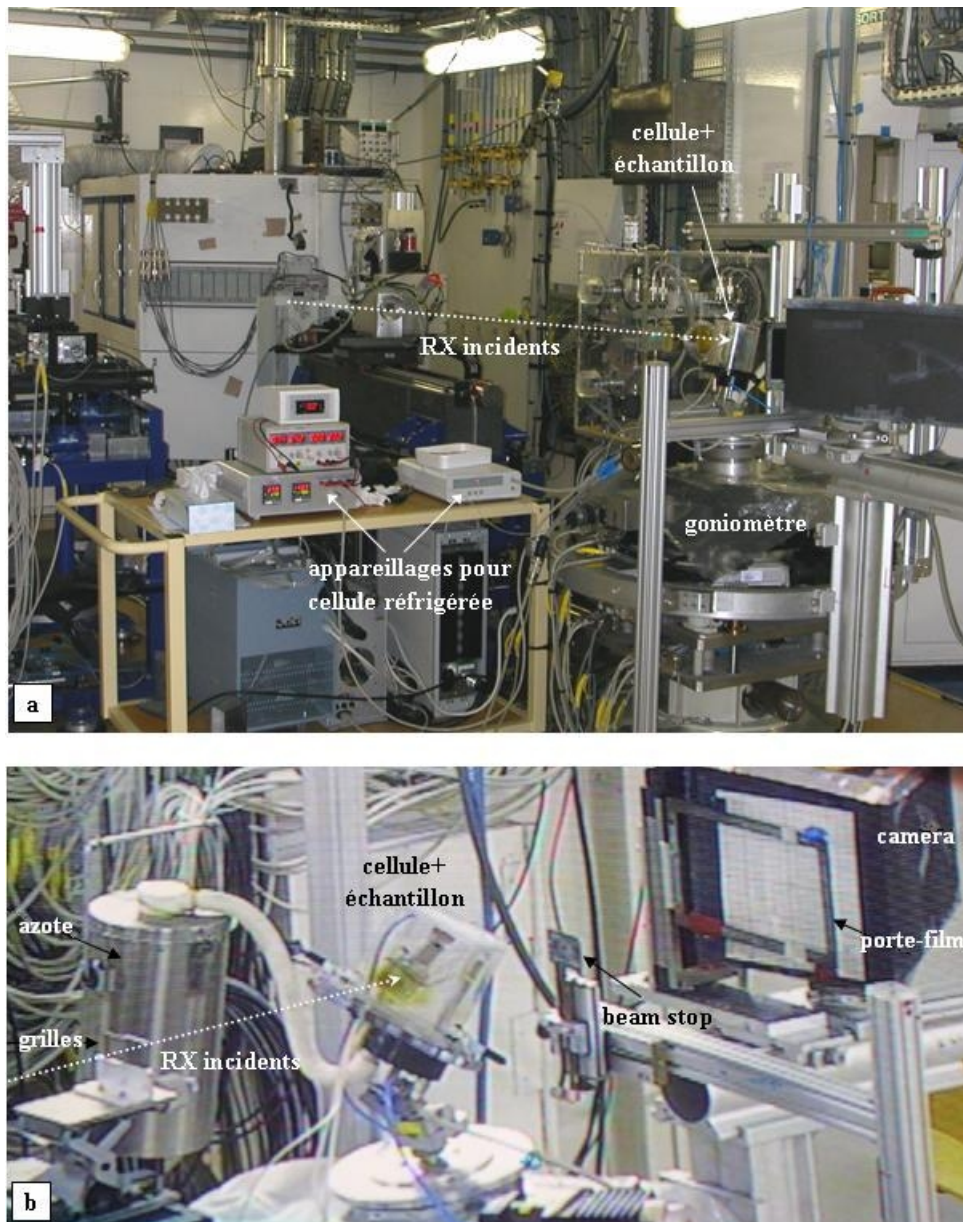


FIG. 2.10 – a) Vue d'ensemble de la salle expérimentale de l'ESRF (Experimental Hutch) : b) Vue de la cellule de refroidissement, du détecteur et du beam stop.

mm². Le faisceau est collimaté afin d'atteindre le cristal le plus parallèlement possible. La ligne de lumière à ID19 se situe à une longueur(L) de 145m par rapport à la source(S) de dimension de 0.1mm. Ceci conduit à une déviation $d = S/L$ de 10^{-6} environ. Cette faible déviation permet d'obtenir un faisceau quasi parallèle et donc l'enregistrement de clichés de diffraction de haute précision (résolution de 1 à quelques μm). Les taches de diffraction obtenues sont enregistrées sur des films photosensibles haute résolution (films Kodak SR de taille de grains de 4-5 μm avec un temps d'exposition de 0.1 à quelques secondes et films Slavich HR de taille de grains inférieure à 1 μm avec un temps d'exposition environ 200 fois celui d'un film SR).

- Une large plage de distorsion cristalline est couverte qui est associée à des variations d'angles $\delta\theta$ (résolution de l'ordre de 0.001°) et/ou à des variations relatives de distance inter-réticulaire $\delta d/d$. Il est alors possible d'imager les effets de champ macroscopique appliqué sur la structure de cristaux, comme par exemple l'observation et le mouvement de dislocations lors de sollicitations mécaniques.

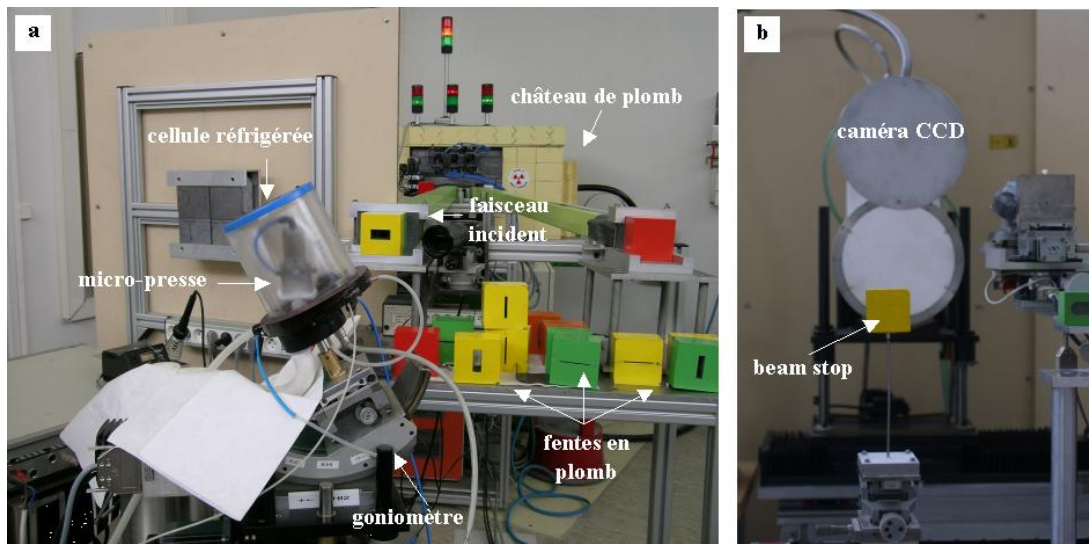


FIG. 2.11 – La salle de manipulation de l'ILL. a) Vue d'ensemble du dispositif, b) Vue du détecteur.

Le flux de photons de la ligne ID19 est intense et offre une plage d'énergie de 6 à 120 keV. L'échantillon étant installé sur un goniomètre quatre angles (Fig. 2.10), la plage de longueur d'onde permet d'orienter le cristal dans l'espace pour mettre les plans cristallins voulus en condition de diffraction de Bragg.

- Ce flux permet de plus de conduire des expériences in-situ avec une cadence d'acquisition 10^{-2} à 10 secondes. En utilisant une caméra CCD (caméra frelon) on peut espérer, pour l'instant, obtenir 6 images par seconde. Il est ainsi possible de réaliser des expériences quasiment en temps réel.

- Le faisceau est non destructif pour l'échantillon. Les effets thermiques d'échauffement sont atténués par des filtres en cuivre ou aluminium et par un "chopper" (sorte de stroboscope mécanique) qui interrompt le faisceau avec une fréquence réglable.

En ce qui concerne directement nos essais, la glace étant un matériau à faible coefficient d'absorption (Lliboutry, 1964), l'intensité du faisceau en sortie de l'échantillon est peu diminuée.

Enfin, l'ESRF est implanté sur le site Grenoblois ce qui permet de minimiser les déplacements d'échantillons fragiles et de maintenir la glace à la température expérimentale souhaitée de -10°C avec un simple réfrigérateur.

2.3 Rayons X durs refocalisés

La méthode de Laue focalisée à haute énergie est une technique originale de diffraction des rayons X qui a été mise en place à l'Institut Laue-Langevin (ILL) depuis 1997 (Bastie et Hamelin, 1996; Hamelin et Bastie, 1998). L'utilisation d'une source de laboratoire (générateur Philips de rayons X à haute énergie entre 100 et 400 Kev) associée à un détecteur bidimensionnel permet l'étude en volume de cristaux absorbants allant jusqu'à quelques centimètres d'épaisseur et ce quasiment en temps réel. Le détecteur bidimensionnel est composé de l'association d'un tube intensificateur d'images rayons X (diamètre 22cm, Thomson TH9428, Hamelin et Bastie, 1998) et d'une caméra CCD refroidie à faible bruit (Princeton) et à haute résolution (512×512 pixels) (cf. Fig.2.11). Le temps d'acquisition varie typiquement entre 1 et 10 secondes, ce qui permet l'étude in-situ de la déformation microstructurale.

Cette technique de laboratoire exploite les trois propriétés suivantes du générateur :

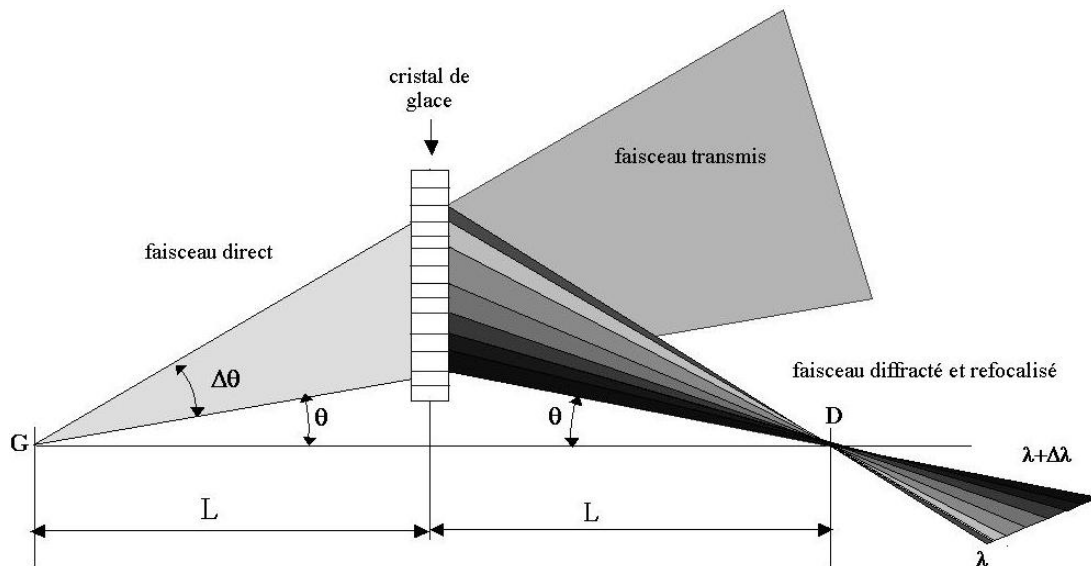


FIG. 2.12 – Représentation schématique de la méthode de refocalisation utilisée à l'ILL (G : source ; D : détecteur).

- une émission de rayons X polychromatiques à haute énergie (100-400 Kev) ;
- un faisceau divergent ;
- une source quasi-ponctuelle ($< 2\text{mm}$).

La source étant divergente il est possible d'analyser les défauts en volume d'un cristal de grandes dimensions (typiquement $2 \times 2\text{cm}^2$) en une seule mesure.

2.3.1 Description de la technique

La méthode consiste à placer l'échantillon cristallin, considéré parfait, sur le trajet du faisceau incident de rayons X. Du fait de la polychromaticité du rayonnement, pour chaque famille de plans réticulaires il existe une longueur d'onde λ satisfaisant la condition de Bragg et qui diffracte. Comme la source est ponctuelle, divergente et polychromatique, il existe une plage de longueurs d'onde $\lambda + \Delta\lambda$ qui tombent en incidence de Bragg en tout point de l'échantillon. Le faisceau diffracté converge sur le plan focal situé à la distance de l'échantillon égale à la distance source – échantillon. Cette focalisation ne se produit que dans une seule direction et on obtient donc sur le détecteur une tache rectiligne (perpendiculaire à la direction source – échantillon ; cf. Fig. 2.12).

Comme l'étendue spectrale de l'appareillage est importante et la source quasi ponctuelle, il existe en réalité plusieurs familles de plans cristallographiques qui refocalisent le faisceau. Du fait de l'énergie élevée des photons, les angles de Bragg sont faibles (3° au maximum dans le cas de la glace) et les taches de diffraction sont toutes focalisées près du faisceau transmis et dans un plan perpendiculaire à ce dernier. Le détecteur 2D, placé exactement au niveau du plan focal permet d'analyser les défauts en volume du cristal (Fig. 2.13).

Dans le cas d'un cristal parfait l'épaisseur des lignes est fonction de la taille du foyer, de la résolution du détecteur et de l'épaisseur du cristal étudié. Si le cristal était infiniment mince les lignes auraient exactement l'épaisseur du foyer. Elles s'élargissent avec l'épaisseur du cristal. Cet effet reste cependant négligeable comparé à la taille du foyer car les angles de Bragg sont faibles.

Les coordonnées des taches dans le plan de focalisation sont directement reliées à la structure cristallographique du cristal et à son orientation par rapport au faisceau direct. Ainsi, pour une structure hexagonale, les plans basaux et prismatiques sont perpendicu-

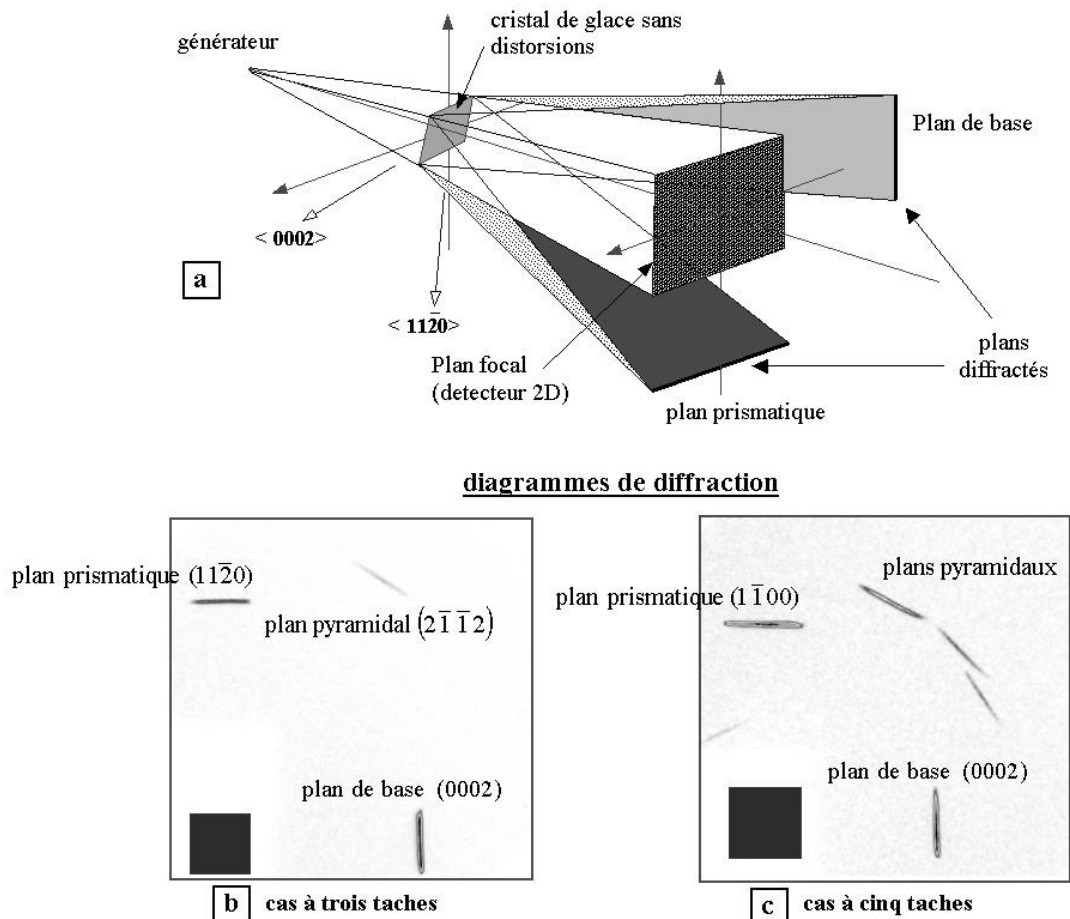


FIG. 2.13 – Méthode de Laue focalisée. a) représentation de la diffraction pour un cristal parfait (Bastie et Hamelin, 1996) ; b) et c) clichés de diffraction obtenus pour un cristal de glace de très bonne qualité.

lares et sont donc imagés, sous incidence très faible, par deux lignes perpendiculaires. Ce point est particulièrement utile lorsque l'on veut déterminer l'orientation d'un cristal par rapport à un repère donné (par exemple la salle de manipulation). Une très grande précision est atteinte grâce à la haute résolution de la caméra CCD et à la grande distance source – échantillon égale à 3.5 m. D'après (2.2) un déplacement relatif de 1mm dans la tache d'un plan réticulaire sur le détecteur correspond à une distortion caractérisée par une déviation de l'angle de Bragg de 0.008° .

2.3.2 Cas d'un cristal imparfait

Avec cette technique, défauts structuraux et désorientations cristallines peuvent être mis en évidence et caractérisés avec une résolution qui atteint la dizaine de secondes d'arc :

- L'élargissement des taches est directement relié à la mosaïcité du cristal, c'est-à-dire à la présence de dislocations statistiquement réparties dans le volume du cristal éclairé (Fig.2.14) ;
- L'apparition de lignes supplémentaires légèrement décalées est liée à des sous grains faiblement désorientés. Il est alors possible de visualiser et surtout de quantifier la déviation angulaire entre ces sous grains ;
- La déformation d'ensemble des taches et/ou leur inclinaison par rapport à la position idéale pour un cristal parfait correspondent à des désorientations cristallines (à l'échelle

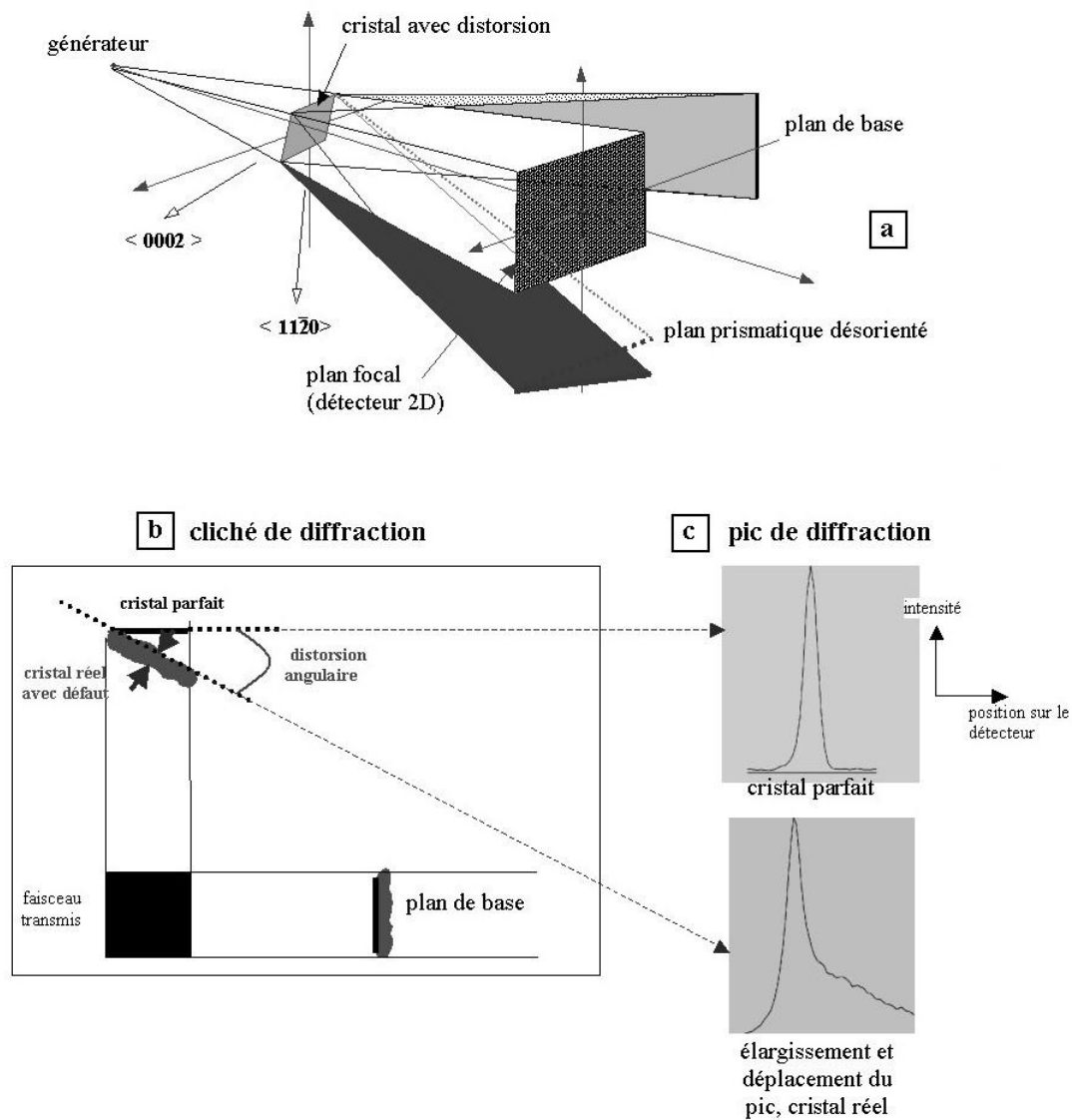


FIG. 2.14 – Représentation schématique de la méthode de Laue refocalisée dans le cas d'un un cristal imparfait (Bastie et Hamelin, 1996). a) représentation d'une distorsion ; b) schématisation de la modification du cliché de diffraction due au défaut ; c) pics de diffraction résultants.

du cristal) (Fig. 2.14).

Le détecteur 2D que nous avons le plus utilisé enregistre spatialement le nombre de photons reçus. On a donc l'intensité diffractée en fonction de la position sur le détecteur. Dans le cas d'un cristal parfait le pic de diffraction obtenu au niveau d'une tache est représenté par un dirac presque parfait (Fig. 2.14-c)). Pour un cristal imparfait, ce pic se déplace dans l'espace et s'élargit avec la présence de dislocations statistiquement réparties (mosaïcité) .

Un autre détecteur permet l'analyse en énergie de la diffraction. Il donne l'intensité diffractée en fonction de la longueur d'onde. L'étude des pics de diffraction obtenus permet l'indexation des plans diffractants et par voie de conséquence la caractérisation cristalline du matériau étudié (Hamelin et Bastie, 1998). Dans le cas d'un cristal parfait le pic de diffraction est représenté par un dirac centré sur la longueur d'onde en incidence de Bragg.

2.4 Conclusion

Après analyse des différentes méthodes d'observation de la structure des cristaux, deux méthodes se révèlent particulièrement efficaces pour l'étude in-situ de l'évolution de la microstructure de cristaux de glace : la topographie en lumière synchrotron à l'ESRF et la refocalisation des rayons X de haute énergie à l'ILL.

La première méthode permet d'imager individuellement les dislocations présentes au sein des cristaux et de suivre leur mouvement et leur interaction entre elles et avec les joints de grains. De plus, lorsque la qualité des cristaux ne permet pas l'observation des dislocations individuelles, ou lorsque la densité de dislocations devient trop élevée, il est possible en topographie d'étudier les distorsions cristallographiques locales.

La seconde méthode permet d'apprécier la qualité cristalline initiale des échantillons. Elle a été utilisée dans cette étude pour faire une sélection des cristaux de bonne qualité ainsi que pour observer l'évolution de leur microstructure en cours de déformation.

CHAPITRE 3

DENSITÉ DE DISLOCATIONS ET DISTORSIONS CRISTALLOGRAPHIQUES

3.1 Introduction

Ce chapitre présente quelques techniques permettant la quantification des densités de dislocations et le suivi de leur évolution pendant une compression d'un échantillon de glace "in-situ". Ces techniques se doivent d'être adaptées au niveau de densité imagée ainsi qu'au type de diffraction utilisée. Pour mieux comprendre l'arrangement des dislocations avant et pendant une sollicitation mécanique, des cartes de densités peuvent être tracées à l'aide des méthodes décrites dans ce chapitre. Elles permettent une analyse de la répartition et de l'évolution des défauts linéaires à l'intérieur de l'échantillon en cours de sollicitation.

3.2 Estimation de la densité de dislocations par comptage direct

La topographie X permet l'observation de dislocations individuelles lorsque la densité de dislocations est faible (inférieure à 10^9 m.m^{-3}). Dans ce cas la densité de dislocations ρ se calcule simplement en mesurant la longueur totale des dislocations observées L , et en divisant cette longueur par le volume de la zone éclairée d'aire S et d'épaisseur e :

$$\rho = \frac{L}{Se} \quad (3.1)$$

La Figure 3.1 montre le topogramme d'un plan pyramidal du grain d'un tricristal non déformé. L'échantillon est une lame d'épaisseur $e=1\text{mm}$ et la surface éclairée est de 78mm^2 . La longueur totale de lignes de dislocations est 76mm . La densité de dislocations estimée par comptage direct, $\rho \approx 10^6 \text{ m.m}^{-3}$, est donc très faible.

Quand les dislocations sont visibles sur un topogramme mais trop nombreuses pour être individualisées facilement, rendant le comptage direct compliqué, on peut calculer la densité de dislocations par la méthode des lignes aléatoires Steeds (1966), Staker and Holt (1972). Cette méthode consiste à compter les intersections de lignes de dislocations avec des droites tracées aléatoirement sur le topogramme. L'échantillon étant une lame d'épaisseur e , chaque ligne i de longueur L_i tracée sur le topogramme correspond dans le volume de la lame à une surface d'aire $A_i = eL_i$. En supposant les lignes de dislocations distribuées de façon aléatoire, la densité de dislocations est relié au nombre d'intersections N_i de lignes de dislocations avec A_i par $\rho = 2N_i/A_i = 2N_i/eL_i$ (Hosford, 2007). En considérant l'ensemble des lignes tracées sur le topogramme, la densité de dislocations peut être estimée comme

$$\rho = \frac{2N}{Le} \quad (3.2)$$

où N est le nombre total d'intersections lignes aléatoires – lignes de dislocations, et L est la longueur totale des lignes aléatoires.

Sur le topogramme d'un plan prismatique présenté sur la figure 3.2, on a compté 75 intersections pour une longueur totale de lignes aléatoires de 30.21cm , l'échantillon faisant 1.5 mm d'épaisseur, soit une densité de dislocations $\rho = 3.3 \times 10^5 \text{ m.m}^{-3}$. La densité estimée par comptage direct est de $3 \times 10^5 \text{ m.m}^{-3}$.

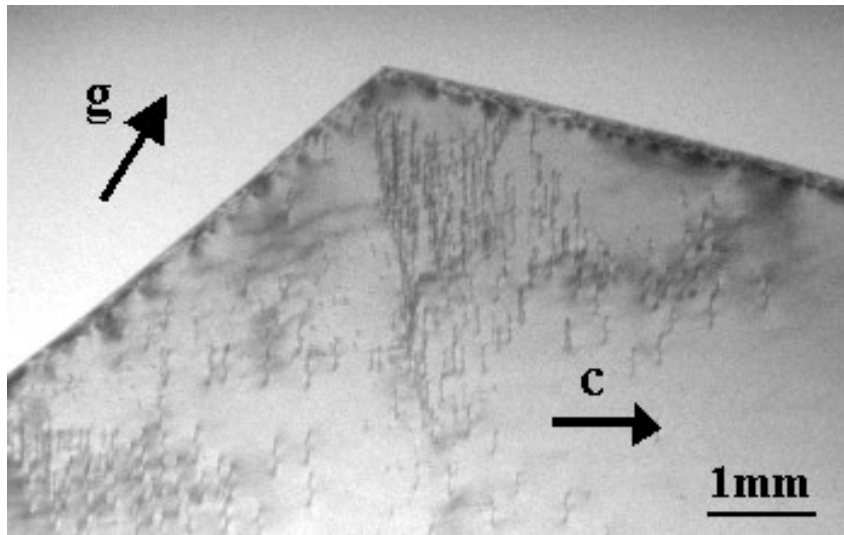


FIG. 3.1 – Topogramme du plan pyramidal ($10\bar{1}2$), les lignes noires fines sont les images des dislocations individuelles.

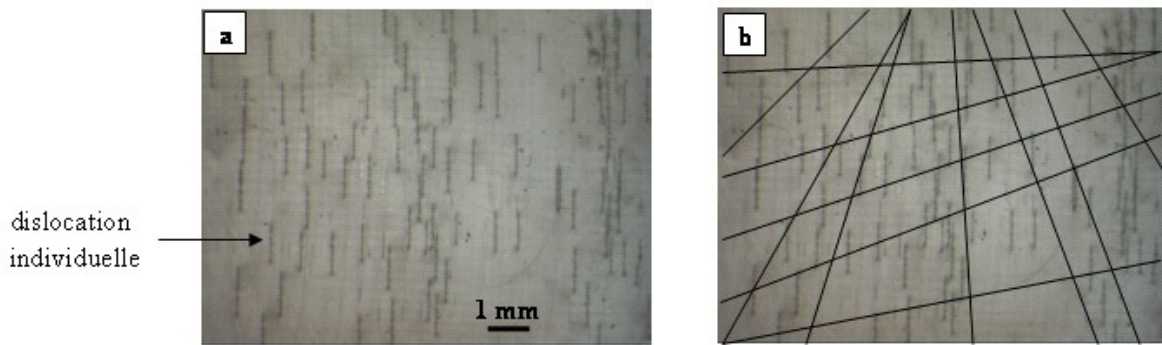


FIG. 3.2 – Topogramme du plan ($11\bar{2}0$) d'un multicristal de glace. a) topogramme seul b) topogramme avec lignes aléatoires.

Il est à noter que la densité de dislocations obtenue de cette façon est particulièrement faible. Elle est de plusieurs ordre de grandeur inférieure à celle couramment observée dans la glace (Higashi, 1988; Mansuy, 2001). Cependant les valeurs obtenues par comptage sur un seul topogramme sont forcément des valeurs par défaut, puisqu'un certain nombre de dislocations ne doivent pas être visibles si leur condition d'extinction (2.5) est remplie. Un traitement complet demanderait d'effectuer le comptage sur plusieurs topogrammes en repérant les dislocations présentes dans plusieurs topogrammes. Toutefois en ce qui concerne la glace, nous avons vu que la majorité des dislocations participant à la déformation sont des dislocations basales entières vis ou 60° de vecteur de Burgers $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$, et les partielles provenant de leur dissociation qui ont des vecteurs de Burgers $(1/3)\langle 01\bar{1}0 \rangle$. Dans le cas du topogramme de la figure 3.1, s'agissant du plan pyramidal ($10\bar{1}2$) seulement un tiers des dislocations vis basales est en position d'extinction, les autres dislocations basales sont visibles, et par suite l'estimation par comptage direct doit donner un bon ordre de grandeur de ρ . Il en est de même pour le topogramme du plan prismatique ($11\bar{2}0$) de la figure 3.2 dans lequel toutes les dislocations basales sont visibles.

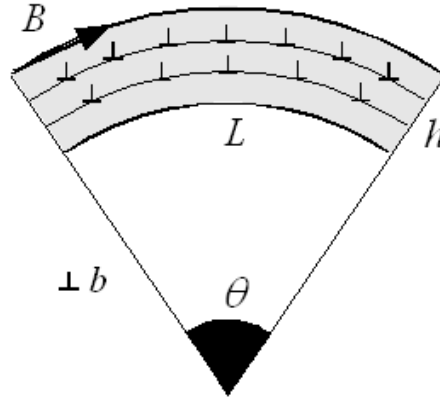


FIG. 3.3 – Représentation schématique d'une distorsion produite par des dislocations d'accommodation géométrique.

3.3 Densité de dislocations d'accommodation géométrique

Dans le cas d'un cristal très déformé, si les dislocations ne sont plus visibles directement parce que beaucoup trop nombreuses, on peut essayer d'estimer la densité de dislocations d'accommodation géométrique à partir de la mesure de la distorsion des plans cristallographiques. Ces dislocations, dont le concept a été introduit par Nye (1953) sont aussi appelées “dislocations géométriquement nécessaires” (GND) (Ashby, 1970), ou “dislocations excédentaires” (Weertman and Weertman, 1970)). Elles servent à accommoder le gradient de déformation viscoplastique lorsque la déformation n'est pas uniforme, soit à l'échelle du cristal tout entier (par exemple dans le cas de la flexion d'ensemble d'un cristal), soit à une échelle plus locale (par exemple près d'un joint de grains).

Soit un cristal de section initialement rectangulaire de dimensions $L \times h$ qui subit une flexion autour d'un axe cristallographique (Fig. 3.3) lui donnant un rayon de courbure R sur un secteur angulaire θ tel que $R\theta = L$. Pour accommoder cette déformation le cristal doit contenir une densité de dislocations géométriquement nécessaires (de même signe) ρ . b désignant la longueur du vecteur de Burgers d'une dislocation individuelle, le vecteur de Burgers résultant a une longueur $B = \rho Lhb$ telle que $(R + h)\theta = L + B$. La relation liant la densité de dislocations géométriquement nécessaires à la distorsion θ , ou au rayon de courbure R , établie par Nye (1953) est donc

$$\rho = \frac{\theta}{Lb} = \frac{1}{Rb} \quad (3.3)$$

3.3.1 Estimation à partir des mesures aux RX durs

Lorsqu'on utilise la méthode des rayons X durs refocalisés, il est possible de réduire la taille du faisceau afin de localiser les distorsions au sein du cristal. A cette fin, des caches en plomb avec des fentes verticales ou horizontales de 2mm de largeur sont placés sur le trajet du faisceau incident devant l'échantillon à analyser. A partir de l'équation (3.3), les densités de dislocations géométriquement nécessaires peuvent être estimées à partir de la mesure du changement d'orientation d'un plan cristallin.

La Figure 3.4 illustre le cas d'un monocristal de dimensions $(17 \times 20 \times 1 \text{ mm}^3)$ dont le plan de base est orienté verticalement (axe c horizontal). En utilisant une fente verticale de dimensions $2 \times 20 \text{ mm}^2$ et en déplaçant l'échantillon horizontalement on obtient une dizaine de “scans” qui couvrent tout l'échantillon. Pour chaque scan vertical on suppose que la distorsion des plans de base est limitée à une torsion autour d'un axe vertical. En

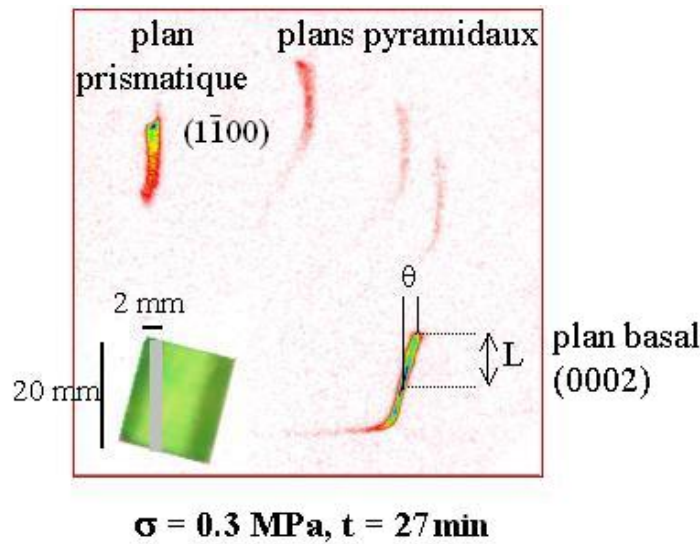


FIG. 3.4 – Cliché de diffraction d'un monocrystal obtenu avec la méthode des X durs refocalisés en utilisant une fente verticale de 2mm. Une image du monocrystal a été superposée au topogramme. Le gradient de distorsion θ/L est indiqué sur la tache basale.

décomposant la tache diffractée en tranches de hauteur L on peut obtenir une estimation du gradient de l'orientation des plans de base, donc évaluer la densité de dislocations géométriquement nécessaires par (3.3). En pratique on a choisi pour L la largeur de la fente, soit 2mm. En prenant l'intersection des clichés obtenus avec une fente horizontale et une fente verticale, il est également possible de localiser une zone de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ sur l'échantillon et de déterminer où elle diffracte sur un topogramme obtenu en faisceau large de $15 \times 15 \text{ mm}^2$ (Fig. 3.5).

3.3.2 Estimation par réticulographie

L'association de la réticulographie et du rayonnement synchrotron permet de nouvelles investigations des distorsions cristallographiques (Lang and Makepeace, 1996, 1999). Une grille constituée d'un matériau absorbant est placée devant l'échantillon de glace sur le trajet du faisceau incident. Elle permet de séparer un faisceau incident en un champ de mini-faisceaux dont la taille dépend du maillage de la grille. Deux types de grilles en tungstène ont été fabriqués pour cette étude : un premier pavage, que l'on appellera "grillage" par la suite, est constitué de fils de $50 \mu\text{m}$ d'épaisseur entrecroisés avec un espacement de 1mm (Fig. 3.6 b, grille de droite) et un deuxième pavage nommé "grille" est un entrelacs de lames de 1mm de large et $100 \mu\text{m}$ d'épaisseur résultant en un damier de carrés de $1 \times 1 \text{ mm}^2$ (Fig. 3.6 b, grille de gauche).

Les avantages de cette technique sont (Fig. 3.7) :

- De façon qualitative, l'observation des images diffractées des grilles nous renseigne sur les zones de fortes distorsions cristallographiques au sein du cristal étudié ;
- Pour un cristal de bonne qualité cristalline, les dislocations individuelles peuvent être recensées dans des carrés de 1 mm^2 par comptage direct ;
- Si la qualité du cristal est telle que l'observation individuelle des dislocations n'est pas possible, les positions des noeuds du grillage sur les taches diffractées donnent des informations sur la distorsion des plans cristallographiques étudiés, via le gradient d'orientation du vecteur de diffraction dans l'espace ;
- Dans le cas de fortes distorsions pour lesquelles la superposition des rayons diffractés ne permet plus l'observation des noeuds du grillage, l'utilisation de la grille damier de carrés

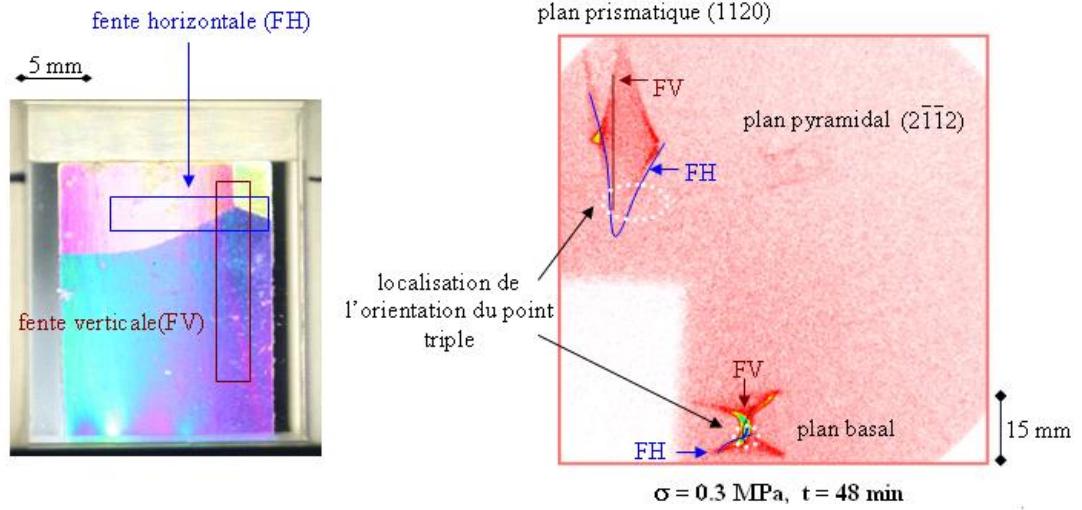


FIG. 3.5 – Sur la photographie d'un tri-cristal prise entre polariseurs croisés sont indiqués les emplacements des deux fentes verticale (FV) et horizontale (FH) utilisées avec la méthode des X durs refocalisés. Les fentes ont une largeur de 2mm. Leur intersection localise le point triple. Les formes des taches obtenues avec ces deux fentes ont été superposées sur le cliché de diffraction en faisceau large ($15 \times 15 \text{ mm}^2$) permettant ainsi de localiser le point triple sur ce cliché de diffraction.

de 1 mm^2 permet d'éviter ce problème. En effet, les surimpositions de contrastes avec la grille ne rendent les topogrammes ininterprétables que dans les zones d'intense distorsion (typiquement vers les joints de grains et le bas de l'échantillon pour de fortes contraintes macroscopiques appliquées).

Le formalisme qui permet de quantifier le tenseur de courbure et le tenseur de Nye (tenseur des densités de dislocations) à partir de la mesure de la distorsion du réseau cristallin est exposé en Annexe VI.

Pour chaque point de la grille, il est nécessaire de traiter simultanément au moins deux taches de diffraction de façon à pouvoir calculer au moins deux vecteurs de diffraction sur la base desquels on pourra construire un trièdre attaché aux directions cristallographiques. La méthode que nous avons adoptée est la suivante.

3.3.2.1 Calcul du vecteur de diffraction en un point

Notons \mathbf{g} le vecteur de diffraction de composantes g_X , g_Y et g_Z (\mathbf{g} est unitaire et normal au plan cristallographique considéré). Nous allons dans cette partie exprimer les coordonnées de \mathbf{g} dans le repère global de la salle d'expérience.

Ce repère global \mathcal{R} , de vecteurs de base $\{\mathbf{e}_X, \mathbf{e}_Y, \mathbf{e}_Z\}$ est représenté sur la Figure 3.8. L'axe des Z est colinéaire au faisceau incident et est dirigé du détecteur, ou "film", vers l'échantillon. Le film se trouve dans le plan $(X, Y, 0)$.

On note \mathbf{f}_i le vecteur unitaire selon le rayon incident, parallèle à Z , tel que :

$$\mathbf{f}_i = -\mathbf{e}_Z, \quad (3.4)$$

et \mathbf{f}_d le vecteur unitaire parallèle au rayon diffracté. Les trois vecteurs \mathbf{g} , \mathbf{f}_i et \mathbf{f}_d sont coplanaires. La direction du rayon diffracté est obtenue en écrivant que \mathbf{f}_d est dans le plan défini par \mathbf{f}_i et \mathbf{g} , et que le cristal est en condition de Bragg (Fig. 3.9), soit :

$$(\mathbf{f}_i \wedge \mathbf{g}) \cdot \mathbf{f}_d = 0, \quad \text{et} \quad (\mathbf{f}_i + \mathbf{f}_d) \cdot \mathbf{g} = 0. \quad (3.5)$$

Les composantes de \mathbf{f}_d sont donc solutions du système

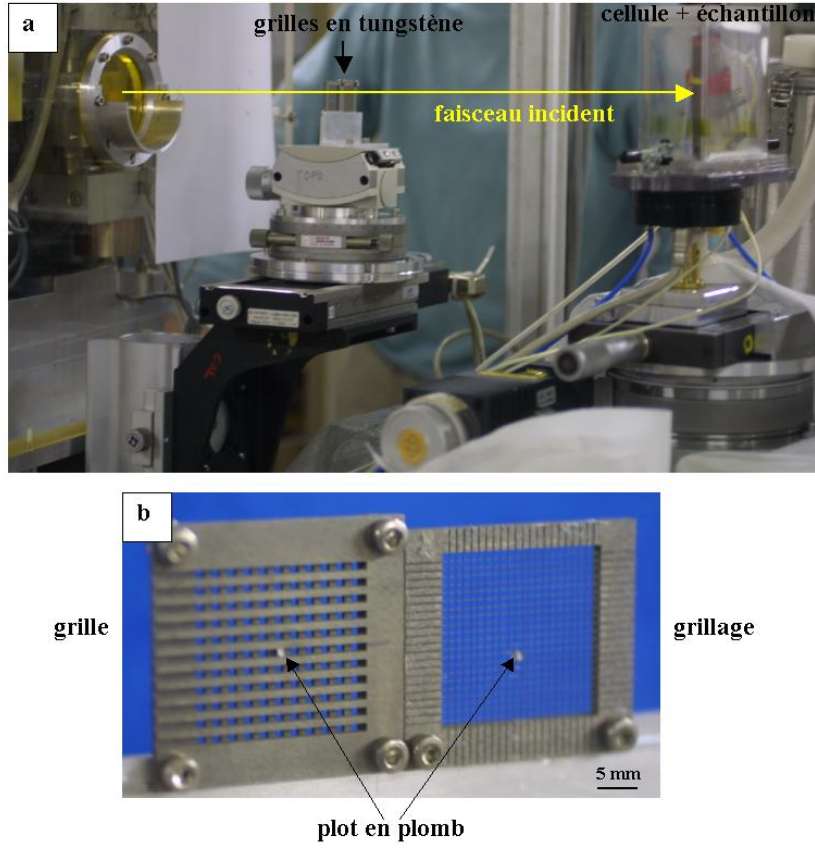


FIG. 3.6 – a) Dispositif expérimental utilisé pour la réticulométrie sur la ligne ID19; b) Grille et grillage en tungstène.

$$\begin{aligned}
 f_{d_X} g_Y - f_{d_Y} g_X &= 0 \\
 f_{d_X} g_X + f_{d_Y} g_Y + (f_{d_Z} - 1) g_Z &= 0 \\
 f_{d_X}^2 + f_{d_Y}^2 + f_{d_Z}^2 &= 1
 \end{aligned} \tag{3.6}$$

d'où

$$\mathbf{f}_d = 2g_X g_Z \mathbf{e}_X + 2g_Y g_Z \mathbf{e}_Y + (2g_Z^2 - 1) \mathbf{e}_Z. \tag{3.7}$$

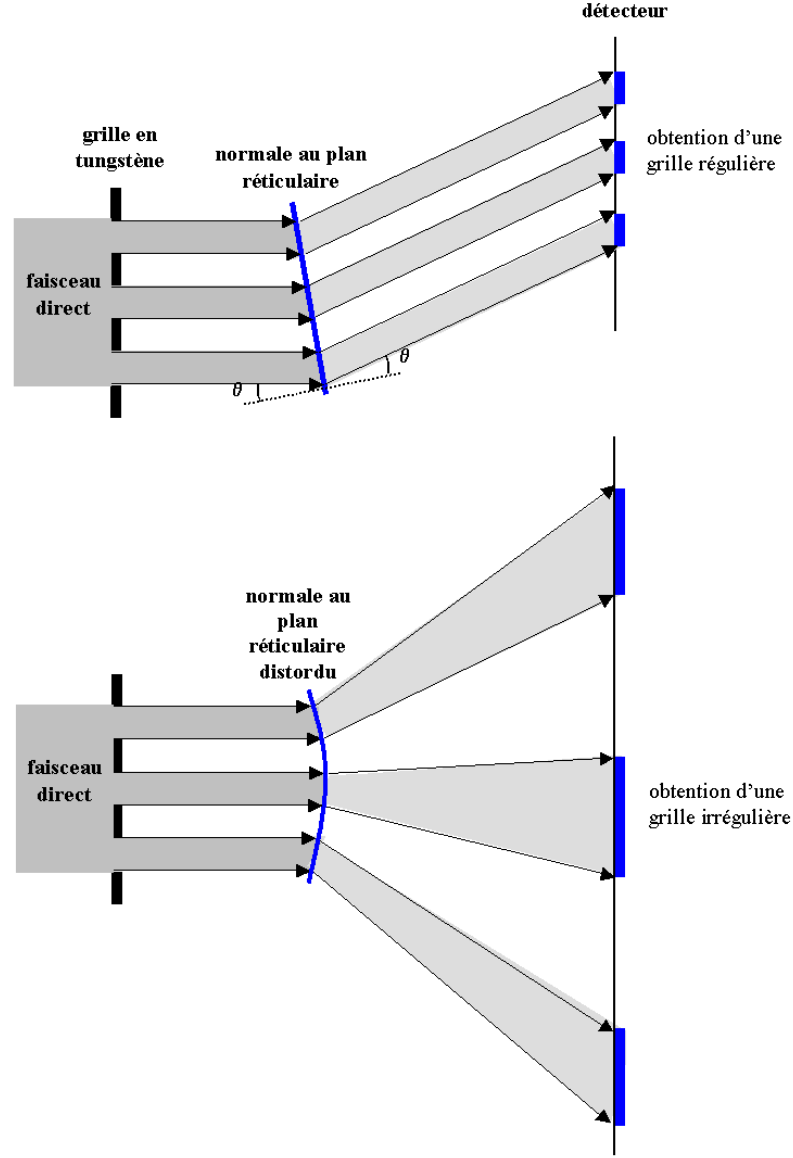
Pour calculer \mathbf{g} en un point M_s de l'échantillon il faut connaître le vecteur \mathbf{f}_d en ce point. L'échantillon est une lame de glace d'épaisseur 1mm. Le point M_s de coordonnées (X_s, Y_s, Z_s) de la lame de glace se trouve diffracté sur le film au point M_f de coordonnées (X_f, Y_f, Z_f) .

L'équation du rayon diffracté est d'après (3.7) :

$$\frac{X - X_s}{2g_X g_Z} = \frac{Y - Y_s}{2g_Y g_Z} = \frac{Z - Z_s}{2g_Z^2 - 1}, \tag{3.8}$$

et par conséquent les coordonnées de M_f sont données par

$$X_f = X_s + Z_s \frac{2g_X g_Z}{1 - 2g_Z^2}, \quad Y_f = Y_s + Z_s \frac{2g_Y g_Z}{1 - 2g_Z^2}, \quad Z_f = 0. \tag{3.9}$$

FIG. 3.7 – *Principe de la réticulographie.*

\mathbf{f}_d étant le vecteur unitaire colinéaire à $\vec{M_s M_f}$:

$$\mathbf{f}_d = \beta((X_f - X_s)\mathbf{e}_X + (Y_f - Y_s)\mathbf{e}_Y - Z_s\mathbf{e}_Z)$$

avec

$$\beta^2 = \frac{1}{(X_s - X_f)^2 + (Y_s - Y_f)^2 + Z_s^2} \quad (3.10)$$

Comme un plan diffractant est tel que \mathbf{g} est proportionnel à $\mathbf{f}_d - \mathbf{f}_i$, on peut exprimer le vecteur de diffraction comme

$$\mathbf{g} = \alpha(\mathbf{f}_d - \mathbf{f}_i) \quad (3.11)$$

où α est déterminé en écrivant que \mathbf{g} est unitaire.

Les composantes de \mathbf{g} dans le repère global de la salle d'expérience sont finalement

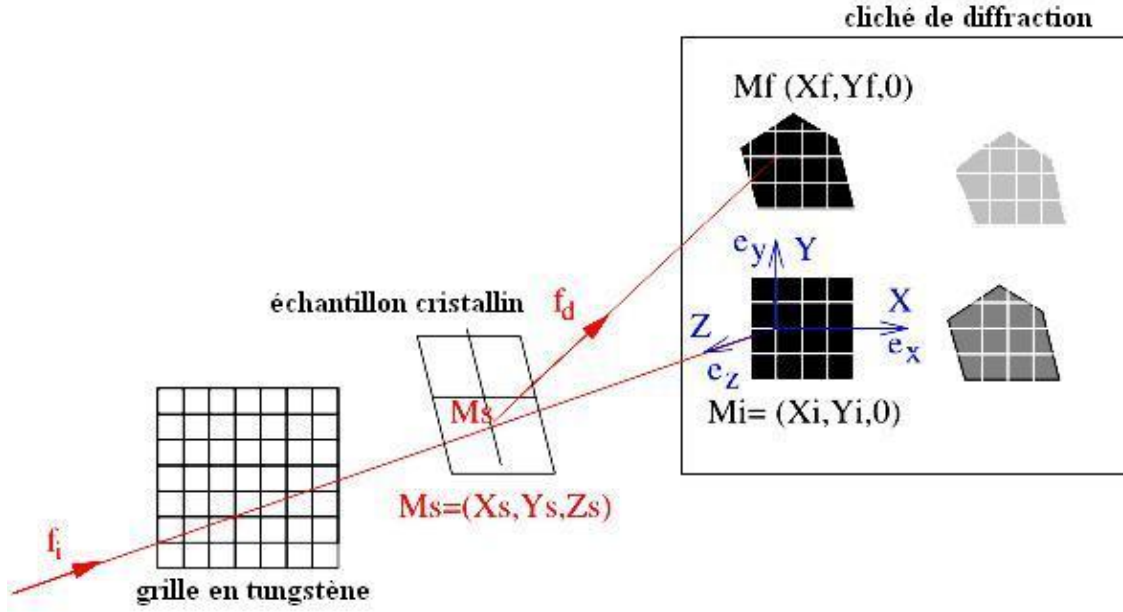
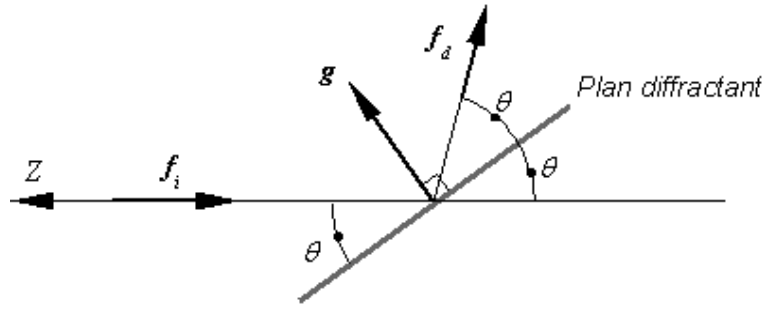


FIG. 3.8 – Représentation du trajet des rayons incident et diffracté.

FIG. 3.9 – Coupe dans le plan des vecteurs incident \mathbf{f}_i et diffracté \mathbf{f}_d .

données par

$$g_x = \alpha\beta (X_f - X_s), \quad g_y = \alpha\beta (Y_f - Y_s), \quad g_z = \frac{1}{2\alpha},$$

avec

$$\alpha = \frac{1}{\sqrt{2(1 - \beta Z_s)}}, \quad \beta = \frac{1}{\sqrt{(X_f - X_s)^2 + (Y_f - Y_s)^2 + Z_s^2}}.$$

La formule 2.2 permet de déterminer l'angle de Bragg correspondant :

$$\tan 2\theta = \frac{\sqrt{(X_f - X_s)^2 + (Y_f - Y_s)^2}}{Z_s} \quad (3.13)$$

Les coordonnées X_s et Y_s sont celles des points correspondants de la grille (supposée perpendiculaire au faisceau). La distance échantillon-film $Z_s = Z_s^*$ est mesurée en théorie au centre de la lame de glace. Comme ce calcul est destiné à calculer le gradient de \mathbf{g} dans le plan de l'échantillon, il faut tenir compte du fait que la lame n'est pas forcément perpendiculaire au faisceau incident : lorsque la lame est inclinée Z_s n'est pas une constante mais est fonction de X_s et Y_s (voir Annexe VI).

3.3.2.2 Numérisation des films et acquisition des points de mesure

La tache directe et les deux taches étudiées de chaque film sont photographiées séparément à travers un microscope permettant d'obtenir pour chacune une image de 2088×1550 pixels. Pour connaître les positions relatives des taches, le film est placé sur une platine XY dont le déplacement en Y est insuffisant et ne permet pas d'obtenir les 3 photos pour un seul montage. Par conséquent pour chaque plan diffractant on photographie à la fois la tache diffractée et l'image du faisceau incident. On dispose ainsi de deux couples (D_1, T_1) et (D_2, T_2) pour lesquels la tache T_i est repérée par rapport à la tache directe D_i .

La résolution du calcul est fixée par la structure de la grille utilisée. Nous appelons “points de grille” les quatre coins de chaque fenêtre éclairée de la grille (environ $1\text{mm} \times 1\text{mm}$). Les autres points de mesure sont les intersections de la limite du grain étudié (bord libre ou joint de grains) avec les bords des fenêtres éclairées de la grille qui sont concernées.

Les différents points de mesure sont marqués manuellement sur les photographies numériques en prenant soin de distinguer la face avant de la face arrière de la lame. Ce marquage est réalisé à l'aide du logiciel de dessin libre *Inkscape* (www.inkscape.org). Les coordonnées des points sont récupérées à partir du fichier de dessin obtenu.

La procédure adoptée est la suivante :

- Dans une première étape il faut procéder au calage des couples (D_1, T_1) et (D_2, T_2) . Pour ce faire on ne mesure que les coordonnées des points de grille pour chaque couple (D_i, T_i) (les points d'intersection limite du grain – grille, visibles sur les taches diffractées, ne sont bien sûr pas visibles sur la tache directe). La transformation (translation + rotation) permettant d'amener le couple (D_2, T_2) dans le repère du couple (D_1, T_1) est obtenue en faisant coïncider au mieux l'ensemble \mathcal{P}_2 des points de grille de D_2 et l'ensemble \mathcal{P}_1 des points de grille de D_1 qui sont théoriquement les mêmes. La translation optimale est définie par le vecteur joignant les centres de gravité de \mathcal{P}_1 et \mathcal{P}_2 , et la rotation optimale (après translation) maximise la somme des produits scalaires des couples de vecteurs joignant l'origine à 2 points de grille qui se correspondent (voir Horn, 1987).
- La deuxième étape consiste à déterminer les points d'intersection limite de grain – faisceau incident. Pour chaque essai étudié cette étape est réalisée sur le topogramme de l'échantillon non déformé. En un point d'intersection, les vecteurs de diffraction \mathbf{g}_1 et \mathbf{g}_2 , relatifs aux taches T_1 et T_2 respectivement, sont estimés comme la moyenne des \mathbf{g}_i aux points de grille de la fenêtre éclairée correspondante. Les coordonnées X_i et Y_i sont calculées pour approcher au mieux les relations (3.9) et (VI.34) (cf. Annexe VI).

3.3.2.3 Calcul des composantes du tenseur de Nye et du tenseur de courbure

Pour chaque cliché, les vecteurs \mathbf{g}_1 et \mathbf{g}_2 sont calculés en chaque point (point de grille ou intersection) par (3.10) et (3.12). Sur la base de ces deux vecteurs on construit le trièdre orthonormé direct $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$ défini par

$$\mathbf{e}_1 = \mathbf{g}_1, \quad \mathbf{e}_3 = \frac{\mathbf{g}_1 \times \mathbf{g}_2}{\|\mathbf{g}_1 \times \mathbf{g}_2\|}, \quad \mathbf{e}_2 = \mathbf{e}_3 \times \mathbf{e}_1. \quad (3.14)$$

Ce trièdre est lié aux directions cristallographiques du grain considéré.

De la même façon, on construit un “trièdre moyen” $(\tilde{\mathbf{e}}_1, \tilde{\mathbf{e}}_2, \tilde{\mathbf{e}}_3)$ sur la base des moyennes $\tilde{\mathbf{g}}_1$ et $\tilde{\mathbf{g}}_2$ des vecteurs de diffraction calculés pour tous les points de grille. Ce trièdre moyen sert de référence pour le calcul des matrices de rotation du réseau cristallin \mathbf{r} (comme \mathbf{r} n'intervient que par son gradient dans (VI.22) le choix de ce repère de référence n'est pas crucial, à la seule condition que les rotations restent petites).

En chaque point la matrice de rotation \mathbf{r} est telle que

$$\mathbf{r}\tilde{\mathbf{e}}_k = \mathbf{e}_k \text{ pour } k = 1, 2, 3 \quad (3.15)$$

ce qui résulte en un système linéaire surdéterminé de 9 équations aux 6 inconnues r_{11} , r_{12} , r_{13} , r_{22} , r_{23} et r_{33} . Ce système est résolu par la méthode des moindres carrés.

Le gradient de \mathbf{r} est calculé dans le repère de la salle de mesure, en supposant que l'orientation cristallographique est constante selon une direction perpendiculaire à la lame (ce qui est cohérent avec l'hypothèse faite de déformation plane). Pour calculer ce gradient au point P, on construit une triangulation locale basée sur les n plus proches voisins de P. Un point intérieur est donc sommet commun à n triangles, un point situé sur la frontière du grain est sommet commun à $n - 1$ triangles. Dans chaque triangle, chaque composante de \mathbf{r} est interpolée linéairement (son gradient est donc constant). Le gradient de \mathbf{r} au point P est estimé comme la moyenne de ses valeurs dans les n ou $n - 1$ triangles concourants en P.

Le gradient de \mathbf{r} étant connu en chaque point, les composantes du tenseur de Nye $\boldsymbol{\alpha}$ sont calculées par (VI.22).

Connaissant la nature des deux plans diffractants et leurs vecteurs de diffraction moyens respectifs, $\tilde{\mathbf{g}}_1$ et $\tilde{\mathbf{g}}_2$, on peut calculer la matrice de changement de base permettant de passer du repère de la salle de mesure au repère moyen du grain d'axe \mathbf{e}_1^g l'axe a et d'axe \mathbf{e}_3^g l'axe c . Après avoir exprimé le tenseur $\boldsymbol{\alpha}$ dans le repère du cristal, les composantes du tenseur de courbure sont obtenues par (VI.29).

3.3.2.4 Incertitude sur le vecteur de diffraction

L'incertitude à évaluer est liée aux erreurs de pointage des points de grille sur les images numérisées des taches diffractées. La distance film-échantillon Z_s^* est constante pour une série de clichés du même échantillon pris en cours de sollicitation, elle n'influence donc pas les distorsions relatives.

A partir de l'expression 3.12, les incertitudes absolues sur \mathbf{g} sont données par :

$$\begin{aligned} \Delta g_X &= |X_f - X_s| (\beta \Delta \alpha + \alpha \Delta \beta) + \alpha \beta (\Delta X_f + \Delta X_s) \\ \Delta g_Y &= |Y_f - Y_s| (\beta \Delta \alpha + \alpha \Delta \beta) + \alpha \beta (\Delta Y_f + \Delta Y_s) \\ \Delta g_Z &= |\beta Z_s - 1| \Delta \alpha + \alpha Z_s \Delta \beta \end{aligned} \quad (3.16)$$

et les incertitudes relatives sur β et α sont :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta \beta}{\beta} &= \frac{|X_f - X_s| (\Delta X_f + \Delta X_s) + |Y_f - Y_s| (\Delta Y_f + \Delta Y_s)}{(X_s - X_f)^2 + (Y_s - Y_f)^2 + Z_s^2} \\ \frac{\Delta \alpha}{\alpha} &= \frac{Z_s \Delta \beta}{2|1 - \beta Z_s|} \end{aligned} \quad (3.17)$$

Il semble raisonnable d'estimer les erreurs de pointage maximales à 5 pixels (Fig. 3.10), ce qui correspond à une erreur de environ 0.04 mm. Les incertitudes sur g_X et g_Y sont alors de l'ordre de 10^{-3} , celle sur g_Z est de l'ordre de 10^{-4} . Nous pouvons donc considérer que l'évolution de l'orientation d'un vecteur de diffraction au cours du temps devient significative, par la méthode proposée, si elle excède 10^{-3} .

3.4 Conclusion

Les différentes techniques présentées dans ce chapitre permettent d'évaluer les densités de dislocations avant et durant la déformation viscoplastique d'échantillons de glace

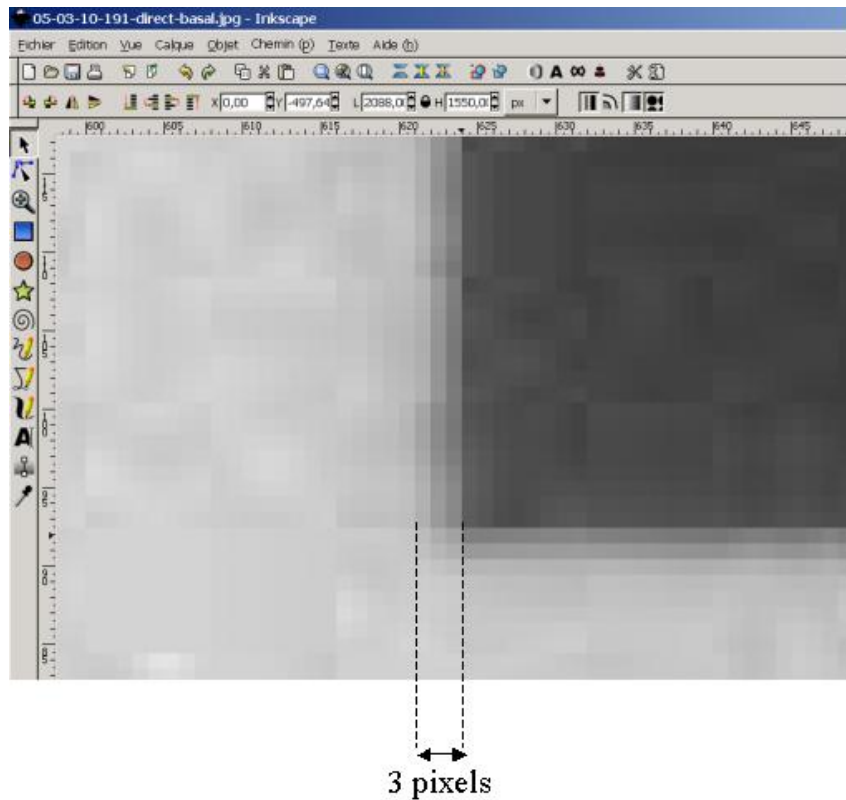


FIG. 3.10 – Représentation de l'incertitude liée au pointage des angles des micro-grilles diffractées. La zone de "gris" présente une incertitude de 3 pixels.

cristalline. Ainsi, la topographie aux rayons X permet, si le cristal présente une haute qualité cristalline (densité de dislocations inférieure à 10^9m^{-2}), de visualiser des dislocations isolées. Lorsque les dislocations sont parfaitement identifiables individuellement, une estimation de leur densité peut être obtenue par un comptage direct. Si les dislocations sont un peu plus nombreuses ou superposées un comptage du nombre d'intersection des dislocations avec un réseau de lignes aléatoires permet d'évaluer la densité présente dans le volume éclairé. Pour des densités de dislocations plus élevées, l'utilisation des rayons X durs refocalisés à l'ILL permet d'imager les distorsions selon différents plans cristallographiques et d'interpréter ces distorsions en terme de densité de dislocations géométriquement nécessaires en réduisant la section du faisceau incident à l'aide de fentes verticales et horizontales. Cette méthode permet de tracer des cartes de densité de dislocations géométriquement nécessaires (cf. Chapitre 5 et Annexe VII). Une autre façon de déterminer la répartition des distorsions de la microstructure et leur évolution sous chargement est l'utilisation de la réticulographie en topographie aux rayons X. La méthode proposée, qui consiste à placer une grille absorbante sur le trajet du faisceau de rayons X incident permet d'évaluer, en une seule exposition, la distribution spatiale des vecteurs de diffraction et des distorsions cristallines au sein du cristal. Ces distorsions peuvent être quantifiées en terme de densité de dislocations géométriquement nécessaires et de courbure de réseau.

CHAPITRE 4

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE GLACE

4.1 Introduction

Le but de cette étude est de mieux comprendre l'évolution microstructurale, à l'échelle des dislocations, d'échantillons de glace mono- et poly- cristallins soumis à une sollicitation mécanique. Pour cela il faut disposer de cristaux d'excellente qualité (présentant très peu de défauts), qu'il faut usiner avant de les déformer "in-situ" sous rayonnement X dans des pièces à température ambiante (20°C). Les différentes étapes permettant d'établir un protocole expérimental sont développées dans ce chapitre.

4.2 Fabrique de cristaux de glace de qualité

4.2.1 Les différents dispositifs de croissance

Tous les dispositifs de croissance que nous avons utilisés sont basés sur le même principe simple : la glace est fabriquée au laboratoire à partir d'eau ultra pure déionisée que l'on fait geler dans un gradient de température unidirectionnel contrôlé (Fig. 4.2). L'eau est obtenue à partir d'un système Millipore (MilliQ, résistivité $\approx 20 \text{ M}\Omega\text{cm}$). Les cristaux obtenus ont des grains en forme de colonnes parallèles à la direction du gradient thermique imposé et l'axe c a tendance à être perpendiculaire à la direction de croissance (Hobbs, 1974).

Plusieurs modes de croissance sont possibles :

Mode de croissance A

Cette méthode est plutôt réservée à la croissance de monocristaux. Un germe de glace monocristallin est collé dans le fond d'un cristalliseur cylindrique de 8 cm de diamètre dont la base en métal conduit la chaleur et dont la paroi cylindrique est isolante (plastique transparent). L'ensemble est placé dans une chambre froide à $0 \pm 0.2^\circ\text{C}$. De l'eau pure à $5 \pm 2^\circ\text{C}$ est ensuite versée doucement sur le germe pour fondre d'éventuelles impuretés ou défauts surfaciques. Le cristalliseur et son germe sont alors posés sur des éléments réfrigérants de type Peltier. Le gradient thermique ainsi créé entraîne une croissance verticale de la glace (Fig. 4.1). Un agitateur permet d'éviter la formation de bulles d'air dans la glace (ces bulles sont créées à partir de l'air dissous dans l'eau et qui est expurgé du réseau de la glace pendant la croissance ; l'agitateur provoque un courant d'eau liquide qui décroche les bulles formées au front de gel). La température des éléments réfrigérants est régulée afin d'assurer une croissance homogène du cristal ($\simeq 1 \text{ cm}$ par jour). Après environ un mois, on obtient un monocristal cylindrique de diamètre 8 cm et de hauteur 20 cm et dont la surface libre est bombée.

Mode de croissance B

Ce mode permet de fabriquer des blocs de glace de grandes dimensions. Pour cela on utilise un grand bac de dimensions $25 \times 25 \times 30 \text{ cm}^3$ dont les parois sont en plastique isolant thermique et la base en métal conducteur de la chaleur. La source de froid est une table réfrigérante (température réglable entre 0 et -40°C).

Plusieurs méthodes sont possibles pour initier la croissance :

- utilisation d'un germe polycristallin issu d'une poussée antérieure ;

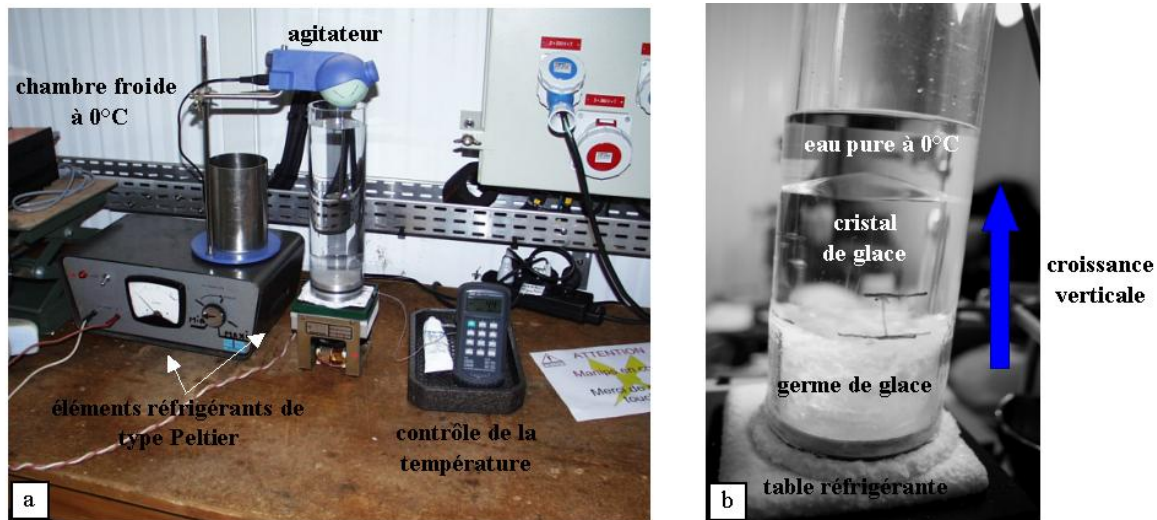


FIG. 4.1 – Dispositif de croissance à l'aide d'éléments Peltier : a) vue d'ensemble du dispositif, b) croissance dans un gradient de température vertical.

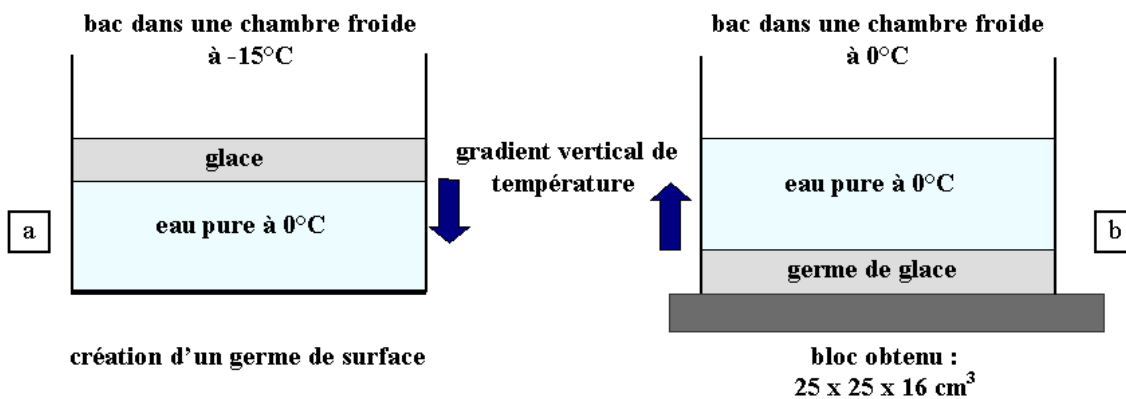


FIG. 4.2 – Dispositif de croissance avec création préalable d'un germe ; a) obtention d'un germe en surface en laissant le bloc en chambre froide à -15°C ; b) puis croissance dans un gradient de température vertical.

- utilisation d'un germe monocristallin incrusté dans une matrice de neige gelée ;
- fabrication d'un germe en laissant la surface libre d'un bac rempli d'eau pure cristalliser dans une chambre à -15°C et vidange du bac pour faire reposer le germe sur le fond (Fig. 4.1 a) ;

- démarrage sans germe de croissance en laissant la cristallisation se faire au niveau des impuretés présentes sur le fond du bac. Dans ce cas on pose directement le bac rempli de quelques cm d'eau à $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ sur la table réfrigérée à -3°C .

Lorsqu'on utilise un germe pré-existant, celui-ci est collé par regel sur le fond métallique du bac. Le bac avec ou sans germe est ensuite placé sur la table réfrigérante en chambre froide à $0 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$. Quelques cm d'eau pure à $5 \pm 2^{\circ}\text{C}$ sont versés doucement sur le germe pour fondre d'éventuelles impuretés surfaciques. Une fois la surface libre de glace fondue de quelques millimètres, le bac peut être rempli.

La croissance est toujours contrôlée par réglage de la température de la table réfrigérante. Au départ la température de la table est réglée à $-3 \pm 1^{\circ}\text{C}$ puis elle est abaissée de

1°C chaque fois que la vitesse de croissance devient inférieure à 5 mm/jour (Fig. 4.2 b).

Dans ce dispositif, un agitateur peut être utilisé pour éviter la formation de bulles d'air.

Mode de croissance C

Higashi (1988) a montré que les contraintes d'origine thermique créées sur l'échantillon au niveau du col d'un récipient rigide sont à l'origine d'une forte densité de dislocations vis au voisinage de la paroi. On peut donc penser que la rigidité ou les imperfections de la paroi sont des facteurs limitants pour la qualité cristalline, l'augmentation de volume pendant la croissance pouvant générer des contraintes internes dans la glace. Pour étudier ce phénomène, nous avons utilisé un récipient aux parois dilatables (type ballon gonflable) avec un fond métallique. Un germe de glace polycristallin est collé sur le fond et après fonte des imperfections de surface avec de l'eau à $5 \pm 0.5^\circ\text{C}$, le contrôle de la température de la table réfrigérante permet d'assurer une croissance verticale homogène.

Mode de croissance D

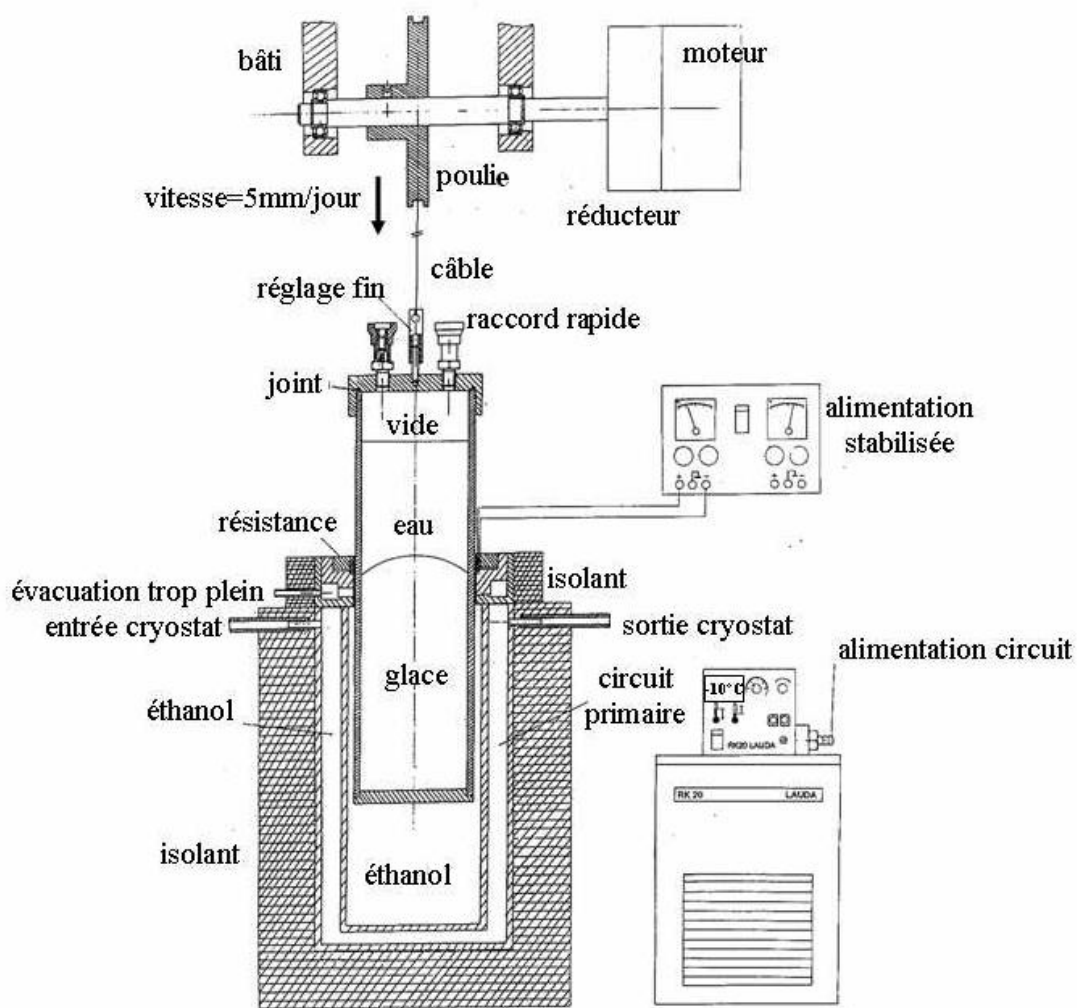


FIG. 4.3 – Croissance par la méthode de Bridgman, Thibert and Dominé (1997).

Ce mode de croissance est une version de la méthode de Bridgman adaptée à la glace par Thibert and Dominé (1997). Un germe de glace monocristallin est collé à -15°C dans

un cristalliseur en plexiglas de diamètre 8 cm. L'ensemble est ensuite placé en chambre froide à $0 \pm 0.2^\circ\text{C}$ jusqu'à obtention de l'équilibre thermique. De l'eau pure à 0°C , dégazée par ébullition, est versée sur l'échantillon et la pression dans le tube est abaissée à 6 mbar. Le tube est plongé progressivement dans un bain cryostatique à $-10 \pm 1^\circ\text{C}$ de telle sorte que la frontière glace-eau reste au niveau d'une résistance chauffante destinée à fondre d'éventuels défauts de surface (Fig. 4.3). L'échantillon est descendu dans le bain à la vitesse de 5 mm par jour. Une croissance typique dure environ deux mois.

Le Tableau III.1 de l'annexe III récapitule les différentes méthodes utilisées ainsi que les qualités cristallines obtenues.

4.2.2 Influence du gradient thermique lors de la croissance

Les capacités d'isolation thermique de la glace (Llibouty, 1964) modifient le gradient thermique pendant la croissance. A température de la table réfrigérante ou de l'élément Peltier constante, plus l'épaisseur de glace augmente, plus le gradient de température entre la face froide et le front de gel diminue, entraînant un ralentissement de la croissance. Nous avons étudié comment les variations du gradient thermique influent sur la morphologie et la microstructure des échantillons.

Après environ un mois de croissance à une vitesse inférieure à 10 mm par jour en utilisant la méthode B, la glace présente à l'œil nu, à l'interface avec l'eau à 0°C , des grains de forme presque hexagonale avec des joints quasi-rectilignes à 120° (cf. Tableau en Annexe III, lame mince numéro 3) qui sont à peu près perpendiculaires à la surface du front de gel (Fig. 4.4).

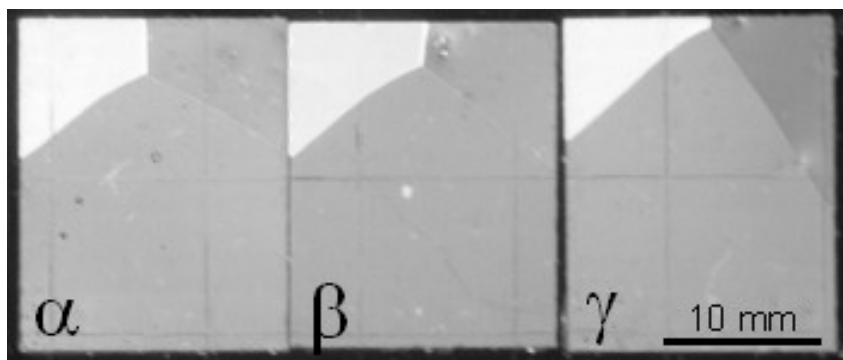


FIG. 4.4 – Tricristaux prélevés à des altitudes différentes dans un même bloc de glace de 15 cm d'épaisseur obtenu par la méthode B. Les tricristaux α , β et γ ont été prélevés respectivement à 3 mm, 15 mm et 30 mm de la surface du bloc (front de gel). A température de la table réfrigérante constante, le tricristal γ a été créé dans le gradient thermique le plus élevé et la température à son niveau a diminué au cours du temps, tandis que α a été créé dans le gradient thermique le plus faible et est resté à une température proche de 0°C . On observe une évolution des joints de grains en cours de croissance.

Une analyse microstructurale par RX durs refocalisés a été réalisée sur deux des trois tricristaux découpés à des hauteurs différentes dans les trois mêmes grains colonnaires d'un même bloc (Figs. 4.4 et 4.5). Les deux tricristaux les plus près de la surface libre ont, en plus de leur morphologie, des qualités cristallines légèrement différentes (Fig. 4.6). Le cristal α découpé à 3 mm de la surface présente une qualité supérieure à celle de β découpé à 15 mm. Les analyses des topogrammes d'autres cristaux découpés dans un même bloc et observés à l'ESRF confirment également cette tendance (Fig. 4.7).

Ainsi, pour la méthode de croissance B, la partie du bloc de glace la plus proche de la table réfrigérante (Fig. 4.4 et Fig. 4.5, tricristal γ), donc qui subit la variation

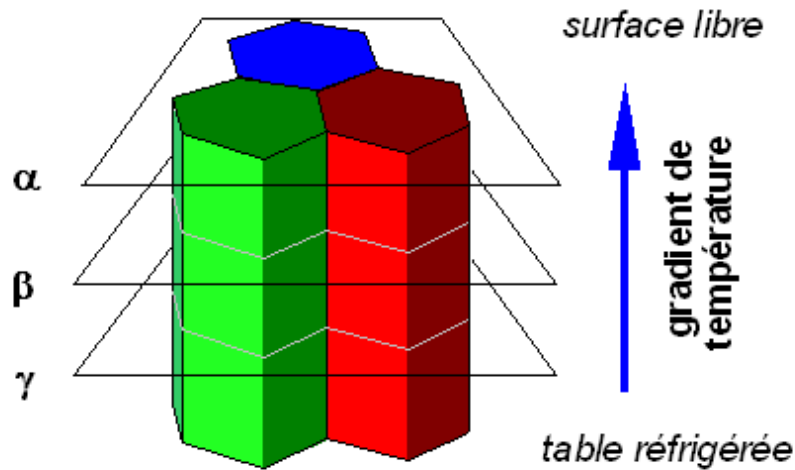


FIG. 4.5 – Localisation dans trois colonnes de glace de trois tricrostaux voisins de microstructures théoriquement identiques, tels ceux de la Figure 4.4.

de température la plus importante (création à 0°C , puis refroidissement tendant vers la température de consigne de la table réfrigérante), voit sa microstructure plus perturbée. Ceci a été confirmé par d'autres expériences. Il est cependant courant d'avoir des densités de dislocations variant de plusieurs ordres de grandeur d'un grain à l'autre et ce à la même profondeur au sein d'un même bloc. Ceci est lié aux différences d'orientation cristalline des grains qui créent des contraintes internes différentes d'un grain à l'autre en cours de croissance.

4.2.3 Influence de l'orientation des plans de base durant la croissance

Lors de la croissance dans un gradient de température unidirectionnel les grains ont tendance à pousser soit dans la direction de l'axe c (glace S1), soit dans une direction perpendiculaire à l'axe c (glace S2) (e.g. Michel and Ramseier, 1971). Ces deux directions privilégiées s'expliquent par le fait que la conductivité thermique est légèrement plus forte ($\approx 5\%$) dans la direction de l'axe c , alors que la vitesse de croissance est plus grande dans la direction perpendiculaire, probablement à cause des émergences de dislocations vis basales qui constituent de bons sites d'accrochage (Fletcher, 1970).

Nos mesures montrent que plus les grains présentent un axe c proche de la direction de croissance (direction du gradient de température vertical), plus la densité de dislocation devient importante.

La figure 4.8 montre ainsi deux grains dont les axes c sont hors du plan perpendiculaire à la direction de croissance, analysés aux X durs refocalisés. Les dislocations sont visibles individuellement mais leur densité est importante, de l'ordre de 10^8m.m^{-3} .

La figure 4.9 compare deux cristaux issus du même bloc de glace et ayant donc subi les mêmes conditions de croissance et de stockage. Dans le cas où l'axe c est perpendiculaire à la direction de croissance la qualité cristalline est bonne et la densité de dislocations géométriquement nécessaires est de l'ordre de 10^7m.m^{-3} . En revanche, le cristal qui a poussé avec son axe c parallèle à la direction de croissance montre une forte distorsion de ses plans réticulaires. Elle conduit à une densité de dislocations géométriquement nécessaires beaucoup plus forte, de l'ordre 10^9m.m^{-3} dans le plan de base.

L'analyse de ce cristal à axe c vertical avec une fente horizontale montre une mosaïcité faible (0.017°) dans le plan de base. L'élargissement de la tache est due à la superposition des distorsions, la partie haute de la tache est assez bonne mais plus on descend dans

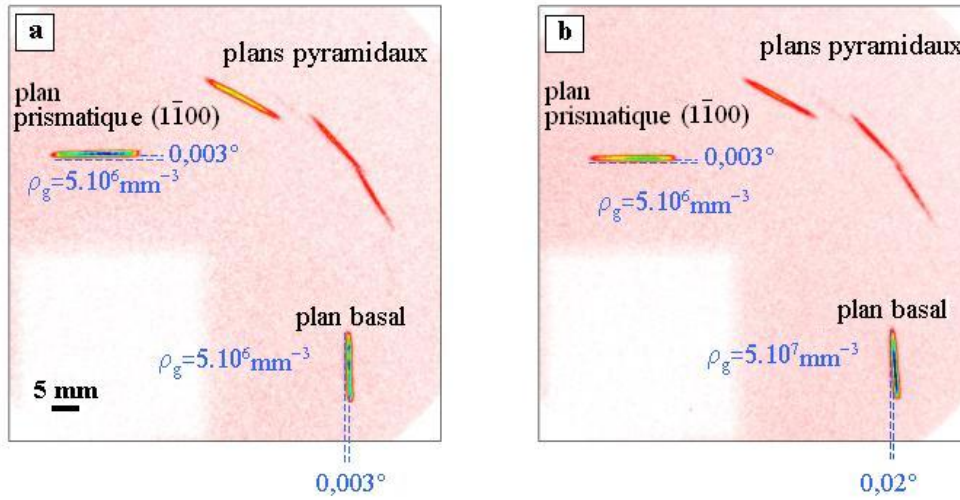


FIG. 4.6 – Clichés de diffraction X refocalisés des tricristaux de la figure 4.4. a) Le tricristal α le plus proche de la surface présente une très bonne qualité cristalline. b) Le tricristal β situé en dessous de α montre une distorsion du plan de base qui augmente la densité de dislocations géométriquement nécessaires ρ_g d'un ordre de grandeur par rapport au cristal α .

le cristal, plus la distorsion augmente. Le haut de la tache du plan prismatique montre l'existence d'un sous joint représentant une distorsion géométrique de 0.03° (deux pics d'intensité sont visibles sur la Figure 4.9 d). L'allure du cliché de diffraction peut être expliquée par une distorsion du plan de base autour d'un axe a (probable flexion des plans de base due aux dislocations coin comprises dans ce plan). Les dislocations vis présentes dans le plan de base participeraient également à la rotation des plans prismatiques et pyramidaux d'où la distorsion également observée de ces plans.

Il faut noter que la croissance a été arrêtée lorsque le bloc avait atteint une hauteur de seulement 6 cm. Le cristal d'axe c perpendiculaire à la direction de croissance a été prélevé à 1.9 cm de la surface, tandis que celui d'axe c parallèle à la direction de croissance était à 3.4 cm de la surface. On peut donc se demander si un gradient de température plus fort n'est pas à l'origine du bouleversement cristallographique observé. La figure 4.7 montre que les défauts d'origine thermique n'entraînent pas une dégradation de la qualité cristalline aussi importante que celle due à l'orientation de l'axe c .

En conclusion, une croissance avec l'axe c perpendiculaire au gradient de température nécessite beaucoup moins de réarrangement de la microstructure pour accommoder la croissance. Ce type de grains doit donc être préféré aux grains dont les plans de base sont perpendiculaires à la direction de croissance.

4.2.4 Influence de la rigidité des parois du cristalliseur

L'expérience numéro 9 du Tableau III.1 de l'Annexe III a été faite en utilisant un récipient extensible en caoutchouc, ce qui aurait dû permettre de diminuer les contraintes mécaniques liées aux parois rigides. Malheureusement, l'observation par topographie X a montré que la qualité des cristaux obtenus de cette façon ne permet pas l'observation de dislocations individuelles. Néanmoins, il n'est pas possible de conclure que des parois souples sont inutiles parce que la qualité du germe utilisé n'avait pas été déterminée. Une investigation plus poussée serait donc souhaitable. Quelle que soit la nature de la paroi, son voisinage peut éventuellement être soumis à des contraintes thermomécaniques internes, notamment à cause de la perturbation du gradient thermique (défaut d'isolation). Ces contraintes internes se traduisent en des défauts de croissances de type dislocations

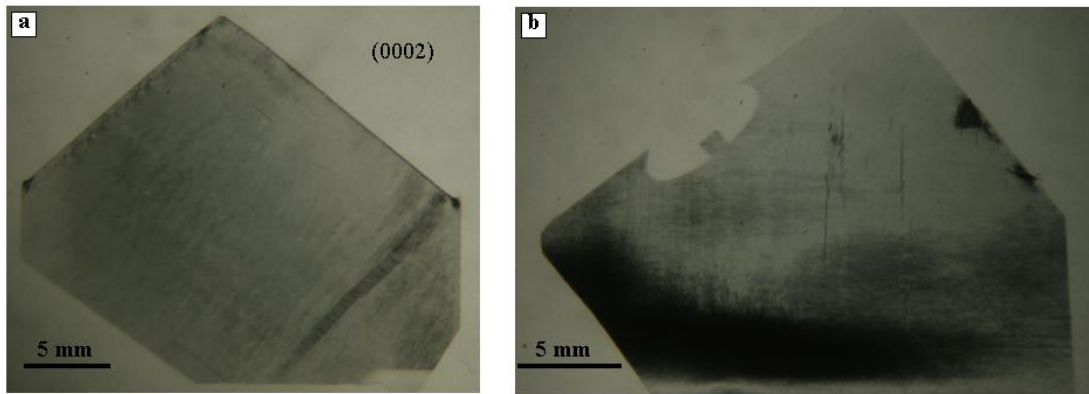


FIG. 4.7 – Topogrammes des plans de base de deux cristaux voisins obtenus en topographie X synchrotron (lumière blanche). a) Le cristal α découpé à 3 mm sous la surface du front de gel présente une faible densité de dislocations de vecteurs de Burgers hors du plan de base. Seul un sous-joint est visible sur le topogramme. b) Le topogramme du cristal γ découpé à 30 mm sous la surface montre un contraste plus important lié à une distorsion du cristal.

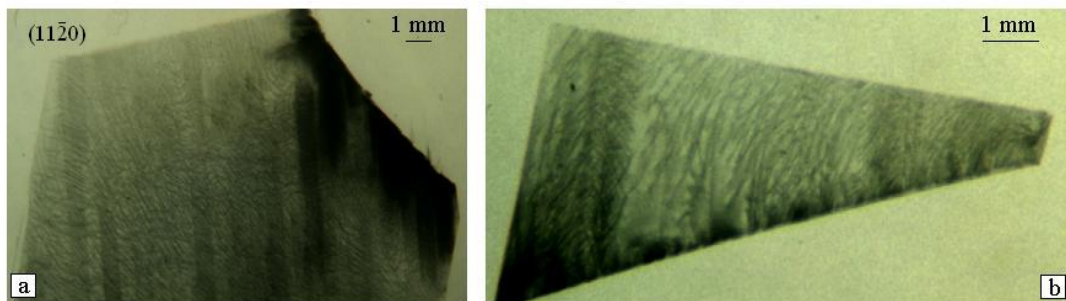


FIG. 4.8 – Topogrammes de deux grains prélevés à 3 mm de la surface du bloc dont ils sont issus. L'axe c du grain a) est à 15° hors du plan perpendiculaire à la direction de croissance, celui du grain b) est à 30° hors de ce plan. Le plan diffractant du topogramme du grain b) n'a pas pu être déterminé.

(Higashi, 1988). Afin de s'affranchir de cette difficulté les échantillons ont toujours été prélevés loin des bords rigides et plutôt au centre du bloc de glace.

4.2.5 Protocole de croissance adopté

Sur la base de tous nos essais, la qualité optimale des échantillons est obtenue avec le type de poussée numéro 3 du Tableau III.1 de l'Annexe III. Les cristaux fabriqués par cette méthode, prélevés près de la surface libre et avec leur axe c perpendiculaire à la direction de croissance présentent une bonne qualité.

Le protocole de croissance que nous avons établi est le suivant :

- **contrôle de la température** : il est indispensable afin d'assurer une croissance lente (≤ 10 mm par jour). Ceci est confirmé par les expériences d'Higashi (1988) qui affirme qu'une vitesse de croissance supérieure à 1 cm par jour entraîne inexorablement des cristaux de mauvaise qualité. Pour cela les dispositifs de croissance doivent être placés dans une chambre froide à $0 \pm 0.2^\circ\text{C}$ sur une table réfrigérante dont la température varie entre -3 et -8°C . Une température plus basse de la chambre froide entraîne une cristallisation aléatoire initiale dans le volume de l'eau et non une germination de cristaux à partir du fond du bac. La température faiblement négative de la table réfrigérante assure une croissance lente dès le début de la cristallisation. Le réglage de cette température en cours de croissance doit assurer de maintenir une vitesse de croissance comprise entre 5 et 10 mm

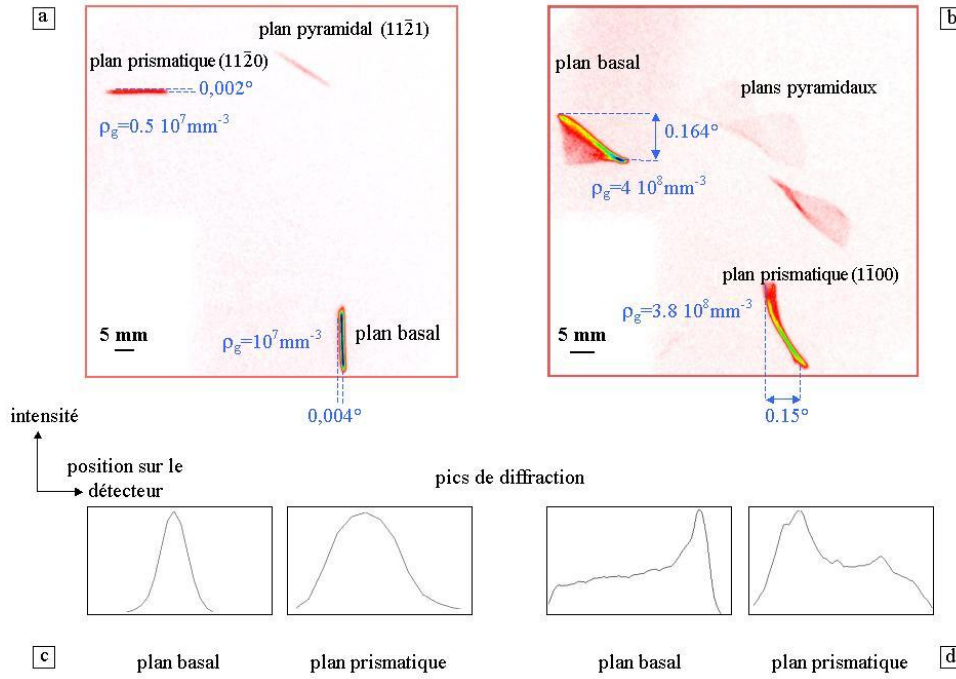


FIG. 4.9 – Clichés de diffraction X refocalisés de deux cristaux issus du même bloc de glace. a) l'axe c est perpendiculaire à la direction de croissance. b) l'axe c est parallèle à la direction de croissance. c) Pics de diffraction correspondant au cristal (a). d) Pics de diffraction correspondant au cristal (b).

par jour ;

- **agitation de l'eau** : pour éviter de perturber la croissance nous n'utilisons pas d'agitateur. Selon Michel and Ramseier (1971) la glace de rivière est constituée de grains en forme de colonnes dont les axes c sont horizontaux et parallèles au sens du courant. Comme l'agitateur a tendance à créer un vortex au niveau du front de gel, on peut donc supposer que l'axe c ne peut pas conserver une orientation stable dans ces conditions, ce qui va se traduire par des distorsions cristallographiques ;

- **renouvellement de l'eau** : pour éviter une concentration d'impuretés dans l'eau et la formation de bulles au front de gel, l'eau est renouvelée journalièrement. La croissance étant de longue durée (≈ 1 mois) il est inévitable que des particules de toutes sortes viennent polluer l'eau. D'autre part l'air étant rejeté du réseau de la glace sa concentration dans l'eau a tendance à augmenter, et donc il y a formation de bulles en l'absence d'agitation. Le renouvellement régulier de l'eau permet de minimiser ces deux difficultés. En pratique on procède à une vidange du bac puis à un remplissage, d'abord avec un peu d'eau chaude ultra-pure à 5°C pour fondre l'interface glace-eau sur 1 à 2 millimètres et éviter une cristallisation immédiate de l'eau rajoutée, puis on complète avec de l'eau à 0.2°C ;

- **choix du germe initial** : ce point n'a pas pu être validé par des expériences concluantes. En effet, les germes utilisés lors de l'étude sur la croissance (numéros 5 à 11 du Tableau III.1 en Annexe III) soit se sont avérés a posteriori être de mauvaise qualité cristalline, soit ne pouvaient pas être analysés aux X durs refocalisés et sont donc de qualité indéterminée. Par voie de conséquence, il n'est pas possible de trancher entre la qualité de cristal obtenue avec un germe de très bonne qualité et celle obtenue par une croissance spontanée sans germe. Le topogramme du plan prismatic d'un échantillon extrait d'un bloc fabriqué par croissance à partir d'un germe de surface (numéro 5 des Tableaux III.1 et III.2 en Annexe III) montre une densité de dislocations faible avec des sous joints faible-

ment marqués pour ce plan réticulaire. Bien que les distorsions soient faibles pour le grain analysé, les autres cristaux de ce bloc présentaient sous lumière polarisée des sous-joints et des joints de grains peu rectilignes.

Une vingtaine d'échantillons ont été élaborés en suivant ce protocole. Parmi eux seulement trois échantillons ont des qualités cristallines mauvaises.

On peut voir en Annexe III deux exemples de microstructures de bonne qualité obtenues à partir de ce protocole (Tableau III.1, numéro 3) : un cliché de diffraction aux RX refocalisés d'un tricristal et le topogramme obtenu en topographie X-synchrotron d'un autre cristal (numéros 3 du Tableau III.2). Ces deux images de la microstructure attestent de la qualité obtenue avec notre technique puisque les densités de dislocations, de l'ordre de 10^6m.m^{-3} , sont très faibles par rapport à celles observées dans d'autres cristaux ou bien à celles couramment observées dans la glace (Mansuy, 2001).

4.3 Préparation des échantillons

Après une sélection à l'œil nu en lumière polarisée des grains de glace de bonne qualité (couleur uniforme des grains, joints rectilignes, point triple à 120°) ceux-ci sont usinés afin d'obtenir des échantillons adaptés aux essais mécaniques et aux observations en topographie.

Influence de l'usinage sur la qualité cristalline

Les cristaux doivent être usinés pour obtenir des lames de faible épaisseur de dimensions $17 \times 21 \times 1 \text{ mm}^3$, en faisant en sorte que l'axe c du monocristal, ou du plus gros grain dans le cas d'un tricristal, soit contenu dans le plan de la lame (à $\pm 5^\circ$) pour approcher au mieux une déformation plane lors des essais de compression. Dans cet objectif, une méthode particulière de fraisage a été mise au point (voir Annexe I). L'usinage d'un échantillon nécessite environ 3h de travail en chambre froide à -10°C .

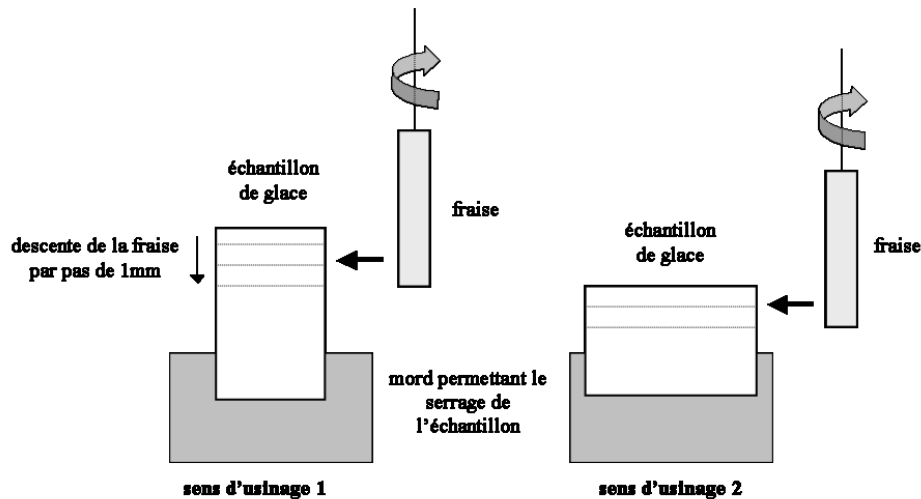


FIG. 4.10 – Différents sens possibles pour usiner une face de l'échantillon : passage de la fraise perpendiculairement (Usinage 1) et parallèlement (Usinage 2) à la plus grande dimension de l'échantillon.

L'usinage ne semble pas trop induire de défauts cristallins supplémentaires puisque les cristaux que nous avons analysés en contiennent suffisamment peu pour permettre l'observation de dislocations individuelles. Cependant, nous avons noté pour chaque usinage le sens du passage de la fraise sur les grandes faces de l'échantillon (soit dans le sens de

la hauteur, soit dans celui de la largeur, cf. Fig. 4.10) pour aider à l'interprétation des clichés de diffraction (cf. Chapitre 5).

4.4 Dispositif et protocole de maintien au froid

Les éprouvettes doivent être usinées, conservées, transportées, puis testées à une température la plus constante possible afin d'éviter tout problème d'évolution microstructurale due à un changement brutal de température. Si un échantillon subit un choc thermique il peut y avoir génération de contraintes internes qui vont modifier sa microstructure. Il faut évidemment éviter la fonte partielle ou totale de l'échantillon au cours des manipulations.

Un exemple de modification de la microstructure consécutive à une variation de température est illustré par la Figure 4.11.

4.4.1 Histoire thermique des échantillons

Comme la croissance est réalisée dans une chambre froide à 0°C , une première étape consiste à amener progressivement le bloc de glace à -15°C (en 24h environ) dans une chambre froide où s'effectue la découpe et l'orientation des lames minces destinées à sélectionner les cristaux (mono ou tri-cristaux) qui seront testés mécaniquement. Les parties intéressantes du bloc sont découpées à la scie à ruban dans cette même chambre froide. Pour des raisons techniques, la température de cette chambre n'a pas pu être modifiée. Le reste des opérations est poursuivi à -10°C . Cette température a été choisie car elle se situe loin du point de fusion tout en permettant une vitesse de déformation viscoplastique suffisamment élevée lors des expériences de diffraction. Les ébauches sont ramenées progressivement à -10°C puis usinées pour obtenir les échantillons dans leur forme définitive. Les échantillons sont ensuite conservés à -10°C dans des boîtes remplies de kérosène. Le kérosène présente l'avantage majeur de rester liquide à basse température (température de congélation inférieure à -50°C) et de ne pas attaquer chimiquement la glace. Il a été constaté que des échantillons de 1mm pouvaient rester un an dans le kérosène en se sublimant seulement dans les angles (Fig. 4.12). La conservation prolongée dans le kérosène permet une légère sublimation de l'échantillon qui semble favoriser la disparition des contrastes dus aux défauts de surface au cours des essais de compression. De plus, il est souhaitable de préparer les échantillons suffisamment à l'avance pour leur laisser le temps de relaxer les contraintes résiduelles de croissance et d'usinage.

4.4.2 Cellule réfrigérée

Les salles de manipulation de topographie (ILL et ESRF) fonctionnant à température ambiante de 20°C , l'échantillon doit être placé dans une cellule réfrigérée. Une cellule transparente aux rayons X, réfrigérée par détente d'azote, est disponible sur la ligne ID19 de l'ESRF (Fig. 4.13). L'échantillon est posé sur un plot en cuivre en contact avec la gamelle de détente d'azote à environ -60°C . Dans ces conditions le gradient thermique entre le bas et le haut de l'échantillon est très fort (de l'ordre de -25°C par cm). Cette cellule a donc été modifiée pour essayer d'homogénéiser au mieux la température de l'échantillon.

La cellule que nous avons développée (Fig. 4.14) est constituée d'une double paroi fine en polycarbonate. La double paroi permet le passage d'azote chaud évitant la condensation. L'échantillon n'est plus en contact thermique direct avec la gamelle de détente d'azote et le refroidissement est assuré par une circulation d'azote gazeux froid. L'écart de température enregistré par les capteurs placés en haut et en bas de l'échantillon est

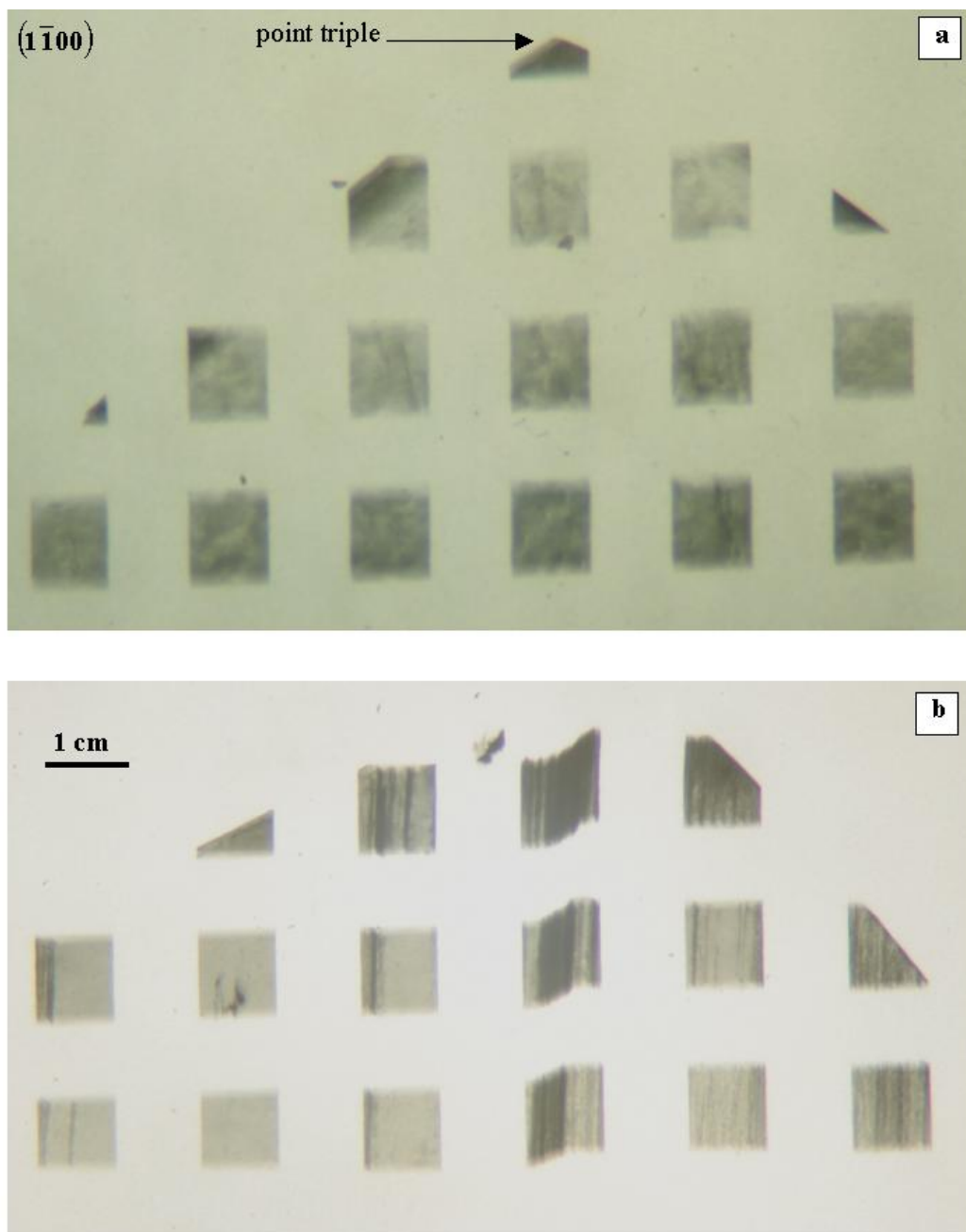


FIG. 4.11 – Evolution de la microstructure d'un tricristal ayant subi une variation de température au cours de son stockage d'une durée de 5 mois à la température de consigne de -10°C (la température est remontée accidentellement jusqu'à environ -2°C en quelques jours et est restée à ce niveau pendant 1 mois avant d'être rétablie à -10°C). a) Topogramme d'un plan prismatique du tricristal réalisé avant le stockage ; b) Topogramme du même plan prismatique du même tricristal après stockage. Même si la résolution n'est pas excellente, on observe les fortes distorsions de la tache diffractée.

de l'ordre de $1.5 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Cet écart est dû au fait que le volume à refroidir est relativement important (0.5 litre) alors que les contraintes d'encombrement et de visibilité de l'échantillon (par le faisceau X) ne permettent pas d'installer un système de forçage de la circulation d'azote.

Pour ne pas perturber thermiquement l'échantillon nous avons toujours travaillé avec une température de la cellule au plus près de -10°C . Cependant le dispositif actuel ne permet pas de garantir une stabilité correcte de cette température parce que :

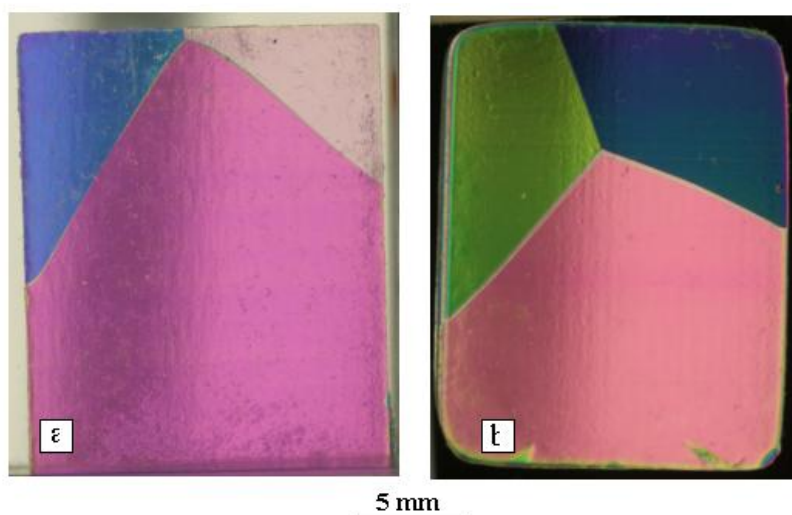


FIG. 4.12 – Comparaison de l'état morphologique de deux échantillons usinés en Février 2005 et observés sous lumière polarisée en Mai 2006. a) L'échantillon a été conservé dans du kérosène à -10°C . On observe un léger arrondi des deux coins supérieurs. b) L'échantillon a été conservé dans les mêmes conditions mais est resté 3 jours hors du kérosène en étant placé entre deux vitres limitant la sublimation. On note dans ce cas un arrondi des coins beaucoup plus important, ainsi qu'une diminution de la hauteur et de la largeur de l'échantillon de 0.5 mm.

- la détente d'azote étant faite par pompage sur un vase Dewar, l'intérieur de la cellule est en dépression et par suite le moindre défaut d'étanchéité se traduit par un pompage d'air ambiant à 20°C ;
- d'autre part le système de pompage d'azote n'est pas régulé.

4.5 Dispositif de compression

Les échantillons sont placés dans une presse miniature à l'intérieur de la cellule réfrigérée (Fig. 4.14). Ces lames de glace d'épaisseur 1 mm sont comprimées sur une de leurs tranches. Pour éviter le flambement (ou flambage) et approcher au mieux des conditions de déformation plane, elles sont placées entre deux plaques transparentes. Ces plaques interchangeables sont soit en polycarbonate afin de limiter l'absorption des rayons X lorsqu'on étudie les échantillons en topographie, soit en verre pour les essais en laboratoire froid afin de ne pas être gêné par la polarisation du plastique lors de la prise de photographies en lumière polarisée. Pour les essais réalisés sous X-durs refocalisés, du fait de la haute énergie des rayons X on peut indifféremment utiliser le verre ou le polycarbonate. Dans les deux cas, ces protections limitent la sublimation de la glace en cours d'essai.

Deux tranches opposées de la lame de glace sont libres et la contrainte de compression est appliquée sur les deux autres tranches. A cette fin, un couteau en polycarbonate est appliqué contre la tranche supérieure via un soufflet gonflé à l'air comprimé dont la pression est réglée à distance.

La presse est constituée de deux parties facilement démontables : une partie "bâti" comprenant la poutre inférieure, les deux montants latéraux et les plaques transparentes, et une partie "vérin" comprenant le couteau mobile (poutre supérieure) et le soufflet gonflable. La partie bâti comporte un support articulé permettant d'incliner la presse par rapport à la verticale.

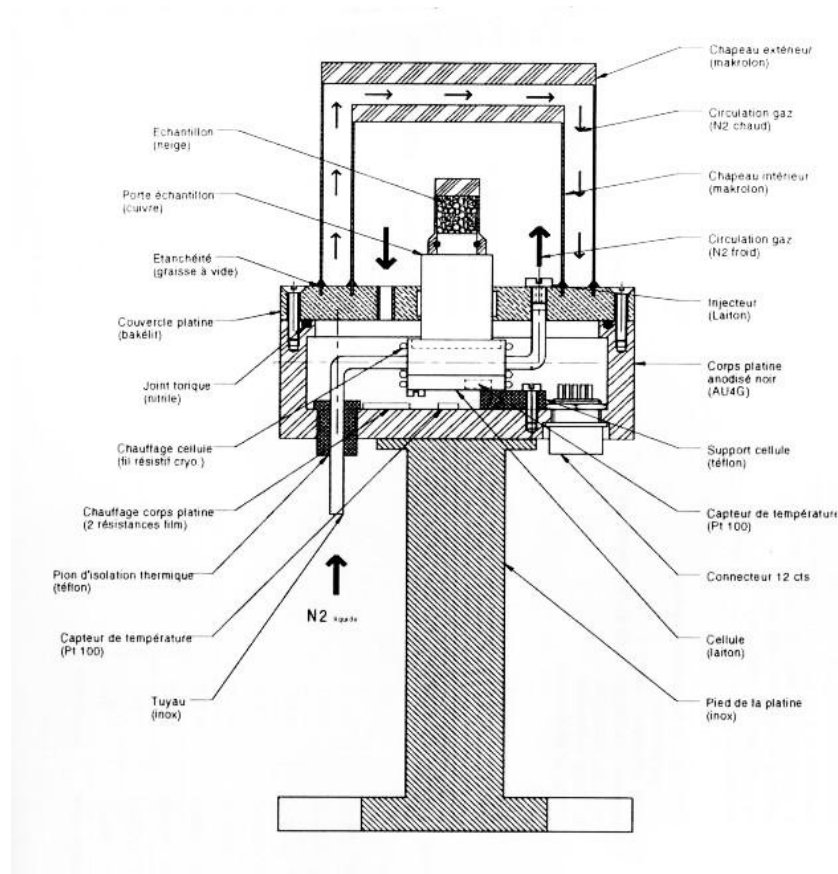


FIG. 4.13 – Schéma du cryostat disponible sur la ligne ID19 de l'ESRF (source ESRF-ID19).

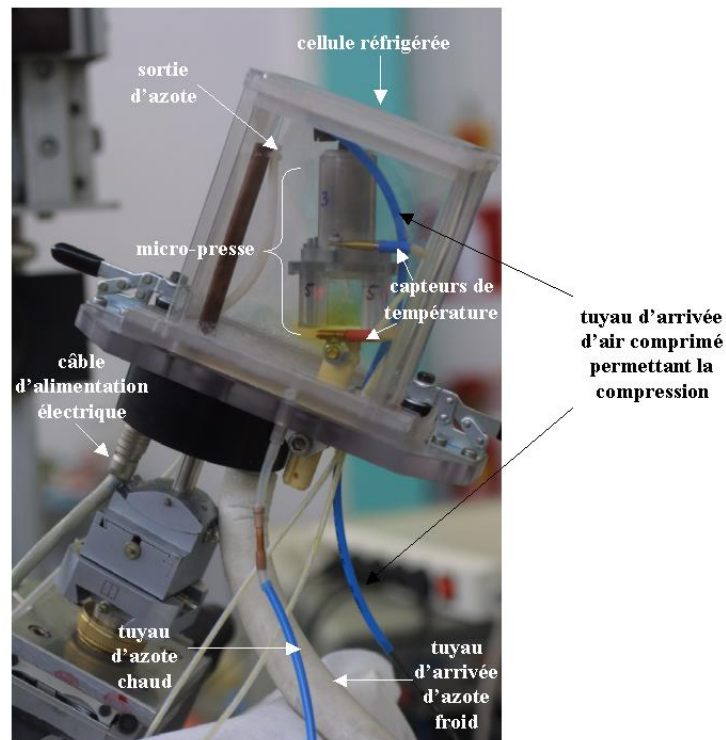


FIG. 4.14 – Dispositif expérimental pour compression *in situ* dans une pièce à température ambiante.

4.5.1 Essais en chambre froide

Le dispositif de compression peut être directement utilisé en chambre froide à -10°C (hors de la cellule). La micro-presse est placée entre un analyseur et un polariseur croisés. Du fait de la biréfringence de la glace ($n_o=1.3106$, $n_e=1.312$, Lliboutry, 1964) les cristaux de différentes orientations cristallographiques apparaissent sous différentes couleurs. Il est possible de suivre l'évolution d'un mono ou tri-cristal soumis à une compression en déformation plane en prenant des photos à intervalles réguliers. Un dispositif permet de basculer la presse sous une loupe binoculaire afin d'observer plus en détails l'évolution de la microstructure (localisation de la déformation et sous-joints dans le cas d'un monocristal ou tricristal; évolution des joints de grains et du point triple pour un tricristal).

4.5.2 Essais in-situ sous rayons X

Afin de limiter les manipulations hasardeuses d'échantillons dans les salles de manipulation chaudes la micro-presse a été réalisée à plusieurs exemplaires. Chaque échantillon peut donc être inséré dans sa propre presse en chambre froide à -10°C , ce qui sécurise les manipulations ultérieures. Afin de faciliter la recherche des orientations cristallographiques en topographie X, l'articulation du support de presse est réglée pour amener l'axe c en position verticale ou horizontale.

Pour le voyage entre le laboratoire et le site de l'ESRF et de l'ILL, les micro-presses sont rangées dans un réfrigérateur à -10°C .

Lors d'un essai typique une micro-presse doit être sortie du réfrigérateur et installée dans la cellule réfrigérée dans un laps de temps très court (≈ 2 min.). Après réglage de l'orientation du cristal dans l'espace permettant d'observer les plans cristallographiques désirés, l'essai de compression proprement dit peut commencer. L'évolution in situ de la microstructure est suivie en prenant des clichés aussi rapidement que possible. La cadence est de l'ordre de deux clichés par minute pour les X-durs refocalisés et de un cliché toutes les trois minutes, au mieux, pour la topographie synchrotron à cause des mesures de sécurités qui sont beaucoup plus contraignantes.

4.6 Conclusion

Une méthodologie pour la croissance de cristaux de glace à faible densité de défauts de type dislocations ou sous-joints de grains a été établie. Ce protocole se base sur l'utilisation d'eau pure dans une chambre froide à 0°C , une cristallisation spontanée sans germe de croissance, pas d'agitation de l'eau pendant la croissance et renouvellement journalier de l'eau, l'utilisation d'un bac de grandes dimensions pour limiter les effets de bord, une température contrôlée pour limiter la vitesse de croissance à 1 cm par jour.

Une fois le bloc de glace obtenu, une sélection optique des cristaux est réalisée sous lumière polarisée. Les cristaux retenus sont usinés par fraisage pour obtenir des échantillons en forme de lames rectangulaires d'épaisseur 1 mm. Ces échantillons sont ensuite comprimés en déformation plane à l'aide d'une micro-presse. Le suivi de la déformation peut s'effectuer soit macroscopiquement sous lumière polarisée en chambre froide à -10°C , soit à température ambiante à l'ILL ou à l'ESRF grâce à une cellule de refroidissement régulée à -10°C .

CHAPITRE 5

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX POUR LES MONO ET MULTI-CRISTAUX

Ce chapitre présente les résultats des essais de compression effectués sur des monocristaux et des tricristaux. Les observations de la déformation se font à différentes échelles : de celle du grain par observation à l'œil nu ou à la loupe binoculaire en lumière polarisée, à celle de la microstructure par diffraction des rayons X. Les différences des réponses aux sollicitations mécaniques du monocristal et d'un grain du multicristal sont liées essentiellement à la présence du joint de grains et aux compatibilités ou incompatibilités de déformations inter-granulaires. C'est pourquoi, une attention plus particulière est portée sur les mécanismes de déformation des tricristaux en raison de la présence des joints de grains et du point triple. Pour plus de lisibilité, la plupart des observations faites sur chaque échantillon en cours de déformation, soit au laboratoire, soit sous rayonnement X, sont reportées en Annexe IV.

Les échantillons étudiés sont des lames de dimensions $17 \times 21 \times 1 \text{ mm}^3$. La direction de compression est notée \mathbf{Pr}_3 . Le plan de la lame de glace est le plan $(\mathbf{Pr}_2, \mathbf{Pr}_3)$. La notation utilisée pour repérer les grains A, B, et C d'un tricristal est donnée sur la Figure 5.1. La dénomination M ou T de chaque échantillon indique soit un monocristal soit un tricristal, et le nombre qui suit renseigne sur l'inclinaison de la projection de l'axe c du monocristal, ou du grain principal A dans le cas d'un tricristal, dans le plan de la lame par rapport à la direction de compression \mathbf{Pr}_3 . Ainsi un tricristal dont l'axe c du grain A est à 75° de l'axe de compression est nommé T75-n où n permet de différencier plusieurs tricristaux dont les grains A ont la même orientation. Pour distinguer les échantillons découpés dans les mêmes colonnes d'un bloc (clones) nous précisons l'altitude (α), (β) ou (γ) de découpe (cf. Fig. 4.5).

5.1 Résultats obtenus sur des monocristaux

Pour étudier la réponse du monocristal en déformation plane nous avons usiné les échantillons de telle façon que l'axe c soit dans le plan de la lame (ou au plus près). Nous nous sommes intéressés plus particulièrement à deux configurations : l'axe c est soit proche de la direction de compression (axe c incliné d'environ 15° par rapport à l'axe de compression \mathbf{Pr}_3), soit proche de la perpendiculaire à la direction de compression (axe c à environ 75° de l'axe de compression). A partir des clichés de diffraction obtenus à l'ILL (X-durs refocalisés) ou à l'ESRF (topographie X-synchrotron), qui donnent les orientations cristallines dans le repère de la salle de mesure, il est possible d'utiliser les résultats de l'Annexe V pour déterminer précisément les composantes des axes cristallins a et c dans le repère lié à la presse (fig : 5.1).

Sur les 9 monocristaux comprimés à l'ESRF et les 3 comprimés à l'ILL seuls les plus typiques sont reportés en Annexe IV. Les observations les plus caractéristiques sont exposées ci-dessous.

5.1.1 Observations de l'état microstructural initial

Les clichés de diffraction obtenus en X-durs refocalisés permettent de quantifier globalement la qualité du cristal. Par exemple, la Figure IV.5, visible en annexe IV, montre que le cristal M75-2(α) est de très bonne qualité. La faible densité de dislocations calculée à partir de la formule de Ashby (1970) (Equation 3.3, Chapitre 3) est de l'ordre de

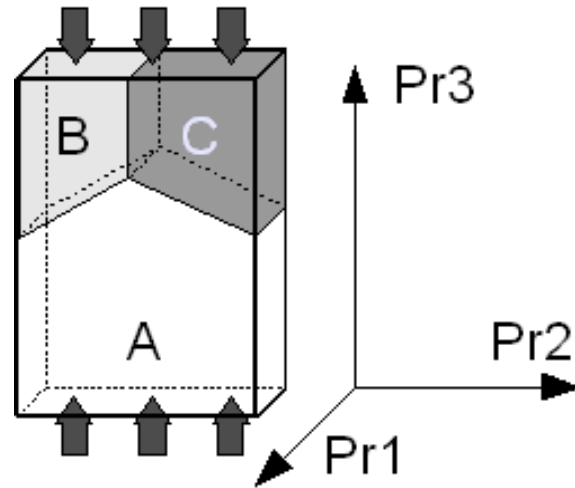


FIG. 5.1 – Représentation schématique d'un échantillon tricristallin et du repère lié à la presse d'axes $\{\mathbf{Pr}_1, \mathbf{Pr}_2, \mathbf{Pr}_3\}$. Le grain principal est noté A et les deux grains supérieurs B et C. Les plans de joints de grains sont perpendiculaires aux grandes faces de l'échantillon.

10^6m.m^{-3} . Elle devrait permettre l'observation de dislocations individuelles en topographie X.

Les topogrammes obtenus en lumière polychromatique avant chargement, pour le cristal M75-1(α), attestent d'une très faible quantité de dislocations (cf. Fig. IV.3, Annexe IV) : la méthode de comptage direct (Equation 3.2, Chapitre 3) permet d'estimer leur densité à 10^6m.m^{-3} . Concernant ce monocristal :

- Les dislocations préexistantes, dues à la croissance, aux conditions d'usinage et de stockage, ne semblent pas réparties de façon homogène dans le cristal. A part quelques zones très limitées, les bords du cristal ne présentent pas davantage de défauts que le cœur.
- Les lignes de dislocations visibles sur le topogramme du plan $(\bar{1}010)$ (Fig. IV.3) sont alignées dans la direction du vecteur de diffraction, donc perpendiculaires à l'axe c .
- Les dislocations sont presque toutes invisibles sur le topogramme du plan de base hormis quelques courts segments (Fig. 5.2). On peut donc, d'après les conditions d'extinction (2.5) (Chapitre 2) en déduire que les dislocations observées dans les autres topogrammes sont majoritairement basales. Les dislocations visibles sur le topogramme du plan $(\bar{1}010)$ et invisibles sur le plan de base sont vraisemblablement des dislocations basales de vecteur de Burgers $(1/3) < 11\bar{2}0 >$.
- Dans le topogramme du plan prismatique $(\bar{1}010)$ on peut noter la présence de franges de Pendellösung (Kato and Lang, 1959) au niveau du repère A de la Figure IV.3. Ces franges d'égales épaisseurs attestent également de la très bonne qualité de ce cristal. Ces franges sont obtenues lorsque la diffraction a lieu dans le régime dynamique (i.e. expliqué par la théorie dynamique) : lorsque le cristal présente des variations d'épaisseur les champs d'ondes diffractés ont des vecteurs d'ondes différents, et des franges d'interférences apparaissent (Kato and Lang, 1959). Ici elles apparaissent sur les bords du cristal, soit parce que ceux-ci sont arrondis (par sublimation), soit, dans le cas d'arêtes vives, parce que le faisceau n'est pas perpendiculaire à la lame. Ces franges ne sont pas visibles dans le reste du cristal, attestant ainsi du bon parallélisme des faces.

L'observation de topogrammes obtenus en topographie X-synchrotron avant compression révèle pour certains cristaux des qualités cristallines plus médiocres. Par exemple, l'échantillon M15(α) (Fig. IV.10, Annexe IV) montre une qualité initiale assez mauvaise

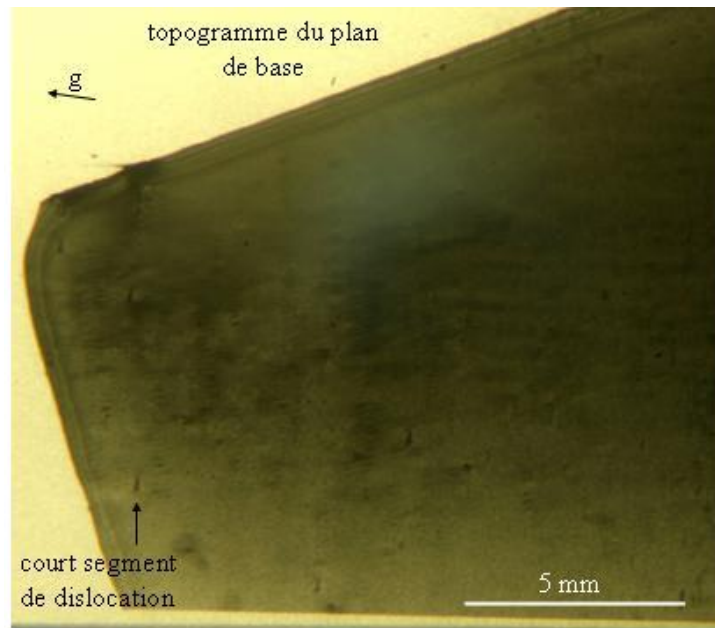


FIG. 5.2 – Topogramme du plan de base du monocristal $M75-1(\alpha)$ avant compression.

et les dislocations ne sont pas discernables individuellement. Ceci peut être inputé au protocole de croissance et/ou aux conditions de stockage (voir Chapitre 4).

5.1.2 Suivi de la déformation en topographie X-synchrotron

Le suivi de l'évolution in-situ de la microstructure du monocristal $M75-1(\alpha)$ est montré sur la Figure IV.3 (Annexe IV). Les trois photographies de la colonne de gauche représentent l'évolution du topogramme du plan pyramidal ($\bar{1}011$). Les trois photographies de la colonne de droite représentent l'évolution d'une partie agrandie du topogramme du plan prismatique ($\bar{1}010$).

L'évolution de la microstructure de l'échantillon $M15(\alpha)$ est montrée sur la Figure IV.10 (Annexe IV) : la colonne de gauche montre l'évolution du topogramme du plan de base, la colonne centrale celle du topogramme du plan prismatique ($\bar{1}100$), la colonne de droite celle du topogramme du plan prismatique ($\bar{2}110$).

5.1.2.1 Mécanismes de production et d'expansion des dislocations

Nous avons pu observer des mécanismes de production de dislocations cités dans la littérature pour les monocristaux soumis à une contrainte (cf. Chapitre 1). Sur la figure IV.3 montrant l'évolution du monocristal $M75-1(\alpha)$, on observe en B l'apparition de nouvelles lignes de dislocations qui semblent provenir de la surface libre. En D apparaît sur les topogrammes des plans ($\bar{1}011$) et ($\bar{1}010$) une zone de forte perturbation sans doute causée par l'usinage. Elle permet une variation locale de la contrainte à l'origine de l'expansion des dislocations sur les plans de base puisque les lignes s'étendent en cours de compression.

Les dislocations que nous avons observées sont majoritairement créées au niveau des surfaces libres ou au niveau des défauts d'usinage, comme l'ont déjà mentionné Shearwood and Whitworth (1993) et Fukuda et al. (1987). Un autre mécanisme de multiplication des dislocations, prépondérant dans le cas des monocristaux, a été proposé par Shearwood and Whitworth (1989) et Ahmad et al. (1992). Il est basé sur le déplacement rapide, hors du plan de base, de courts segments coins de vecteurs de Burgers $[2\bar{1}\bar{1}0]$ générant de longs

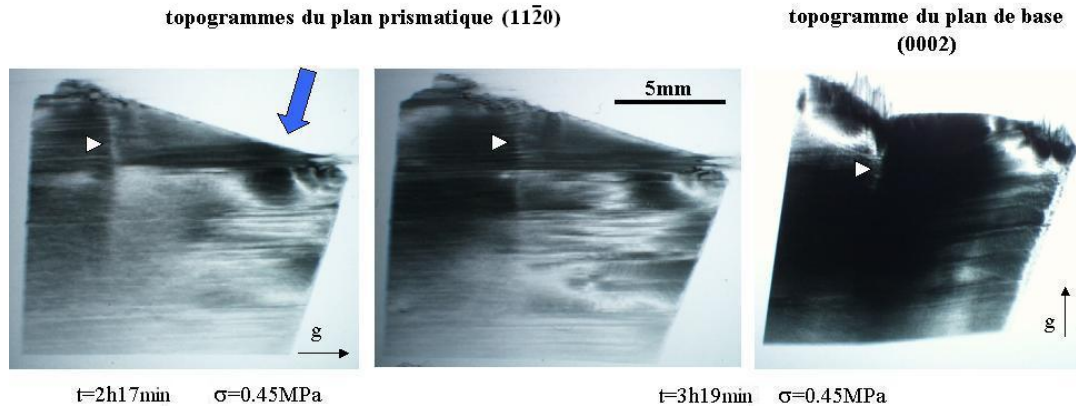


FIG. 5.3 – Suivi du déplacement de l'image d'une désorientation dans le monocristal M15(α).

segments vis qui glissent dans le plan de base. Nous n'avons observé ce mécanisme qu'au niveau de la surface libre du cristal M75-1(α), au voisinage du repère C et après 2h24min de compression. Ce mécanisme ne semble pas être prépondérant dans les premiers stades de la déformation (la contrainte appliquée était limitée par un frottement du couteau d'application de la charge et nous n'avons pas pu atteindre une déformation significative). Pour ce monocristal, la production des dislocations était initiée par les forces images présentes à la surface libre.

5.1.2.2 Déplacement et vitesse des dislocations

L'observation de plusieurs topogrammes d'un même plan cristallographique pris à des instants différents lors de la sollicitation permet d'observer le déplacement des dislocations et de déterminer leur vitesse. En raison du type d'essai mécanique (direction de compression hors-axes, c'est à dire ni parallèle à l'axe c ni dans le plan de base) le champ des cisssions résolues sur le plan de base est très hétérogène. Seule une simulation numérique (par exemple par éléments finis, cf. Annexe VIII) peut permettre de calculer une estimation de ce champ au sein de l'échantillon. Les variations locales de la mobilité des dislocations, liées à cette hétérogénéité ne sont pas discutées dans cette étude.

Les dislocations présentes dans les topogrammes du monocristal M75-1(α) (Fig. IV.3) ont tendance à se diriger vers le centre de l'échantillon à une vitesse supérieure à $1.1 \mu m s^{-1}$ sous une contrainte de compression de 0.24MPa et à $-10^\circ C$. Cette vitesse est de l'ordre de grandeur de celles citées dans la littérature (Jones and Glen, 1969; Shearwood and Whitworth, 1991; Okada et al., 1999; Hondoh, 2000).

5.1.2.3 Signes multiples d'une hétérogénéité de la déformation

Quand les dislocations sont trop nombreuses pour être visibles individuellement la déformation peut être mise en évidence par les lignes de glissement basal dont l'intensité évolue en fonction de l'accumulation des dislocations sur les plans de base. L'hétérogénéité de la déformation s'exprime alors par la répartition non homogène de lignes de glissement basal plus ou moins intenses, visibles par exemple sur la Figure 5.3 (ou encore sur la Figure IV.10 de l'Annexe IV).

De plus, des désorientations parcourant le cristal ont été mises en évidence. Par exemple, après deux heures de compression du monocristal M15(α) (Fig. 5.3), un défaut est visible sur le plan de base et sur les plans prismatiques. Son évolution au cours du temps est visualisée par une flèche blanche dans les topogrammes pris en cours de sollicitation.



FIG. 5.4 – Suivi du déplacement de l'image d'une autre désorientation dans le monocristal $M15(\alpha)$.

D'autres structures en forme de ruban sont également observées (Fig. 5.4 et Fig. 5.5). Ces rubans de forme irrégulière traversent le plan de l'échantillon d'un bord à l'autre. Ces distortions cristallographiques semblent fortement perturber les plans cristallins et conduisent à une réponse à la sollicitation fortement hétérogène. Cette structure mobile en forme de ruban est visible sur les topogrammes des plans pyramidaux $(\bar{1}011)$ et $(\bar{2}021)$ au cours de l'essai de compression du monocristal $M15(\alpha)$ (Fig. 5.4). Comme ce ruban reste invisible à la fois sur les topogrammes des plans prismatiques $(\bar{1}010)$, $(\bar{1}\bar{1}20)$, $(\bar{2}110)$, et pyramidaux $(\bar{1}\bar{1}22)$ et $(\bar{2}112)$, d'après les conditions d'extinctions des dislocations (2.5) (cf. Chapitre 2), il ne doit pas être directement lié à un arrangement de dislocations de même vecteur de Burgers. Une hypothèse plausible, au regard de l'hétérogénéité de la déformation, est que ce ruban est l'image d'une désorientation inférieure à 0.1° , induite par des dislocations géométriquement nécessaires, et qui devrait conduire à la naissance d'un sous-joint. (Comme il n'est pas possible d'évaluer cette désorientation à partir de la déviation du vecteur de diffraction, le défaut n'étant pas visible sur la tache directe, celle-ci est estimée à partir de la largeur du ruban mesurée sur le topogramme du plan $(\bar{2}021)$ en appliquant la loi de Bragg (2.2) (cf. Chapitre 2).) L'apparition de sous-joints dans d'autres monocristaux ayant subi une déformation importante ($\approx 10\%$), observés aux rayons X et en lumière polarisée, étaiet cette hypothèse (voir paragraphe 5.1.4).

Les clichés d'essais de compression in-situ (réalisés en 2002 par Philip, Meyssonier et Demongot) montrent également l'évolution d'un ruban dans le monocristal $M75-3(\alpha)$ (Fig. 5.5). Ce ruban est visible sur les topogrammes des plans prismatique $(1\bar{1}00)$ et pyramidal $(1\bar{1}02)$ et il n'est pas visible sur les plans pyramidaux $(1\bar{1}01)$ et $(1\bar{1}03)$: les conditions d'extinction ne permettent pas de définir un vecteur de Burgers. Ce ruban semble lié à une rotation inhomogène du cristal.

La vitesse de déplacement de ces désorientations a été estimée en mesurant la position du défaut sur les topogrammes d'un même plan cristallographique pris à différents instants au cours de la déformation.

Dans le cas de l'échantillon $M15(\alpha)$ (Fig. 5.3), la désorientation se déplace vers la droite du topogramme $(11\bar{2}0)$, perpendiculairement aux lignes de glissement basal, à une vitesse de $0.3 \mu\text{m s}^{-1}$ (contrainte appliquée $\sigma = 0.3\text{MPa}$, $T = -8 \pm 2^\circ\text{C}$). L'autre ruban du monocristal $M15(\alpha)$ (Fig. 5.4) se déplace vers le bas à une vitesse de l'ordre de $1 \mu\text{m s}^{-1}$ ($\sigma = 0.9\text{MPa}$, $T = -8 \pm 2^\circ\text{C}$).

Le ruban de l'échantillon $M75-3(\alpha)$ (Fig. 5.5) se propage du haut vers le bas à la vitesse de $1.2 \mu\text{m s}^{-1}$ ($\sigma = 0.6\text{MPa}$, T non mesurée, mais de l'ordre de -10°C). Sur les topogrammes $(1\bar{1}00)$ et $(1\bar{1}02)$ on voit nettement qu'il se déplace perpendiculairement aux lignes de glissement basal.

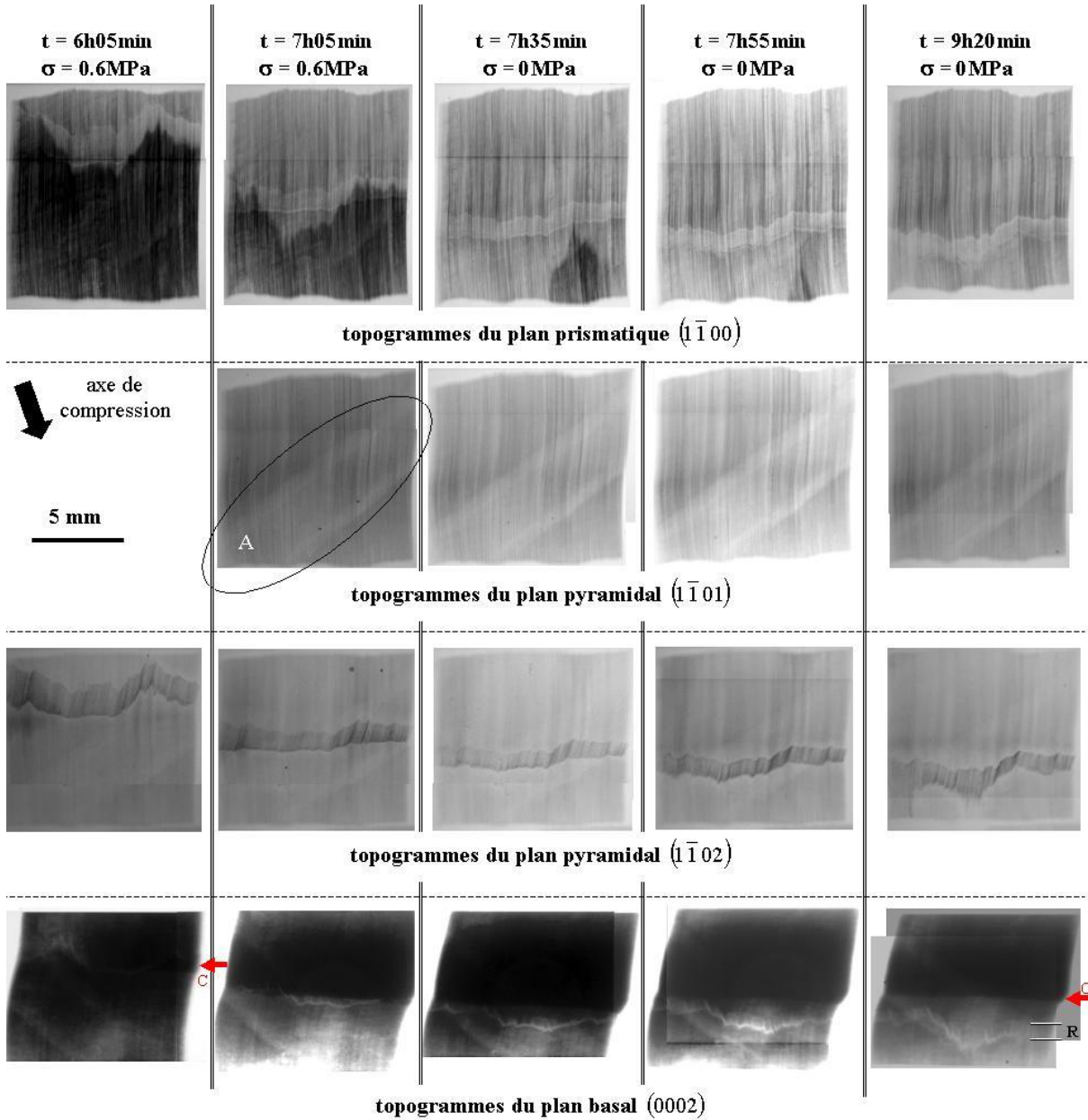


FIG. 5.5 – Suivi du déplacement d'une désorientation dans le monocristal M75-3(α). Le repère A indique une zone où il y a absorption du rayonnement incident par le tuyau d'arrivée d'air comprimé. Le topogramme du plan de base semble cisaillé au niveau du repère C, mais pas au niveau du ruban indiqué par le repère R sur le dernier topogramme du plan de base. (Les traits ou décalages horizontaux visibles sur les topogrammes sont dus au fait que les photos des taches ont été prises sous microscope en deux parties, puis recollées).

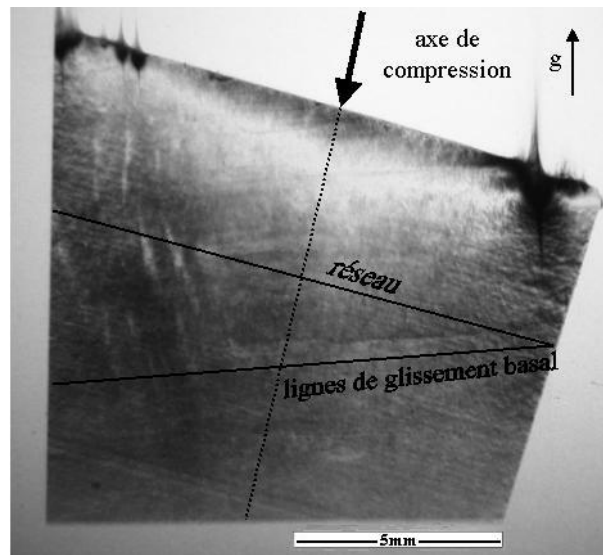


FIG. 5.6 – Topogramme du plan de base (0002) du monocristal $M15(\alpha)$ pris immédiatement après sa mise en charge sous 0.3 MPa. La direction des plans de base ainsi que celle du réseau de lignes normales à la direction de compression sont indiquées.

En raison de la forte hétérogénéité du champ de contrainte dans l'éprouvette, même dans le cas d'un monocristal, il est difficile de relier ces vitesses de déplacement à la cisssion résolue sur les plans de base. Cependant les valeurs de vitesses mesurées sont du même ordre de grandeur que celles des dislocations basales données par Shearwood and Whitworth (1991).

5.1.2.4 Microflambement ou désorientation cristalline ?

Dès la mise en charge on observe pour certains échantillons des lignes perpendiculaires à la direction de compression qui se surimposent aux lignes de glissement basal. La Figure 5.6 montre ce phénomène pour le monocristal $M15(\alpha)$. Bien que l'espacement entre les lignes observées ne soit pas égal à la hauteur de passe de 1mm fixée pour le fraisage de la lame de glace, nous avons voulu nous assurer que ces lignes n'étaient pas le résultat de micro-flambements générés par des défauts d'usinage. A cet effet deux types d'éprouvettes ont été usinées : l'un pour lequel le sens du fraisage était perpendiculaire à la plus grande dimension de l'échantillon et l'autre avec fraisage parallèle à cette même direction (Fig. 4.10). Malheureusement, les échantillons testés ne présentaient pas une qualité cristalline suffisante pour valider le test et les lignes perpendiculaires à l'axe de compression n'étaient pas clairement visibles. Pour le cristal $M15(\alpha)$ ce réseau de lignes perpendiculaires à la direction de compression est visible uniquement dans certains topogrammes. Il n'est visible ni sur les topogrammes des plans prismatiques $(\bar{1}\bar{1}20)$ et $(\bar{2}110)$, ni sur ceux des plans pyramidaux $(\bar{1}011)$, $(\bar{1}\bar{1}22)$ et $(\bar{2}112)$. De même, pour le grain A du tricristal $T18(\alpha)$, ces lignes ne sont visibles ni sur le plan prismatique $(\bar{1}010)$, ni sur les pyramidaux $(\bar{1}\bar{1}22)$ et $(\bar{2}112)$. Les conditions d'extinctions des dislocations ne permettent donc pas d'expliquer une telle structure mais, du fait même des extinctions, son origine pourrait être cristallographique.

5.1.3 Observations des distorsions cristallographiques sous RX refocalisés

Afin d'observer l'évolution de la microstructure de façon plus globale, des essais de compression in-situ sous RX refocalisés ont été effectués à l'ILL. Les dimensions du fais-

ceaux incident sont réglables de façon à éclairer des volumes plus ou moins grands de l'échantillon. Les faisceaux larges sont typiquement de $15 \times 15 \text{ mm}^2$ ou $20 \times 20 \text{ mm}^2$ et les faisceaux réduits, à l'aide de fentes horizontales ou verticales, sont de 2×15 (ou 20) mm^2 .

5.1.3.1 Hétérogénéité de la déformation

La Figure IV.5 (Annexe IV) présente les clichés de diffraction obtenus en cours de déformation pour le monocristal M75-2(α).

Au départ, le cristal est de très bonne qualité. Immédiatement après l'application de la charge ($t=39\text{s}$) la microstructure évolue. Sur la tache correspondant au plan de base une hétérogénéité apparaît au niveau des zones en contact avec les plateaux haut et bas de la presse. Par la suite la tache du plan de base se redresse ($t=1 \text{ min}$), puis présente à partir de $t=7\text{min}$ une forme en S. Cette forme de la tache diffractée est la conséquence de la distorsion du plan basal, autrement dit du gradient d'orientation de ce plan (elle n'est pas l'image du plan). Cette distorsion montre que l'hétérogénéité induite par l'anisotropie du cristal et les conditions aux limites apparaît dès les premiers stades de la déformation. Le dernier cliché obtenu ($t=53\text{min}$) montre la diffraction après une rotation de 30° autour de l'axe c . La tache du plan de base est en forme de C.

Si on écarte les distorsions en tête et en pied de l'échantillon (bords en contact avec les plateaux de la presse) les deux taches du plan de base obtenues avec les axes de zone $[11\bar{2}0]$ et $[01\bar{1}0]$ sont inclinées par rapport à la verticale, indiquant une rotation du plan de base autour de l'axe de zone. Le fait que la hauteur de la projection de la tache basale (entière) sur la verticale est inférieure, dans les deux cas, à la hauteur du faisceau illuminant l'échantillon (d'environ 20%), alors que les projections sur l'horizontale des taches prismatiques restent égales à la largeur du faisceau, indique qu'il s'agit d'une flexion. La rotation du plan de base est très faible, de l'ordre de 0.05° lorsque l'axe de zone est $[11\bar{2}0]$ (Fig. IV.5, $t=1\text{h}23\text{min}$) et trois fois plus importante quand le cristal est regardé selon l'axe de zone $[01\bar{1}0]$ (Fig. IV.5, $t=53\text{min}$). Les plans de base sont donc probablement fléchis autour de l'axe $[01\bar{1}0]$.

Le plan prismatique présente quant à lui une tache de diffraction beaucoup plus complexe. Seule l'utilisation de fentes permet de l'interpréter.

5.1.3.2 Utilisation de fentes

L'utilisation de fentes permet d'envoyer un faisceau de petite dimension sur l'échantillon et de pouvoir ainsi localiser les défauts et décomposer les distorsions au sein du cristal. La Figure IV.6 (Annexe IV) illustre une série de clichés de diffraction du monocristal M75-2(α) étudié avec des fentes horizontale et verticale. L'étalement important de la tache du plan prismatique avec le faisceau $20 \times 20\text{mm}^2$, intégrant les défauts dans un volume important de l'échantillon, s'avère en fait être faible pour un faisceau horizontal fin. Ce cristal a donc une mosaïcité faible et une évolution continue de son orientation cristalline dans l'échantillon, jusqu'à $1\text{h}30\text{mn}$ de sollicitation. Si on écarte les distorsions en tête et pied de l'échantillon, la tache du plan prismatique obtenue avec l'axe de zone $[11\bar{2}0]$ est inclinée par rapport à l'horizontale, ce qui indique une rotation du plan autour de l'axe c (Fig. IV.6, $t=41\text{min}$).

Pour une déformation plus importante, les clichés obtenus avec un faisceau fin mettent en évidence que le monocristal M75-2(α) se scinde en deux sous-grains d'orientations cristallines qui diffèrent d'environ 0.1° (Fig. IV.7, Annexe IV). (Cette désorientation est calculée à partir de la distance D qui sépare les deux taches visibles sur le topogramme du plan $(1\bar{1}00)$ en appliquant la loi de Bragg (2.2) (cf. Chapitre 2).) En déplaçant la fente

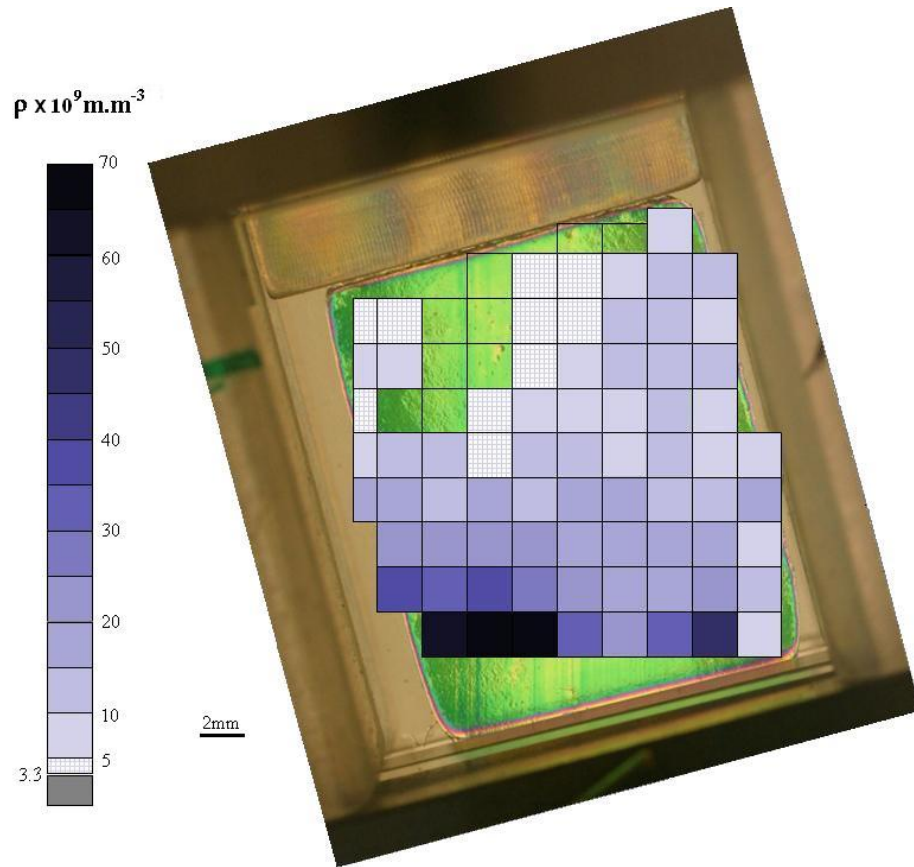


FIG. 5.7 – Carte de densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) du monocristal M75-2(α). Les densités sont calculées à partir du cliché du plan de base et sur des surfaces de 2mm^2 . Les calculs sont faits pour une contrainte de 0.3MPa et après un temps de compression variant entre 23 et 28 min (temps nécessaire pour scanner tout l'échantillon avec le faisceau réduit par une fente verticale).

horizontale sur toute la hauteur du cristal, on remarque que cette discontinuité n'est pas visible dans le haut de l'échantillon tandis que le bas présente deux taches pour le plan prismatique. Si le sous-joint n'est pas visible sur la tache du plan basal, c'est parce que les plans de base ne font que tourner les uns sur les autres et les deux sous-grains ont quasiment le même axe c . Cela indique que nous sommes en présence d'un sous-joint créé par des dislocations vis présentes dans le plan de base et que les sous-grains sont situés dans le bas de l'échantillon.

5.1.3.3 Carte de densité des dislocations géométriquement nécessaires

A partir de la méthode décrite dans le paragraphe 3.3 (Chapitre 3), l'utilisation de fentes verticales de 2mm de largeur permet de dresser une carte des densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND) qui perturbent le plan de base du monocristal M75-2(α). La carte de densité présentée sur la Figure 5.7 met en évidence l'hétérogénéité de la déformation. Une zone qui semble plus fortement distordue correspond à la partie basse de l'échantillon vers laquelle se dirigeaient les dislocations individuelles lors des observations en topographie X-synchrotron au tout début de la déformation. Cette zone correspond également au sous-joint observé sur la Figure IV.7 et décrit dans le paragraphe précédent.

5.1.3.4 Nature des dislocations géométriquement nécessaires

Les distorsions observées au sein des cristaux sont majoritairement dues aux dislocations géométriquement nécessaires. La faible mosaïcité observée sur les taches des plans avec un volume éclairé réduit indique probablement une faible quantité de dislocations statistiquement réparties dans le plan de base.

Dans le cas du monocristal M75-2(α), la déformation du plan prismatique correspond à une rotation de ces plans autour de l'axe c (sur la Figure IV.6, à $t=41\text{min}$, la tache basale, qui intègre toute la largeur du cristal, est ponctuelle, indiquant une direction de l'axe c constante). Ceci semble caractéristique des dislocations vis situées dans le plan de base qui seraient alors essentiellement des dislocations géométriquement nécessaires permettant des réarrangements cristallographiques favorables à la déformation. Ces dislocations sont réparties de façon hétérogène dans le plan de base, en haut et en bas de l'échantillon. Pour la zone située au centre de l'échantillon, les dislocations sont réparties de façon plus homogène dans le plan de base puisqu'une rotation régulière est observée sur la tache du plan prismatique (Fig IV.6 à $t=41\text{mn}$). Les plans de base présentent une faible mosaïcité mais avec des distorsions continues ou discontinues qui peuvent être importantes. Les dislocations vis basales qui participent à la rotation des plans prismatiques ne peuvent pas participer à la rotation du plan de base autour d'un axe perpendiculaire à l'axe c . Une telle rotation nécessiterait des dislocations vis situées dans les plans prismatiques. Or la présence de dislocations vis ailleurs que dans le plan de base est peu probable d'après la littérature (Hondoh, 1992). Au vu des dislocations déjà observées en topographie X et de la géométrie du plan, l'hypothèse la plus probable serait une flexion des plans de base due aux dislocations coin contenues dans ce plan. D'après la littérature (cf. Chapitre 2), la déformation de la glace est principalement due au mouvement de dislocations vis et mixtes, la partie coin des dislocations mixtes serait donc à l'origine de la flexion des plans de base (ou bien il y aurait une quantité non négligeable de dislocations coins pures dans le plan de base, ce qui est en contradiction avec les expériences d'Higashi (1988) par exemple).

Les observations réalisées en diffraction X sur des cristaux de glace prélevés vers 3500m de profondeur sur le site de Vostok (Antarctique) par Montagnat-Rentier (2001) ont aussi suggéré une densité de dislocations coins non négligeable pour assurer la flexion des plans de base.

5.1.4 Observation de la déformation en lumière polarisée

Les Figures IV.11 et IV.8 (Annexe IV) présentent les photographies prises en lumière polarisée, en cours de compression en chambre froide à -10°C , des monocristaux M75-2(α) et M15(β).

Quelques photographies prises avec une loupe binoculaire permettent d'observer, pour différents grossissements, des détails de l'échantillon.

5.1.4.1 Répartition hétérogène des lignes de glissement

Les plateaux rigides supérieur et inférieur de la presse sont incompatibles avec un glissement homogène des plans de base (Mansuy, 2001), ce qui entraîne une répartition hétérogène des lignes de glissement. Pour les deux monocristaux M15(β) et M75-2(α), les zones en contact avec la presse se déforment en premier (Figs. IV.11 et IV.8). Dans le cas du monocristal M15(β) les plans de base sont presque perpendiculaires à la direction de compression et la déformation reste localisée à deux triangles supérieur et inférieur limitant fortement la déformation du reste du cristal. Dans le cas du monocristal M75-

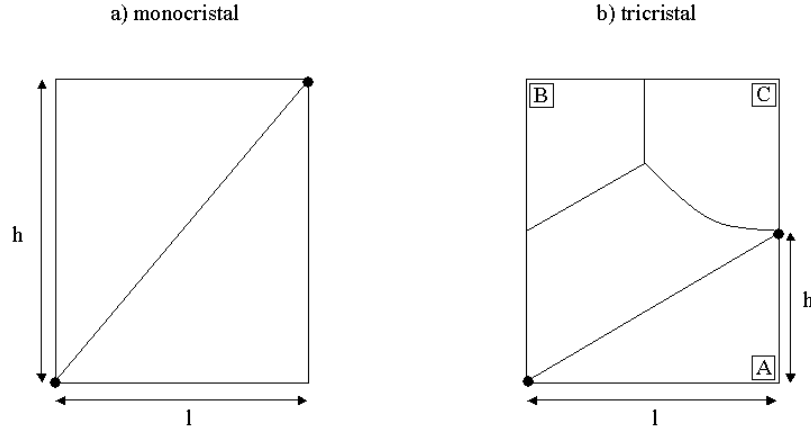


FIG. 5.8 – Schématisation des conditions aux limites permettant la création de sous-joints a) pour un monocristal, b) pour un tricristal. Notant α l'angle entre l'axe c et la direction de compression \mathbf{Pr}_3 , si $\alpha < \arctan h/l$ aucune flexion du grain n'est observée, si $\alpha > \arctan h/l$ un sous-joint est créé pour permettre la flexion du grain.

2(α) les lignes de glissement sont sub-parallèles à la direction de compression et doivent se courber pour accommoder la déformation. Toutefois, dans les deux cas, l'échantillon prend une forme de S, typique des essais hors-axes réalisés sur un milieu anisotrope.

5.1.4.2 Sous-joint de grains

Après quatre heures de déformation (Fig : IV.8), lorsque le bas de l'échantillon M75-2(α) (en bas à gauche de la figure) est bloqué par la colonne de la presse un sous-joint de grains apparaît (Fig. 5.8 a). Ce sous-joint permet une rotation des lignes de glissement basal de part et d'autre. En fin de manipulation (photo t=14h35 et $\sigma=0.25\text{MPa}$ sur la Fig. IV.8), le sous-joint est presque perpendiculaire aux lignes de glissement basal sus-jacentes et les lignes sous-jacentes sont inclinées désormais de 25° par rapport à la direction de compression. Ce sous-joint se déplace vers le haut de l'échantillon avec une vitesse progressant entre 0.0125 et $0.125 \mu\text{m s}^{-1}$ pour une contrainte appliquée de 0.25MPa à une température de -10°C . Lorsque ce sous-joint s'arrête, un autre sous-joint de flexion apparaît en bas à gauche de l'échantillon. Comme son prédécesseur il permet d'incliner, ici de 15° , les lignes de glissement basal qui lui sont sous-jacentes.

Ces sous-joints visibles à l'oeil nu semblent être l'achèvement (pour une grande déformation) des désorientations observées dans la microstructure des monocristaux M15(α), M75-3(α) (désorientation type ruban) et M75-2(α) (sous grains visibles sur les plans prismatiques). Les vitesses mesurées des rubans sont plus fortes que celles des sous-joints observés en lumière polarisée, mais les contraintes appliquées étaient plus importantes (entre 0.45 et 0.9MPa). Outre une contrainte appliquée plus importante, cela peut aussi venir du fait que lorsque le sous-joint de flexion devient visible optiquement l'accumulation des dislocations en un mur organisé est telle que leur vitesse est diminuée à cause des interactions entre dislocations.

5.2 Résultats obtenus sur des tricristaux

On vient de voir que la forte anisotropie viscoplastique inhérente au monocristal de glace entraîne des hétérogénéités intra-cristallines liées aux conditions aux limites imposées par les plateaux rigides du dispositif de compression. Pour le grain du polycristal, les

conditions aux limites sont de nature différente puisque les grains adjacents sont déformables. Dans la suite de ce chapitre on se limite à l'étude de la déformation de tricristaux. La configuration tricristalline nous a semblé intéressante en raison de la présence de joints de grains et d'un point triple comme dans un polycristal naturel, tout en limitant au minimum le nombre de grains. En effet, identifier et orienter plus de trois grains en diffraction X est relativement ardu : une tentative a été faite avec un multicristal à 9 grains dont tous les grains n'ont pu être orientés (seules les observations de compression en laboratoire en lumière polarisée sont reportées en Annexe III).

Afin de ne présenter que les résultats les plus significatifs, nous nous sommes limités à ne mettre en Annexe IV que quelques uns parmi les 18 tricristaux comprimés à l'ESRF et les 4 comprimés à l'ILL : ce sont ceux qui présentent les résultats les plus caractéristiques et qui ont des orientations cristallographiques différentes les uns des autres.

5.2.1 Qualité initiale des cristaux

Lorsque le faisceau direct entre perpendiculairement aux plans prismatiques, les dislocations sont visibles sous forme de courts segments alignés dans la direction de la trace des plans de base, sur le topogramme du plan prismatique orthogonal au plan d'entrée et sur les topogrammes des plans pyramidaux, comme on peut le voir sur la Figure IV.13 pour le grain A du tricristal T7(α) et sur la Figure IV.16 pour le grain A du tricristal T75-1(α). Lorsque le faisceau incident n'est pas perpendiculaire aux plans prismatiques, un réseau de lignes de dislocations plus complexe apparaît (e.g. grain A du tricristal T75-2(α) sur la Figure IV.35).

Les dislocations sont essentiellement basales puisqu'elles ne sont en général pas visibles sur les topogrammes des plans de base. Leurs vecteurs de Burgers sont majoritairement selon les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ en raison de leur extinction sur les topogrammes des plans $(1\bar{1}00)$. Dans le cas du tricristal T7(α) (et seulement pour ce tricristal) nous avons observé des dislocations de vecteur de Burgers dans la direction $[10\bar{1}0]$ (Fig. 5.9). Nous avons aussi observé quelques dislocations sur les topogrammes des plans de base qui sont invisibles sur les plans $(1\bar{1}00)$, $(1\bar{1}01)$ et $(1\bar{1}02)$ qui pourraient être des dislocations de vecteur de Burgers non basal.

La majorité des grains étudiés ont une bonne qualité cristalline avec des densités de dislocations moyennes de l'ordre de 10^6m.m^{-3} . Quelques grains présentent cependant une densité plus importante mais n'excédant pas 10^8m.m^{-3} : par exemple le grain A du tricristal T75-2(α) possède une densité initiale de 8.10^7m.m^{-3} (Fig. IV.35). Comme pour le monocristal, la qualité cristalline est également révélée par l'observation de franges d'égales épaisseurs, visibles au niveau des joints de grains ou près des bords de l'échantillon (Fig. 5.10).

La répartition des dislocations n'est en général pas homogène au sein des cristaux. Les zones proches des joints de grains ne paraissent pas systématiquement les plus denses (Fig. IV.16), toutefois certains joints de grains ont une densité de dislocations importante dans leur voisinage ce qui semble lié :

- soit à la désorientation cristalline entre les deux grains adjacents : pour le tricristal T75-1(α) (Fig. 5.14) la densité de dislocations est plus forte vers le joint A-B ; les grains A et B ayant des axes a colinéaires mais leurs axes c à 45° ;
- soit à la géométrie du joint : dans le tricristal T7(α), la densité de dislocations est plus importante vers le joint A-C qui est légèrement courbé (repère S sur la Fig. 5.9).

Nous détaillons ci-dessous quelques observations liées à la présence de joints de grains :

- La création de dislocations de croissance au niveau des joints de grains semble liée

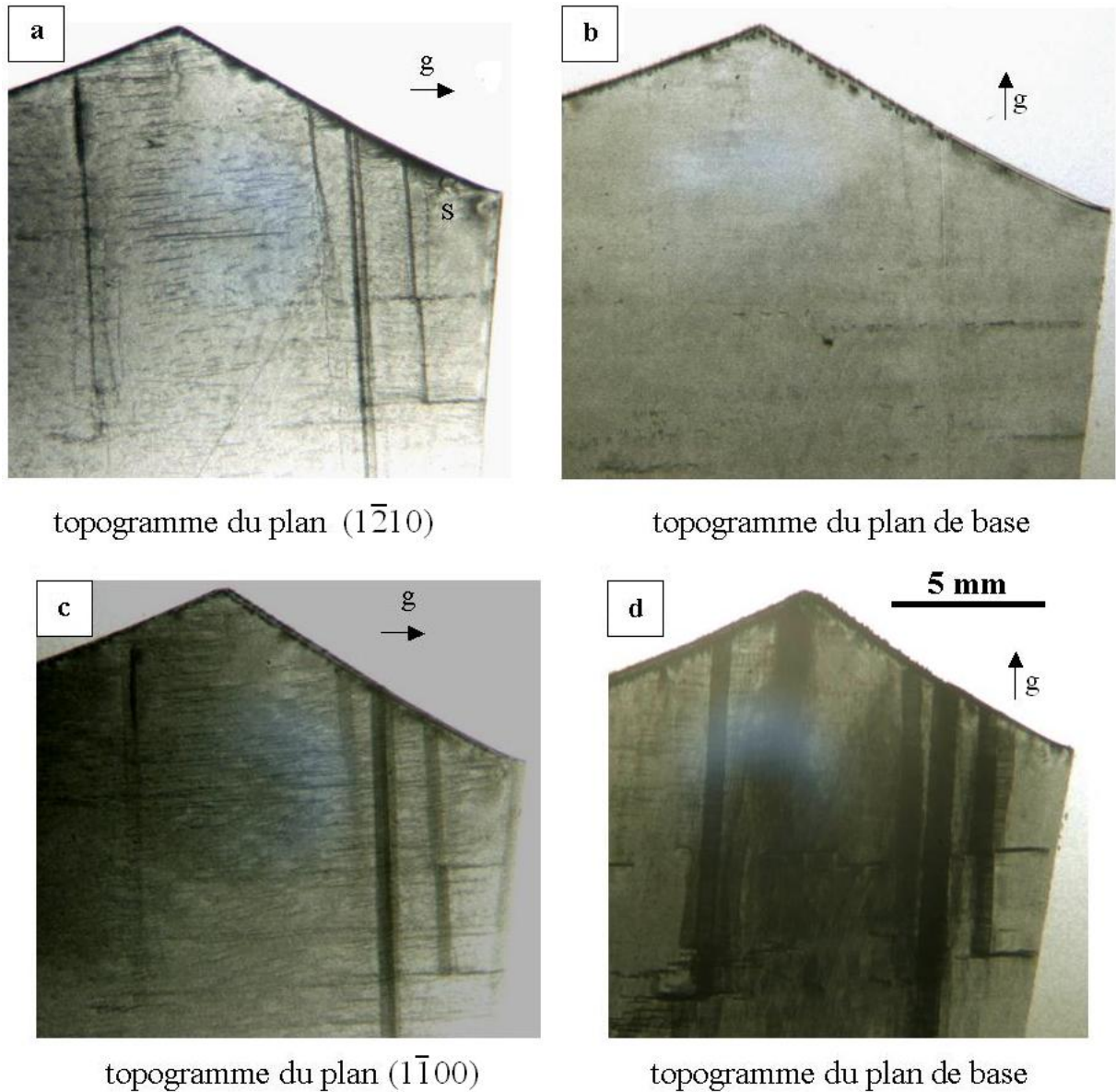


FIG. 5.9 – Comparaison de topogrammes du tricristal $T7(\alpha)$ avant compression d'axe de zone $[10\bar{1}0]$ (a et b) et $[11\bar{2}0]$ (c et d). Le topogramme du plan $(1\bar{2}10)$ (a) présente une faible quantité de dislocations orientées selon la trace des plans de glissement basal, tandis que le topogramme du plan $(1\bar{1}00)$ (c) contient plus de dislocations (un deuxième groupe de dislocations vient se superposer à celles vues dans (a)). Ces dislocations sont probablement des dislocations basales de Burgers $[10\bar{1}0]$ qui en raison des conditions d'extinction ne sont pas visibles sur le plan $(1\bar{2}10)$ mais le sont sur le plan $(1\bar{1}00)$. Noter les différences entre les topogrammes (b) et (d) du plan de base qui ne diffèrent que par une rotation de 30° autour de l'axe c (cf. Annexe VII, paragraphe VII.2).

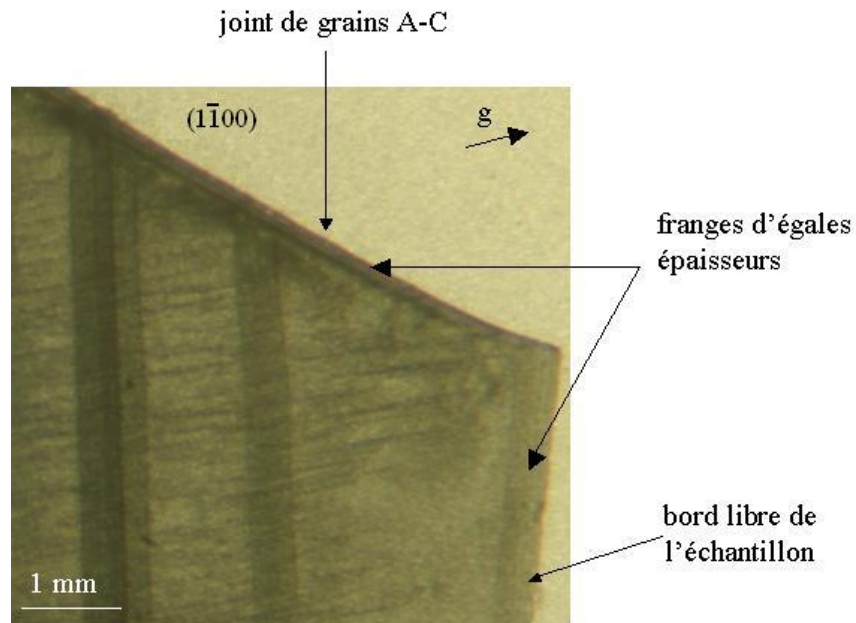


FIG. 5.10 – Observation de franges d'égales épaisseurs vers le bord du grain A de l'échantillon T7(α).

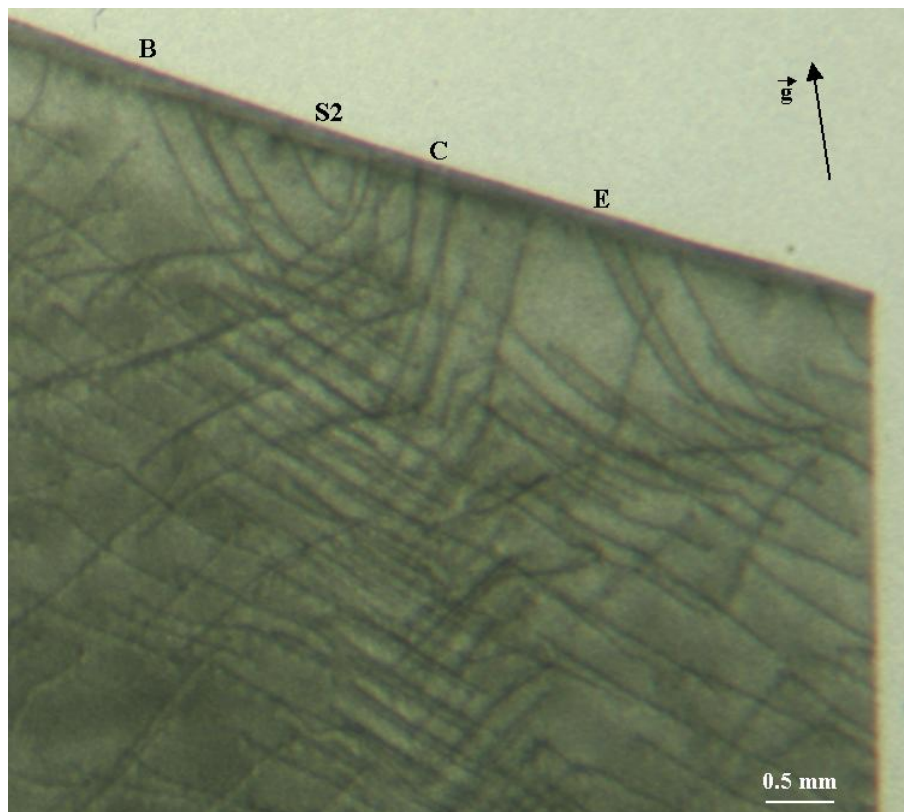


FIG. 5.11 – Topogramme du plan prismatique $(1\bar{1}00)$ du grain A du tricristal T75-2(α). Des boucles semi-hexagonales sont observables avant chargement vers le joint de grains, la source se situant en S2. La zone sous jacente à S2 présente une forte concentration de dislocations appartenant à un réseau croisé et resserré derrière lequel de fines dislocations sont visibles. Les dislocations de ce réseau sont inclinées à environ 90° les unes par rapport aux autres (attention cet angle est projeté dans le plan du cliché).

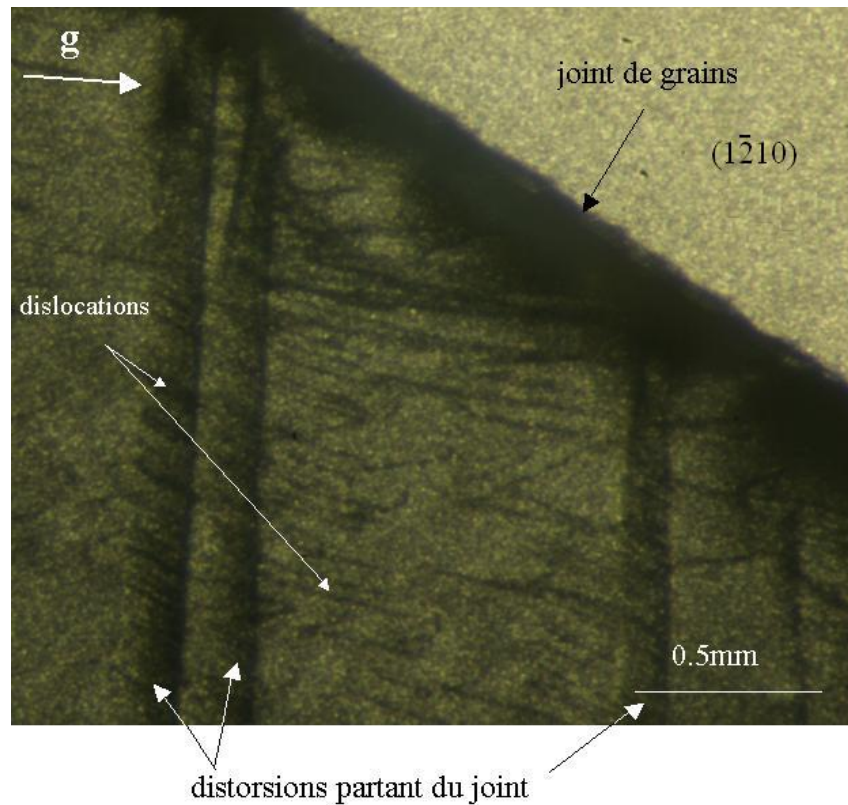


FIG. 5.12 – Agrandissement du topogramme du plan prismatique $(1\bar{2}10)$ du grain A du tricristal $T7(\alpha)$. Les longues bandes de distorsion partant du joint semblent interagir avec des dislocations.

à la forme des joints et/ou à la désorientation cristallographique entre les grains. Par exemple, pour le tricristal $T75-2(\alpha)$, les deux grains A et C sont désorientés de $60 \pm 2^\circ$ pour les axes c et $25 \pm 2^\circ$ pour les axes a et des boucles semi-hexagonales ont été observées sur le plan prismatique $(1\bar{1}00)$ au niveau du joint A-C (Fig. 5.11). La source se situe en S2. Apparemment, cette source a émis plusieurs dislocations pendant la croissance puisque un empilement sous jacent est visible. En E on observe une ligne de dislocation qui semble provenir d'une autre source. L'observation du tricristal $T7(\alpha)$ montre qu'avant compression une boucle de dislocation est visible sur le topogramme du plan $(1\bar{2}10)$ au niveau de la courbure du joint A-C (repère S sur la Fig. 5.9-a). (Au Chapitre 3 nous avons vu que seuls les cristaux ayant des joints de grains plans contenaient un faible nombre de dislocations.)

- De longs défauts plans, perpendiculaires à l'axe c et partant du joint sont parfois observés (e.g. tricristal $T7(\alpha)$, Figs. 5.12 et 5.10). Ces défauts, qui peuvent être vus comme des sous-joints entre grains très faiblement désorientés, semblent permettre d'accommoder la courbure des joints de grains. Pour le tricristal $T7(\alpha)$, ils sont stoppés dans le topogramme par des lignes très sombres qui leur sont perpendiculaires et qui sont visibles sur le plan de base (Fig. 5.9-d).
- Les dislocations qui interagissent avec un joint de grains ou avec une surface libre, se courbent, comme on peut le voir sur la Figure IV.35 pour le grain A du tricristal $T75-2(\alpha)$ au niveau du joint de grains A-B et sous le point triple en T, ou encore sur la Figure IV.13 du tricristal $T7(\alpha)$ dans le grain C au niveau du joint A-C. Ce phénomène est lié à la force image agissant à l'interface (Fukuda et al., 1987; Priester, 2006).
- Certaines dislocations semblent traverser le joint de grains. En particulier, pour l'échantillon $T75-2(\alpha)$ (Fig. IV.35) le repère "tr" signale des lignes qui passent d'un

grain à l'autre. Ces passages de dislocations se sont sûrement effectués lors de la croissance. Les dislocations présentes dans le grain C ont dû être à l'origine de la création de boucles semi-hexagonales dans le grain A en S2 (ou vice versa). Les désorientations cristallographiques entre les grains A et C sont de $60 \pm 2^\circ$ pour les axes c (dans le plan contenant les deux axes) et $25 \pm 2^\circ$ pour les axes a . La transmission des lignes de dislocation avant chargement est donc sans doute rendue possible par la désorientation compatible des axes a qui est proche de 30° .

- Lorsque le joint de grains présente un point anguleux, la densité de dislocations est importante dans la région de la singularité géométrique puisqu'une désorientation marquée (zones sombres et/ou zones blanches, signe de sous-joints) est observée au niveau du changement de courbure du joint (Fig. IV.52, échantillon T15-1(α)).
- Le cristal peut également subir des évolutions cristallines causées par des variations de température. Par exemple, la deuxième série de clichés de la Figure IV.35 montre une évolution des dislocations dans les topogrammes du tricristal T75-2(α). Les dislocations présentes dans l'épaisseur du cristal vers le joint de grains en J sont moins nombreuses qu'avant compression à plus basse température. L'échantillon n'était pas encore sous contrainte mais était dans le faisceau de rayons X depuis 32min afin d'être orienté. Ainsi les variations de température liées au fonctionnement de la cellule de refroidissement et/ou à l'interaction glace-RX peuvent faire évoluer les dislocations, mais ces perturbations sont minimales en regard de l'évolution des dislocations sous contrainte.

5.2.2 Premiers stades de la déformation des cristaux de bonne qualité observés en topographie X-synchrotron

5.2.2.1 Franges d'égales déformations

Sur la Figure IV.16 concernant le tricristal T75-1(α), on observe des franges vers le joint de grains A-C (repère D). Ces franges sont observables dès la mise en charge de l'échantillon et sont déjà visibles sur le premier topogramme enregistré après 3 secondes de chargement sous 0.24MPa. Elles n'évoluent pas ensuite et restent semblables à celles montrées sur la Figure IV.16 (topogramme pris après trente minutes de chargement). Ces franges sont liées aux déformations locales au voisinage du joint. Nous les appelons ici des franges d'égal gradient de déformation, ou franges d'égales déformations, en accord avec Kato and Ando (1966). Des essais de compression sur le silicium (Ando and Kato, 1965) montrent de telles franges au niveau d'un identeur. Ces franges, d'origine élastique, disparaissent lorsque la contrainte est supprimée. Dans nos expériences elles ne disparaissent pas après suppression de la charge, sans doute en raison du champ de contraintes internes qui persiste près des joints de grains, mais leur étendue diminue. On observe également des zones de contraction des franges qui selon Kato and Ando (1966) seraient reliées à des parties plus fines du cristal. Kato and Ando (1966) précisent que les franges d'égales déformations sont courbées dans les zones de forte distorsion, probablement du fait de l'empilement des dislocations contre le joint.

Lorsque la contrainte atteint 0.36MPa ces franges ne sont plus discernables car la distance inter-franges diminue. On observe alors uniquement une zone sombre près des joints. Ainsi, certaines zones noires bordant les joints de grains cachent sans doute des franges d'égal gradient de déformation (e.g. Fig IV.16, Annexe IV, joint A-B après 2h de déformation.).

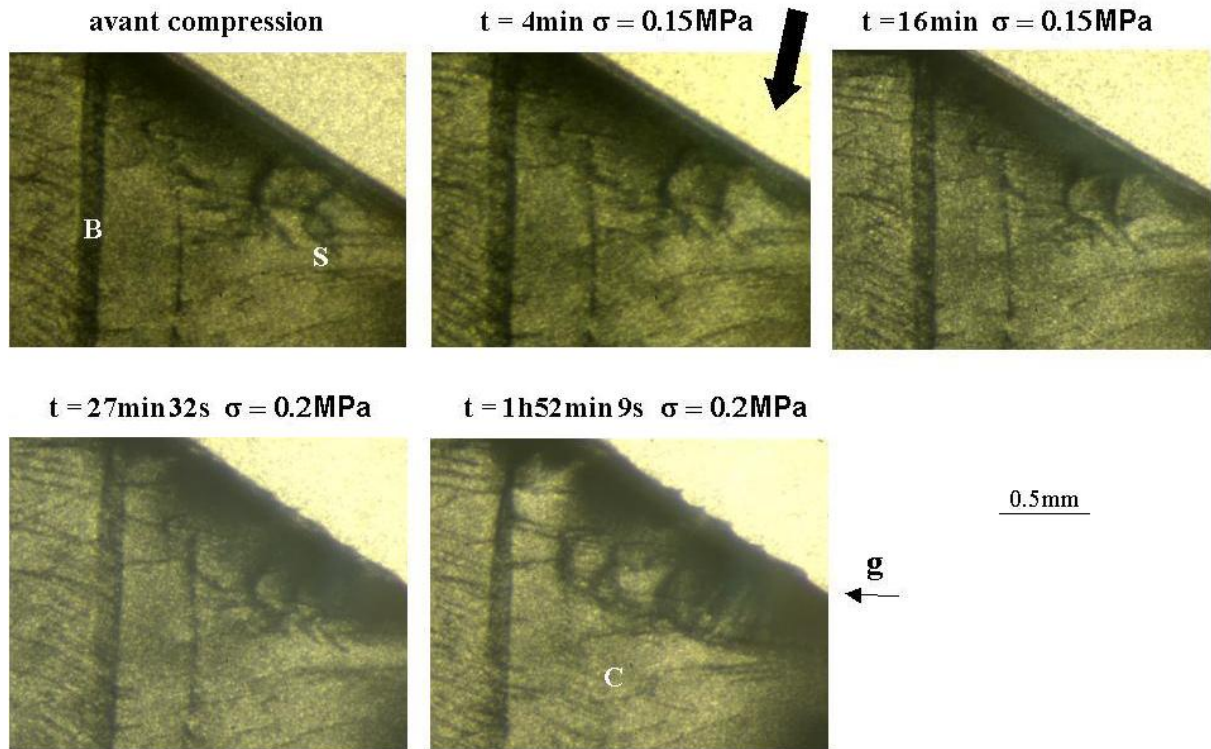


FIG. 5.13 – Topogramme du plan prismatique ($\bar{1}210$) du grain A du tricristal T7(α) : évolution d'une source de dislocations proche d'un joint de grains.

5.2.2.2 Sources de dislocations

Sur le topogramme du grain C du tricristal T7(α) (Fig. IV.13) le triangle blanc pointe sur de petits segments de dislocations dont la direction générale est perpendiculaire à la direction du vecteur de diffraction et qui semblent relier les longues lignes de dislocations orientées dans la direction du vecteur de diffraction. Ces courts segments tendent à disparaître au cours de la déformation, hormis vers le joint de grains où ils restent encore légèrement visibles. On peut penser que ce sont les segments coins glissant sur les plans prismatiques et qui permettent la multiplication et l'expansion des dislocations vis basales auxquels fait référence la littérature (e.g. Shearwood and Whitworth, 1989). Sur la Figure IV.13 du tricristal T7(α) on peut voir au niveau de la courbure du joint A-C (repère S) une source évoluant dans le grain A en cours de sollicitation. La Figure 5.13 est un grossissement de cette zone. Sur cette figure, on peut observer la source en S, ainsi qu'un long défaut où viennent buter les dislocations en B. Les boucles de dislocations de la source n'étant pas visibles sur le plan de base, leur vecteur de Burgers doit être basal. La désorientation entre les axes c des grains A et C dans le plan contenant les deux axes est de $50 \pm 2^\circ$ et de $40 \pm 2^\circ$ pour les axes a . En cours d'essai, d'autres boucles apparaissent faiblement en C. La présence de boucles de dislocations au voisinage de la courbure du joint de grains A-B du tricristal T75-2(α) a également été observée, leur source se situant au niveau du repère S1 de la Figure IV.35. La désorientation entre les axes c et les axes a des grains A et B dans les plans contenant ces axes est de $3.5 \pm 2^\circ$. Ces deux exemples laissent supposer que la création de source au joint semble plus dépendante de la courbure locale des joints que de la désorientation entre les grains, c'est-à-dire qu'aucune compatibilité ou incompatibilité particulière entre les axes cristallins n'est nécessaire pour la création de boucles de dislocations.

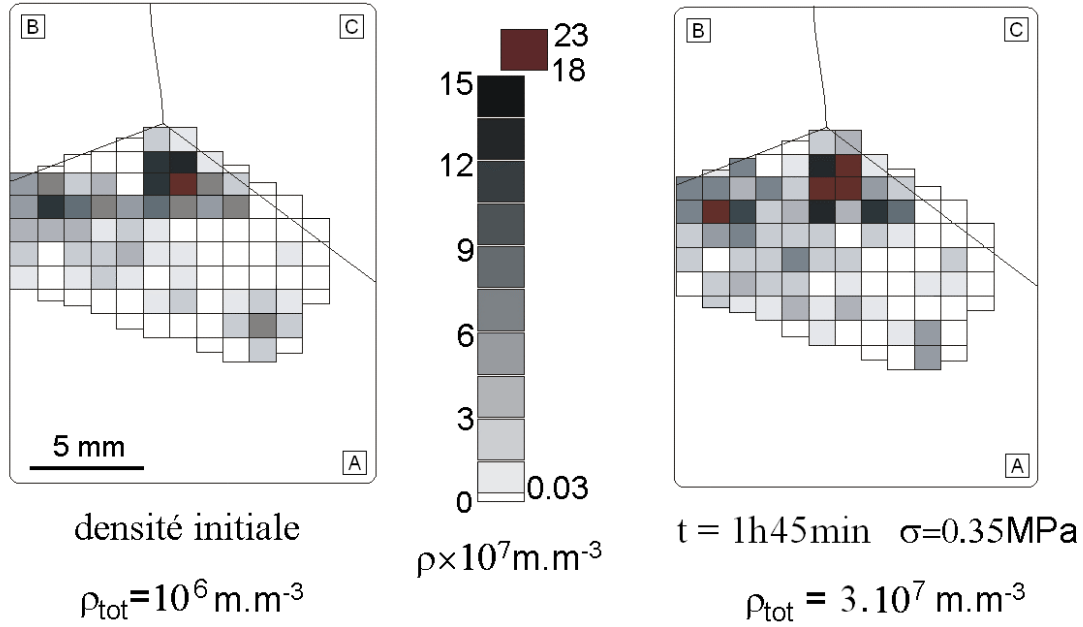


FIG. 5.14 – Densités de dislocations initiale et en cours d'essai de compression mesurées par comptage direct sur les topogrammes des plans pyramidaux $(10\bar{1}2)$ du grain A du tricristal T75-1(α).

5.2.2.3 Cartes d'évolution des densités de dislocations

La densité de dislocations présente dans le topogramme du grain A de l'échantillon T75-1(α) a pu être estimée par comptage direct (Chapitre 3) à $\rho = 10^6 \text{ m.m}^{-3}$ ce qui est très faible par rapport aux densités mesurées dans la glace habituellement Higashi (1988); Mansuy (2001).

Le fait que les dislocations dans le grain A restent discernables en cours d'essai nous a permis de dresser des cartes de densités de dislocation par comptage direct avant et après compression. La figure 5.14 montre qu'avant déformation une répartition non homogène des dislocations existe : la densité de dislocations est plus importante vers le joint A-B tandis que des zones sans dislocations sont visibles. Après 1h35min de compression sous $\sigma = 0.35 \text{ MPa}$ les dislocations semblent s'être rapprochées du joint A-B ce qui augmente la densité à cet endroit. Des densités fortes sont également observées sous le point triple. Pour le joint de grains A-C, aucune évolution n'est observée dans les premiers stades de la déformation. La densité de dislocations totale après 1h35min de compression a augmenté d'un ordre de grandeur par rapport à la densité initiale.

5.2.2.4 Vitesse des dislocations

La vitesse des dislocations mobiles se déplaçant vers le joint A-B du cristal T75-1(α) est estimée à $0.5 \mu\text{m.s}^{-1}$ pour une contrainte appliquée de 0.3 MPa et à une température dans la cellule réfrigérée de $-10 \pm 1^\circ\text{C}$ (Fig. 5.15). Quelques dislocations proches du joint A-C se déplacent plus rapidement à la vitesse de $1 \mu\text{m.s}^{-1}$ dans les mêmes conditions (Fig. 5.15, zone v_2). En raison de la présence du joint de grains et du type d'essai mécanique (plateau de chargement imposant un déplacement constant en restant perpendiculaire à la direction de compression), seule une simulation numérique par éléments finis peut

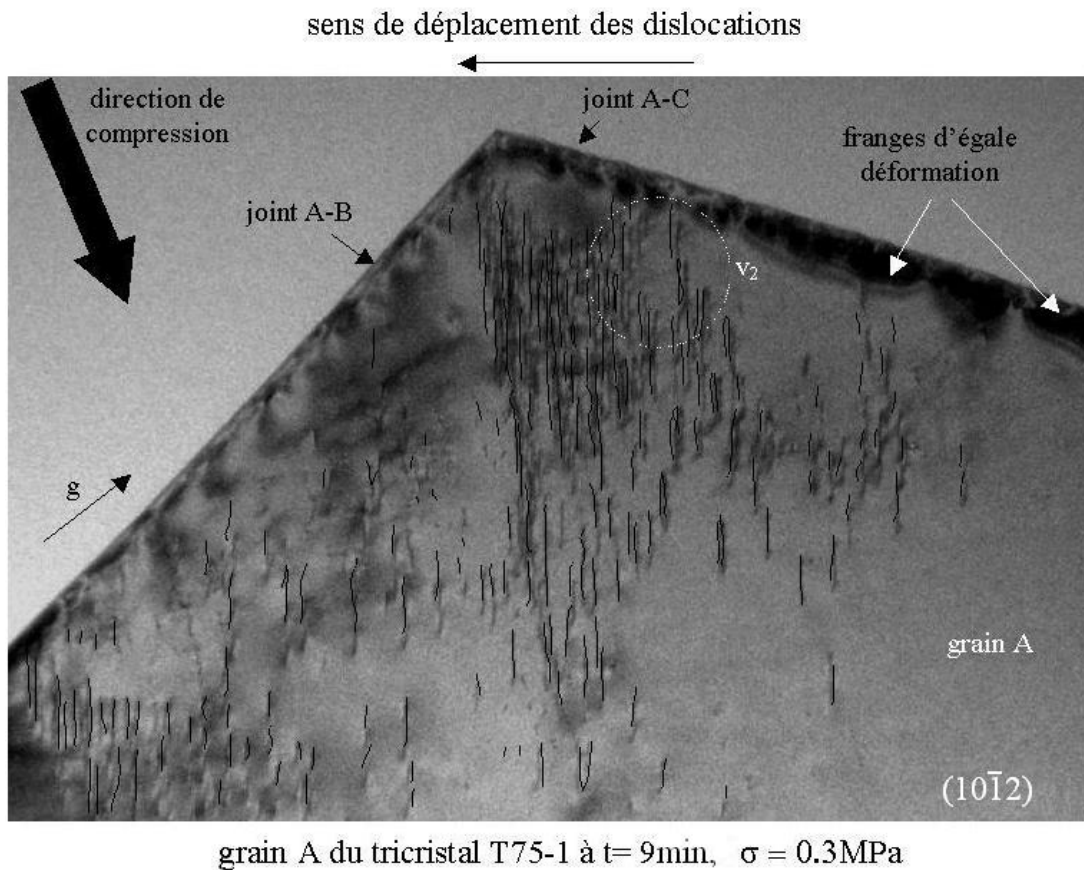


FIG. 5.15 – Observation d'une partie du topogramme d'un plan pyramidal de T75-1(α). Les dislocations visibles avant compression sont surimposées sur la photographie en noir. La zone notée v_2 indique la partie où les dislocations vont le plus vite ($1\mu\text{m s}^{-1}$).

permettre de déterminer la répartition du champ de contraintes au sein de l'échantillon afin de savoir si cette accélération des dislocations est liée à des concentrations de contraintes (cf. Chapitre 6).

L'ordre de grandeur des vitesses semble tout de même correspondre à celles citées dans la littérature (mobilité de l'ordre de $5\mu\text{m s}^{-1}\text{MPa}^{-1}$ à -10°C pour les vis, deux fois plus grande pour les 60° selon Hondoh (2000), cf. Chapitre 1).

5.2.2.5 Conclusion : les premiers signes de déformation

Lors du chargement, les premiers signes de déformations apparaissent au niveau des joints de grains sans aucun changement apparent dans le reste du cristal. Les joints dans les topogrammes deviennent de plus en plus sombres à mesure que la déformation augmente, ce qui peut être relié à une distorsion locale du réseau cristallin (Fig. IV.13 et Fig. IV.16). Les distorsions peuvent être d'origine élastique au tout début de la déformation ou d'origine plastique avec la création de dislocations (Fig. 5.13).

En cours de sollicitation, les dislocations individuelles observées avant déformation s'étendent dans la direction des plans de base dans le reste du grain. Toutefois, quelques dislocations mobiles peuvent être arrêtées par de longs défauts plans présents avant déformation (cf. grain A du tricristal T7(α) sur les Figures IV.13 et 5.12).

5.2.3 Déformation à taux plus élevé des cristaux de bonne qualité observée en topographie X-synchrotron

Même si les dislocations se propagent partout dans le grain, le joint de grains reste le lieu d'intenses distorsions. Au niveau du joint, l'hétérogénéité de distorsion est en étroite relation avec le champ de contrainte local qui n'apparaît pas avec la même intensité selon l'orientation cristalline des grains adjacents. Ainsi, pour le tricristal T75-1(α), après deux heures de compression sous une contrainte de 0.36MPa, l'hétérogénéité des franges d'égales déformations, observées avant compression dans le grain A au joint A-C, évolue en une hétérogénéité de distorsion au joint, similaire dans les grains A et C : les hétérogénéités du contraste sont en correspondance dans les deux grains de part et d'autre du joint A-C (Fig. IV.16). De même, entre les grains A et B on observe également des zones noires semblant concorder de chaque côté du joint avec une intensité qui semble plus faible. Ce phénomène est également bien visible pour le tricristal T7(α) au niveau du joint A-C (Fig. IV.13 à $t=3h$ sous $\sigma=0.3MPa$). En revanche, pour le joint A-B, les distorsions sont moins fortes. Au vu de ces résultats et d'après les désorientations données en Annexe IV (paragraphe IV.2), il semble que l'intensité des distorsions observées au joint augmente avec la désorientation des axes a . La désorientation des axes c semble de moindre importance.

Pour des déformations encore plus importantes, l'image du joint de grains se déforme de plus en plus : les astérismes s'intensifient vers les joints A-B et A-C du tricristal T75-2(α) (Fig. IV.36).

Pour tous les échantillons testés, les lignes de dislocations s'étendent le long des plans de base à l'intérieur du grain. Quand les dislocations deviennent trop nombreuses pour être visibles individuellement, la déformation peut être appréciée par les lignes de glissement basal. Par exemple, après 54min de compression, les topogrammes des grains B et C du tricristal T75-2(α) (Fig. IV.36) ne présentent plus que de longues lignes parcourant le cristal.

5.2.4 Déformation des cristaux de mauvaise qualité cristalline observée en topographie X-synchrotron

Les cristaux dont les dislocations ne sont pas discernables individuellement, et pour lesquels les lignes de glissement basal ou bien des fortes distorsions sont visibles avant le début de la sollicitation, présentent aussi des hétérogénéités en cours de sollicitation. Au niveau des changements de courbure des joints, des lignes de glissement marquées apparaissent. Par exemple, après 8h40mn de compression du tricristal T15-1(α) (Fig. IV.52), autour du point triple et au niveau du changement de courbure des joints de grains, les topogrammes du plan prismatique ($\bar{2}110$) présentent des lignes de glissement intenses et le topogramme du plan basal présente de fortes hétérogénéités de distorsion.

Certains tricristaux résolvent les incompatibilités de déformation par une scission du grain principal A en réponse aux sollicitations des deux grains supérieurs B et C : la création d'un sous-joint de grains plus ou moins désorienté à partir du point triple délimite deux sous-grains plus aptes à accommoder la déformation (e.g. tricristal T15-2(α), Fig. IV.54).

5.2.5 Influence de l'orientation des grains

Dans les premiers stades de la déformation et selon l'orientation des grains par rapport à la direction de compression et la désorientation relative des grains, les topogrammes présentent des caractéristiques différentes au voisinage des joints de grains.

Ainsi deux cristaux dont les axes a sont compatibles (désorientation dans le plan des axes proche de 0 ou 30°) vont présenter un joint de grains attirant les dislocations et leur permettant de passer d'un grain à l'autre. En topographie, il est impossible de savoir si une dislocation arrivant sur un joint le traverse directement ou si elle reste bloquée et une autre dislocation est générée dans le grain adjacent. Dans ce cas l'interaction d'une dislocation avec le joint se traduit par la création d'une dislocation extrinsèque dans le joint qui est à même de produire le champ de contrainte nécessaire à la génération de dislocations de l'autre côté du joint ¹. Par exemple, dans le tricristal T75-1(α), les grains A et B ont une désorientation dans le plan des axes a de $0 \pm 2^\circ$ et $45 \pm 2^\circ$ dans celui des axes c . La Figure 5.14 montre que la densité de dislocations devient plus importante vers le joint A-B. Pour le tricristal T75-2(α), les dislocations se dirigent également vers le joint A-B pour lequel il y a une désorientation de $3 \pm 2^\circ$ pour les deux axes.

A contrario, lorsque les axes a ne sont pas compatibles, des phénomènes élastiques sont mis en jeu au niveau du joint de grains et l'on observe par exemple des franges d'égales déformations, comme au niveau du joint A-C du tricristal T75-1(α) où la désorientation est de $20 \pm 2^\circ$ pour les axes a et de $10 \pm 2^\circ$ pour les axes c (Fig. IV.16). Plus loin dans la déformation, les distorsions deviennent importantes près du joint où un assombrissement indicateur de la désorientation cristalline est observé de chaque côté du joint (e.g. joint A-C de T75-1(α), Fig IV.16 et joint A-C de T7(α), Fig. IV.13). Des astérisques orientés selon le vecteur de diffraction apparaissent en premier lieu vers les joints de grains présentant des incompatibilités (e.g. joints A-C de T75-1(α) et de T7(α), Figs. IV.16 et IV.13).

A plus fort taux de déformation, les distorsions et les astérisques sont dans tous les cas très importants vers les joints (e.g. T75-2(α), Fig. IV.36), quelle que soit la compatibilité.

Tout semble donc indiquer que la réponse à la sollicitation est en relation étroite avec les champs hétérogènes de contraintes évoluant au joint de grains selon l'accommodation de la déformation entre les cristaux.

5.2.6 Utilisation de la réticulométrie pour l'étude de l'évolution des désorientations

Le principe de la réticulométrie, méthode qui utilise des faisceaux X fins, a été donné dans le Chapitre 3 (paragraphe 3.3.2) et est développé dans l'Annexe VI. Cette technique nous permet d'obtenir l'orientation des vecteurs de diffraction en plusieurs points du grain, d'estimer les gradients du vecteur de diffraction de plans cristallographiques, et ainsi de remonter aux distorsions au sein du cristal. Nous avons choisi d'étudier les grains A des tricristaux T75-1(α) et T75-2(α) du fait que, pour ces échantillons, une déformation notable des topogrammes diffractés a pu être enregistrée (Figs. IV.25 et IV.41) et que des essais complémentaires en RX-refocalisés et au laboratoire en lumière polarisée ont été réalisés sur des tricristaux analogues (découpés dans les mêmes blocs). De plus, les grains A de ces deux tricristaux ont des orientations voisines dans le repère de la presse, alors que les grains B et C ont des orientations différentes. Naturellement, les résultats que nous présentons peuvent être obtenus pour d'autres échantillons.

Seuls les résultats obtenus avec la grille de tungstène seront présentés dans ce manuscrit

¹La composition structurale d'un joint de grains est décrite à l'aide de dislocations intrinsèques. Lorsque les dislocations des grains interagissent avec les joints de grains, des défauts linéaires isolés (en ce sens qu'ils ne sont pas arrangés en réseaux périodiques comme les défauts intrinsèques) se forment dans les joints. Ces défauts, ou dislocations extrinsèques résultent le plus souvent des réactions mises en jeu dans deux situations pratiques : dans les tous premiers stades de la déformation plastique lorsque des dislocations mobiles viennent intercepter le joint de grains considéré comme immobile ; ou lors de la recristallisation où des joints de grains mobiles balayent des régions déformées contenant des dislocations considérées comme immobiles qu'ils incorporent (Priester, 2006).

(lames de 1mm de large et 100 μ m d'épaisseur entrelacées, soit un pavage de carrés de 1mm²). Les résultats obtenus avec le grillage (fils entrecroisés) sont inexploitable à taux de déformation élevé car les noeuds du grillage ne sont plus visibles en raison de la forte déviation des vecteurs de diffraction et de la superposition des rayons diffractés. La grille, avec des parties absorbantes plus larges permet d'éviter ce phénomène.

5.2.6.1 Désorientation des vecteurs de diffraction

Le suivi de l'évolution de l'orientation des vecteurs de diffraction en plusieurs points des topogrammes nous renseigne sur les zones de fortes distorsions.

Comme nous nous intéressons à des différences d'orientation d'un point à l'autre d'un même topogramme, nous pouvons ignorer les rotations d'ensemble du grain étudié qui pourraient provenir, soit d'une rotation de l'échantillon en cours de chargement, soit de la déformation plastique du grain.

La méthode mise en oeuvre est la suivante. La détermination de \mathbf{g} se fait pour chaque coin de carré éclairé à partir de la relation (3.12) (Chapitre 3). Pour chaque topogramme un vecteur de diffraction moyen $\tilde{\mathbf{g}}$ est calculé à partir des \mathbf{g} de la rangée de carrés éclairés situés au bas du topogramme du grain A, loin des joints de grains et du point triple où l'influence des deux grains B et C supérieurs est prépondérante. Enfin, en chaque point on calcule l'angle entre \mathbf{g} et $\tilde{\mathbf{g}}$.

Nous avons traité un cliché de diffraction avant compression et des clichés en cours de compression. Les Figures IV.23 et IV.39 (Annexe IV) montrent la répartition de la désorientation angulaire (en degré) entre le vecteur de diffraction local et le vecteur de diffraction moyen. Sur ces deux figures les désorientations sont limitées à 0.08° pour avoir un gradient de couleur optimal. Seuls quelques points dépassent ce seuil avec de fortes désorientations allant de 0.2 à 0.3° vers le point triple.

Les conclusions sont les suivantes :

- tricristal T75-1(α) : la Figure IV.23 montre que pour les topogrammes du plan de base les désorientations les plus fortes se situent vers les joints de grains et le point triple . Le joint de grain A-B a les désorientations les plus importantes bien que les deux grains soient compatibles (axes a confondus). Le topogramme du plan prismatique (1 $\bar{1}$ 00) présente quant à lui des désorientations importantes dans tout le grain. La région du point triple a disparu sur le topogramme du plan prismatique en fin de manipulation (le faisceau diffracté pour cette zone est caché par le beam-stop).
- tricristal T75-2(α) : la Figure IV.39 montre également que les désorientations les plus marquées apparaissent d'abord au niveau des joints de grains puis qu'elle se propage dans le reste du cristal. Une zone neutre (avec peu de distorsion) tend à rester sous le point triple. Ici encore, dans le topogramme du plan prismatique les désorientations les plus marquées sont au niveau du joint A-B pour lequel les axes a des deux grains sont presque confondus. Le mouvement des dislocations vers ce type de joint entraîne des distorsions cristallographiques et donc des déviations des vecteurs de diffraction.

5.2.6.2 Densité de dislocations géométriquement nécessaires (calcul du tenseur de Nye)

La détermination d'un couple de vecteur de diffraction en un point du cristal permet de recréer un trièdre local relié à l'orientation cristallographique du cristal au point considéré. A partir d'un ensemble de trièdres locaux, on peut calculer les gradients de rotation de ces trièdres d'un point à l'autre du cristal et ainsi avoir une estimation du tenseur de Nye et du tenseur de courbure (cf. Chapitre 3, paragraphe 3.3.2).

La Figure IV.24 (Annexe IV) montre l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires en cours de déformation pour trois instants de la déformation du tricristal T75-1(α) (Fig. IV.25). Cette densité scalaire est calculée comme la racine carrée du deuxième invariant du tenseur de Nye (elle indique "l'intensité" de ce tenseur). Avant déformation, la densité de dislocations, de l'ordre de $8 \times 10^7 \text{ m.m}^{-3}$, est relativement homogène dans le cristal. Cette densité est un ordre de grandeur plus élevée que celle relevée par comptage direct (Fig. 5.14). Ceci est dû au fait que les extinctions ne permettent pas l'observation de toutes les dislocations sur un topogramme. Seules deux régions, au niveau du joint de grains A-B et au bas de l'échantillon, ont des densités plus importantes de l'ordre de 10^9 m.m^{-3} . Cependant, la digitalisation du cliché de diffraction et le pointage des coins de la grille sont source d'erreur et peuvent influencer sur la densité calculée. Après 39min de compression sous une contrainte de 0.24MPa, une évolution hétérogène des dislocations géométriquement nécessaires est à noter. Un pic de distorsion est observé au niveau du point triple pour lequel une densité de 10^{10} m.m^{-3} est calculée. Le joint A-B possède, en accord avec ce qui a été vu précédemment, une densité plus importante que le joint A-C. La densité a ainsi augmenté essentiellement au niveau des joints de grains. Une zone de faible dimension, imagée près de la surface libre (repère L sur la Fig. IV.24), présente également une augmentation de la densité de dislocations. Par contre, le reste du cristal semble rester homogène.

La Figure IV.40 (Annexe IV) montre l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires en trois instants de la déformation du tricristal T75-2(α) (Fig. IV.41). Avant déformation, la densité de dislocations, de l'ordre de $6 \times 10^7 \text{ m.m}^{-3}$, est relativement homogène. Néanmoins, le point triple et une zone vers la surface libre proche du joint de grains A-B présentent une densité plus forte. Après 19min de compression sous 0.3MPa, les distorsions s'intensifient au niveau du joint de grains A-B conduisant à des densités de l'ordre de $2 \times 10^{10} \text{ m.m}^{-3}$. Après 1h de compression, l'hétérogénéité s'accroît et la distorsion s'amplifie encore au niveau du joint de grains A-B tandis que le joint A-C commence à présenter une évolution de la densité qui atteint 10^{10} m.m^{-3} vers la surface libre.

5.2.7 Observation des distorsions cristallographiques aux RX refocalisés

Des tricristaux de microstructures respectivement similaires à celles des tricristaux T75-1(α) et T75-2(α) observés en topographie X, notés T75-1(β) et T75-2(β), ont été comprimés à l'ILL sous rayonnement X-dur refocalisé pour étudier la possibilité d'analyse de l'évolution de la microstructure par cette méthode.

Chacun de ces échantillons a été prélevé plus en profondeur dans son bloc de glace (cf. Fig. 4.5, Chapitre 4). Ces clones présentent effectivement des géométries très similaires à celles de leurs "parent" respectifs, et leurs grains respectifs ne présentent pas de différences notables d'orientation.

Sur les Figures IV.19 et IV.37, les traits marqués en pointillé indiquent la position initiale (avant déformation) des taches. Sur chaque figure, la photographie miniature surimposée (photo de l'échantillon ou d'un clone comprimé au laboratoire sous lumière polarisée) permet d'indiquer la zone éclairée par le faisceau.

Pour comparer les clichés obtenus en topographie X-synchrotron et en RX-refocalisés il faut bien tenir compte de l'inversion droite-gauche des clichés de diffraction ILL par rapport à ceux de l'ESRF (à l'ILL une tache diffractée à droite sur la surface du détecteur est vue par l'arrière à gauche ; à l'ESRF on regarde le film par devant). L'influence du grain B, situé à gauche de l'échantillon, se fait donc ressentir sur la droite dans la tache de diffraction horizontale. La Figure 5.16 schématise les différentes zones d'influence des

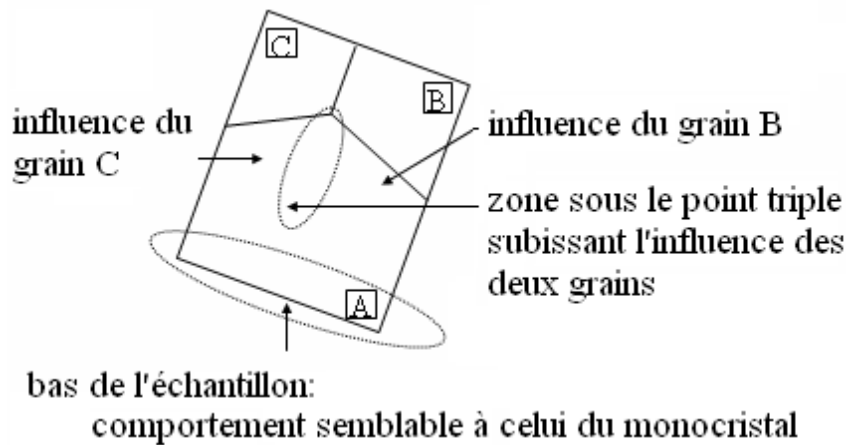


FIG. 5.16 – Schéma des différentes zones d'influence d'un tricristal dans la configuration des clichés de diffraction obtenus en RX-refocalisés. Notez que les grains B et C sont inversés sur les clichés ILL par rapport aux clichés ESRF.

grains B et C.

5.2.7.1 Hétérogénéité de la déformation pour le grain A

L'hétérogénéité et la rapidité de la réponse du grain A à la sollicitation varie selon l'orientation des grains voisins. Les cristaux T75-1(β) (Fig. IV.18) et T75-2(β) (Fig. IV.37) montrent ainsi des différences dans la forme des taches de diffraction des plans d'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

La désorientation entre les grains A et B du tricristal T75-2(β) est quasiment nulle (les désorientations entre les paires d'axes a et c sont d'environ $3 \pm 2^\circ$). Or dès le début de la sollicitation, après seulement 4min sous une contrainte de 0.06MPa, on observe sur la tache prismatique une distorsion au niveau du joint A-B (partie droite de la tache). Pour le tricristal T75-1(β), la déformation de la microstructure ne devient effective qu'après une quarantaine de minutes sous une contrainte appliquée de 0.24MPa et on observe alors sur les taches de diffraction une surintensité liée à l'augmentation du nombre de défauts (équivalent en négatif de l'augmentation du contraste en topographie X-synchrotron). Les différences notables dans les taches sont visibles plus tardivement (après environ 1 heure de chargement). Dans ce tricristal T75-1(β), les axes a des grains A et B sont désorientés de $0 \pm 2^\circ$ et les axes c de $45 \pm 2^\circ$, les axes a des grains A et C sont désorientés $20 \pm 2^\circ$ et les axes c de $10 \pm 2^\circ$. Aucune paire de grains ne peut alors être considéré comme constituée de grains identiques et les désorientations inter-granulaires suffisent à ne pas favoriser une déformation rapide. Ainsi la faible désorientation inter-granulaire du tricristal T75-2(β) semble favoriser la déformation, en accord avec ce qui a été observé en topographie X-synchrotron.

L'axe c du grain A étant dans le plan de l'échantillon T75-1(β), la déformation de ce grain est beaucoup plus proche d'une vraie déformation plane en 2D que celle du grain A de T75-2(β) dont l'axe c est hors du plan de la lame. Ceci peut aussi expliquer pourquoi le tricristal T75-2(β) commence sa déformation plus vite que T75-1(β).

En cours de compression, les taches de diffraction de T75-2(β) sont sensiblement plus distordues que celles de T75-1(β) (Fig. IV.37). Les plans de base ne présentent de très fortes distorsions qu'en haut et en bas du grain A. Après environ 15 minutes de mise en charge (0.24 MPa) le plan basal s'est incliné de 0.06° et la hauteur de la tache basale projetée sur la verticale a diminué de 20%. La largeur projetée sur l'horizontale de la tache prismatique ($1\bar{1}00$) est restée à peu près la même, mais le plan a tourné de 0.1° . Il y

a donc dès le début du chargement une flexion des plans de base autour de l'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

Le tricristal T75-1(β) a pu être observé sous deux angles différents pendant la même séquence de chargement. La Figure IV.17 montre le tricristal regardé selon l'axe de zone $[10\bar{1}0]$. On observe une rotation continue du plan basal dans le sens horaire (sur la figure) qui atteint environ 0.05° à $t=3h24min$ et se poursuit ensuite dans le même sens. Le plan prismatique ($1\bar{2}10$) tourne aussi de façon continue, mais dans le sens anti-horaire (sens direct), sa rotation atteint aussi environ 0.05° à $t=3h24min$, puis continue à tourner dans le même sens. La hauteur de la tache basale projetée sur la verticale diminue de 17% entre $t=0$ et $t=3h24min$, alors que la largeur projetée sur l'horizontale de la tache prismatique est à peu près conservée. La Figure IV.18 montre le tricristal regardé selon l'axe de zone $[11\bar{2}0]$. Jusqu'à $t=3h41min$, le plan de base et le plan prismatique ($1\bar{1}00$) se comportent comme dans le cliché d'axe de zone tourné de 30° . A $t=3h41min$ le plan basal a tourné de 0.02° dans le sens horaire, le plan prismatique de 0.04° dans le sens anti-horaire, la hauteur de la tache basale projetée sur la verticale a diminué de environ 10%, la largeur projetée sur l'horizontale de la tache prismatique a elle aussi diminué de environ 10%. Par la suite, entre $t=3h41min$ et $t=4h35min$, alors que la charge n'a été que légèrement augmentée, on observe un redressement apparent du plan basal (excepté les parties en contact avec les plateaux de presse) (Fig. IV.18, $t=4h02min$) suivi d'un basculement dans le sens anti-horaire. A $t=4h35min$ la rotation du plan basal atteint 0.08° . Pendant ce temps, la tache du plan prismatique continue à tourner dans le sens anti-horaire (la rotation atteint 0.08° à $t=4h02min$). Ces éléments suggèrent que pendant la période de début de chargement, entre $t=0$ et $t=3h41min$ les plans de base ont subi une flexion autour de l'axe de zone $[10\bar{1}0]$. Le fait que la tache basale continue à tourner dans le même sens dans le cliché d'axe de zone $[10\bar{1}0]$ mais voit son sens de rotation qui s'inverse en cours de chargement sur le cliché d'axe de zone $[11\bar{2}0]$ suggère que les plans de base sont soumis à une torsion autour de l'axe $[1\bar{1}00]$ (perpendiculaire au plan prismatique ($1\bar{1}00$)).

L'utilisation de faisceaux de section réduite est essentielle pour diminuer le volume intégré, mieux localiser les défauts et mieux séparer les zones d'influence des grains supérieurs (Fig. 5.16). Lorsque la désorientation des grains n'est pas compatible, au cours de la déformation la tache du plan de base peut prendre des formes semblables à celles observées pour les monocristaux. Par exemple, pour le tricristal T75-1(β) observé selon l'axe de zone $[11\bar{2}0]$, la tache basale de la partie du grain A sollicitée par le grain C, près du joint de grains A-C, prend une forme en S (Fig. IV.19, $t=4h06min$). La même tache, correspondant à la même zone du grain A, obtenue avec l'axe de zone $[10\bar{1}0]$ a quant à elle une forme de C (Fig. IV.17, $t=4h44min$).

Lorsque les grains sont compatibles (axes a à 0 , 15 ou 30°) la tache basale présente uniquement une inclinaison (Fig. IV.17, grains A et B de T75-1(β) à $t=4h47min$), quand ils sont incompatibles la tache basale est plus déformée. Les hétérogénéités de distorsion sont donc plus prononcées lorsque les grains sont incompatibles (Fig. IV.17, grains A et C de T75-1(β)).

D'autres essais de compression montrent également l'hétérogénéité cristallographique du plan de base en réponse aux sollicitations des deux grains supérieurs. La Figure 5.17 montre des clichés de diffraction du grain A du tricristal T75-3(α). Après 16 minutes de compression sous $0.3MPa$ la tache basale prend une forme de X. L'observation avec des fentes verticales montre que la zone directement sous le point triple présente moins de distorsions que sur la gauche et la droite, et que la tache en X est composée de deux taches, l'une en forme de C correspondant à l'influence du grain C sur le grain A, l'autre en forme de C inversé correspondant à l'influence du grain B sur le grain A. La Figure 5.18 montre les observations faites sur le tricristal T75-4(α). On retrouve le même type

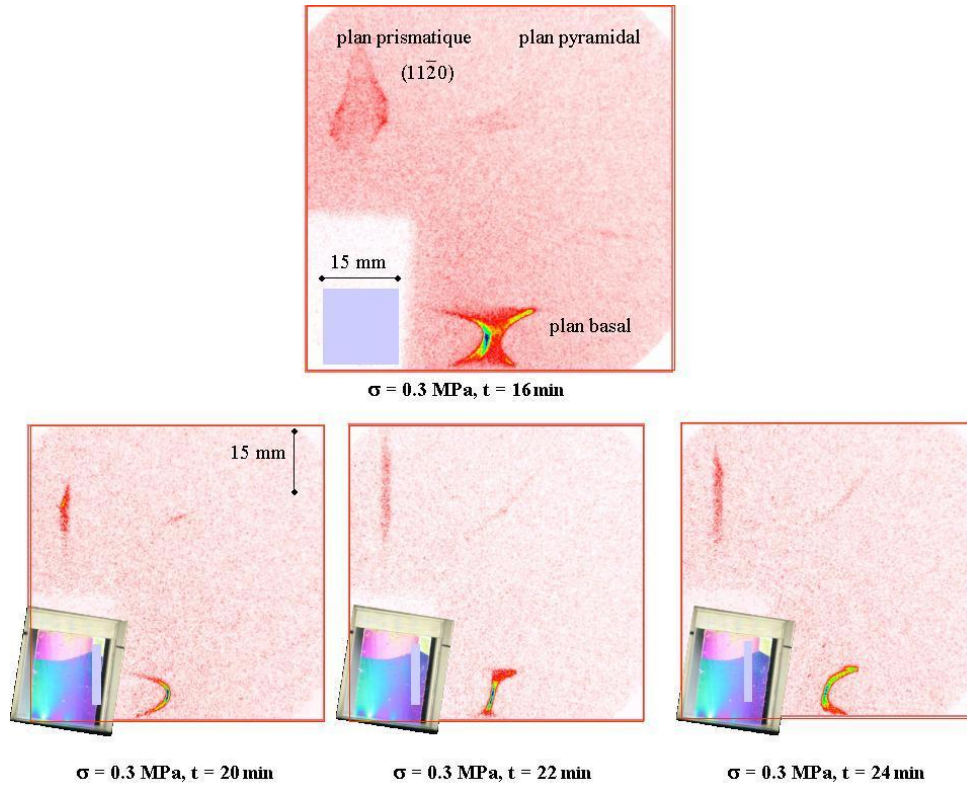


FIG. 5.17 – Clichés de diffraction du grain A du tricristal T75-3(α). L'observation avec un faisceau $15 \times 15 \text{ mm}^2$ donne une tache basale en forme de X. En utilisant une fente verticale de 2 mm de largeur on peut localiser chaque branche du X dans le grain.

de tache basale que pour T75-3(α). La zone sous le point triple reste une zone neutre et on observe des distorsions différentes de part et d'autre du point triple. Il n'a pas été possible de déterminer les orientations cristallographiques des grains B et C de ces deux tricristaux.

Pour le grain A du tricristal T75-1(β), la zone sous le point triple est également faiblement distordue (Fig. IV.19 à $t=4\text{h}09\text{min}$), tandis que pour le grain A de T75-2(β), la tache basale est perturbée de façon continue sous le point triple (Fig. IV.37, à $t=49\text{min}$). Or la seule différence observée entre les grains A de T75-1(β), T75-3(α), T75-4(α) et T75-2(β) est le fait que l'axe c du grain A de T75-2(β) est hors du plan de l'échantillon, ce qui semble influencer la déformation et perturber la zone sous le point triple.

5.2.7.2 Réponse des grains supérieurs B et C

Il est parfois possible d'orienter l'échantillon de façon à pouvoir suivre l'évolution des clichés des deux grains supérieurs B et C d'un tricristal. La diffraction des grains B et C n'a pu être réalisée que pour le tricristal T75-1(β).

Les plans du grain C (Fig. IV.21) se désorientent davantage que ceux du grain B (Fig. IV.20). Pour le grain C, les fentes verticales montrent la forte distorsion des plans ainsi qu'un sous joint : plusieurs taches de diffraction faiblement désorientées sont visibles sur les taches des plans prismatique et basal. L'utilisation d'une fente horizontale confirme la forte désorientation des plans entre le haut et le bas du grain C. Le plan basal présente une faible distorsion vers le point triple (Fig. IV.21 à $t=5\text{h}29\text{min}$). Comme ce grain est fortement désorienté par rapport aux deux autres, le glissement des plans de base doit être perturbé vers les joints et les plateaux de la presse où les concentrations de contrainte sont fortes.

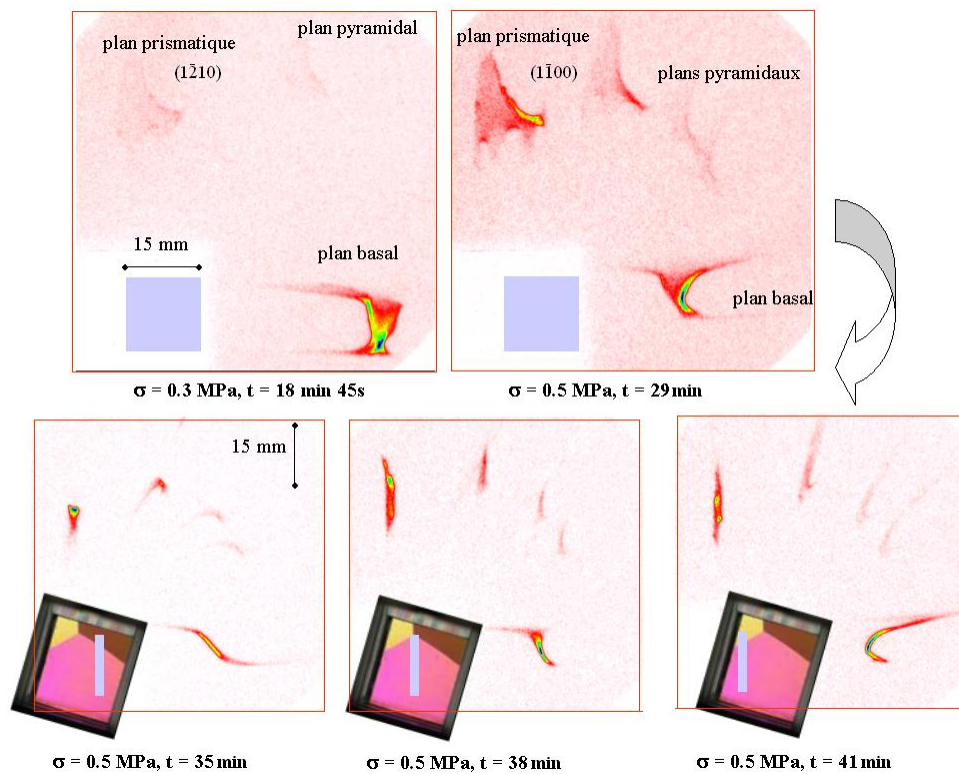


FIG. 5.18 – Clichés de diffraction du grain A du tricristal T75-4(α) observé avec un faisceau $15 \times 15 \text{ mm}^2$ et avec une fente verticale de 2mm de largeur. La tache du plan de base a une forme en X; l'analyse avec fente permet de localiser chaque branche du X.

Pour le grain B (Fig. IV.20), on observe principalement que le plan basal se déforme en premier et, grâce aux fentes verticales, qu'il présente en fin de compression un (voire plusieurs) sous joint(s) du côté du joint de grains B-C (Fig. IV.20, $t=5\text{h}54\text{min}$).

En conclusion, le grain C présente des distorsions plus importantes que le grain B. Ceci peut être expliqué :

- d'une part par son orientation par rapport au plan de l'échantillon : en effet, son axe c est à 30° hors du plan de l'échantillon, tandis que celui du grain B est à 12° hors de ce plan (les axes c des deux grains sont tous deux à 30° de la direction de compression) ;
- d'autre part par le fait qu'il est fortement désorienté par rapport aux deux autres grains, ce qui favorise une déformation hétérogène avec création de sous-joints.

5.2.8 Observation de la déformation en lumière polarisée

Les tricristaux ont été comprimés en laboratoire sous lumière polarisée afin de mieux comprendre à une échelle plus macroscopique l'implication dans l'hétérogénéité de la déformation des (dés)orientations inter-granulaires et de la géométrie du joint.

5.2.8.1 Lignes de glissement

Les lignes de glissement basal apparaissent à partir de 2% de déformation, généralement après une heure de compression en chambre froide à -10°C et pour une contrainte voisine de 0.5MPa (seul le tricristal T75-2(β), cf. Fig. IV.38, a développé des lignes marquées à partir de 0.24MPa). Même si les premières lignes de glissement sont en général repérées dans les deux grains supérieurs dont les axes c sont hors du plan de l'éprouvette (e.g. tricristal T7(α), Fig. IV.14), parfois seul un des deux grains B ou C se déforme de façon significative. Par exemple, pour le tricristal T75-1(γ) (Fig. IV.22), les lignes de

glissement sont d'abord visibles dans le grain C dont l'axe c est plus hors du plan de l'échantillon que celui des deux autres grains et qui est sollicité en premier à cause de la géométrie du bord supérieur de l'éprouvette qui a été érodé par sublimation. Quant au tricristaux T18(α) ou T75-2(β), dont les grains A ont leurs axes c hors du plan de l'échantillon, ce sont les lignes de glissement du grain A qui sont nettement visibles en premier (Fig. IV.51).

Cela confirme que la possibilité de déformation dans la direction perpendiculaire au plan de l'échantillon permet une déformation plus rapide des grains dont l'axe c est hors du plan de l'éprouvette.

Plus loin dans la déformation, la jonction des lignes de glissement au niveau du joint de grains s'effectue de différentes manières :

- Soit la déformation entre deux grains adjacents est compatible : dans ce cas le passage des lignes s'effectue directement et le joint de grains subit peu ou pas de modifications. Par exemple, le passage des lignes entre les grains A et B de T75-1(γ) s'effectue sans perturbation (Fig. IV.22, après 19h de compression).
- Soit le passage des lignes est lié à une légère ondulation du joint qui se traduit par des variations locales de couleur qui sont le signe d'une concentration de contrainte. Pour T18(α), dont le joint A-B présente une légère ondulation, on observe le passage des lignes de glissement entre les grains A et B après une 1h38min de compression sous $\sigma = 0.6\text{MPa}$ (Fig. IV.51) et après 2h37min sous $\sigma=0.63\text{MPa}$ le passage des lignes au joint A-B est mis en évidence par un changement de couleur à ce niveau.
- Soit le joint de grain initialement rectiligne est perturbé et se déforme par interpénétration des lignes de glissement dans les deux grains adjacents. Par exemple, le passage entre B et C pour T18(α) s'accompagne d'un décrochement du joint B-C visible dès 1h40 de compression (Fig. IV.51). Pour le tricristal T75-2(β), le joint A-B (partie basse) est perturbé 1h30min après le début de l'essai et la perturbation est visible clairement après 3h10min (Fig. IV.38).
- Soit le passage des lignes est associé à des structures allongées, perpendiculaires aux lignes de glissement, qui semblent être l'image de désorientations locales dues à l'accumulation de dislocations au niveau du joint de grains. Ainsi pour le tricristal T7(α) (Fig. IV.14), après deux heures de déformation sous $\sigma = 0.75\text{MPa}$, les lignes de glissement du grain B semblent créer un champ de contrainte permettant la nucléation de structures perpendiculaires aux lignes de glissement basal du grain A (Fig. IV.14, zone entourée au niveau du joint de grains A-B à $t=2\text{h}$). Par la suite ces structures restent visibles. Ce phénomène est également observable dans le grain B du tricristal T15-1(β), au niveau du joint A-B (Fig. 5.19, zone entourée sous le sous-joint dans le grain B) ou encore dans le grain C du tricristal T75-2(β) au niveau du joint B-C et dès 1h35min de déformation (ceci est peu visible sur les photographies de la Figure IV.38 mais a été clairement observé).
- Soit, lorsque les joints ne sont pas initialement rectilignes, le passage des lignes s'accompagne d'une perturbation des joints. Par exemple, le passage des lignes de glissement entre les grains A et B et A et C du tricristal T15-1(β) perturbe les deux joints (Fig. IV.53, agrandissement du joint A-B à $t=3\text{h}30\text{min}$).

Si l'accommodation de la déformation ne peut plus se faire par transmission du glissement basal, la relaxation des contraintes peut s'effectuer par recristallisation. Par exemple, pour T7(α) après 3h45min de déformation sous $\sigma = 0.8\text{MPa}$, un passage des lignes de glissement s'opère entre les grains A et B (Fig. IV.14). Cette transmission non facile (cas des structures perpendiculaires aux lignes de glissement) conduit à une perturbation du joint A-B accompagnée de recristallisation locale en fin de déformation (Fig. IV.14, voir au bas de la figure l'agrandissement du passage des lignes de glissement après 18h de

compression). Pour le tricristal T75-2(β), cette recristallisation se produit au joint B-C (Fig. IV.38, agrandissement en fin de manipulation). De la recristallisation seule, sans observation de lignes de glissement, peut être observée au joint de grains. Par exemple, les joints B-C et A-C du tricristal T7(α) sont le siège de recristallisation avec, en fin de manipulation, une recristallisation importante au niveau du point triple (Fig. IV.14, zone R dans l'agrandissement à $t=18h25min$). Cette recristallisation permet la relaxation du champ de contrainte local engendré par la présence du joint.

Dans tous les cas observés la répartition des lignes de glissement n'est pas homogène dans les tricristaux. Les lignes apparaissent plus marquées vers les joints de grains et vers les plateaux de la presse. Ceci est clairement visible par exemple pour T7(α) en fin d'essai au joint A-B (Fig. IV.14). Pour T18(α), après 5h12min de compression (Fig. IV.51), les polariseurs ont été tournés pour permettre une meilleure observation des lignes de glissement dans le grain C et on remarque une concentration des lignes dans le grain A, vers la zone en contact avec la presse (en bas à gauche).

Le point triple est un lieu de forte concentration de contrainte où peuvent apparaître parfois pour un même tricristal des lignes de glissement basal intense, de la recristallisation ou de la fracturation. Par exemple, pour le tricristal T75-1(γ) après 1h20min de déformation sous $\sigma=0.6MPa$, des lignes de glissement convergent vers le point triple dans les grains A et C (Fig. IV.22, agrandissement). Pour le tricristal T15-1(β), le point triple est également une zone de sollicitation importante puisqu'une fracture mettant en évidence une zone de traction est visible à ce niveau dans le grain A en fin de déformation (Fig. IV.53, agrandissement).

5.2.8.2 Polygonisation

Comme il a déjà été remarqué pour les monocristaux, une flexion des plans de base apparaît dans les grains lorsque l'orientation de l'axe c est telle que le glissement basal est gêné par les conditions aux limites (plateaux de presse, joint de grains) (Fig. 5.8-b).

Sous-joints de flexion liés à l'orientation des grains dans la presse

Pour les grains A des tricristaux T7(α) et T15-1(β) aucune flexion n'a été observée tandis que pour les grains A de T75-1(γ) et T75-2(β) la flexion des plans de base conduit à la formation de sous-joints perpendiculaires aux lignes de glissement basal. Ces sous-joints sont généralement mobiles en cours de sollicitation avec une vitesse de l'ordre de $0.3 \mu m s^{-1}$ pour une contrainte macroscopique appliquée de $0.24MPa$ et à $-10^\circ C$. Cette vitesse est de l'ordre de grandeur de celle observée pour le monocristal M75-2(α) (Fig. IV.8) dans les mêmes conditions (vitesse du sous-joint $0.13 \mu m s^{-1}$ sous $\sigma=0.24MPa$ et à $-10^\circ C$).

Sous-joints liés à la géométrie des joints

La présence de changement de courbure des joints de grains conduit également à la formation de sous-joints (Fig. 5.8). Un sous joint est ainsi visible dans le grain B du tricristal T15-1(β) (Fig. IV.53), après 3h30min de chargement.

Sous-joints liés à la présence du point triple

Le point triple est le siège de concentrations de contrainte qui peuvent être relaxées par la création de sous-joints. Par exemple, le tricristal T15-2(β) présente un sous joint dans le grain A qui prend naissance au point triple après quatre heures de déformation (Fig. IV.55). Ce sous-joint ne se déplace pas en cours d'essai.



FIG. 5.19 – Une bande de localisation intense permet le glissement du grain B du tricristal T15-1(β). Des sous-joints sont visibles dans les grains B et C.

5.2.8.3 Bandes de localisation intense de la déformation

Lors des différents essais mécaniques réalisés au cours de ce travail sur des éprouvettes tricristallines, aucun glissement au joint de grains (glissement d'un grain par rapport au grain adjacent au niveau du joint les séparant), n'a pu être mis en évidence. Cependant, du glissement basal intense est observé au voisinage du joint de grains dans les grains dont les plans de base sont presque parallèles au joint de grains, et ceci seulement lorsque le passage des lignes de glissement d'un grain à l'autre n'est pas visible. Par exemple, après 4h32min de compression, une ligne de glissement intense apparaît dans le grain A du tricristal T65(α), près du joint A-C (Fig. 5.20). L'agrandissement du bord de l'échantillon au niveau du joint A-C montre que cette ligne de glissement intense permet le déplacement du grain C. Soulignons ici encore que le déplacement d'un grain sur l'autre se fait au niveau de cette ligne intense et non pas au niveau du joint de grains. Après 11h45min de déformation la bande de localisation intense présente dans le grain A permet également la localisation d'une ligne de glissement forte dans le grain B.

Ce phénomène a également été observé dans le cas du tricristal T15-1(β) dont les joints de grains ne sont pas rectilignes (Fig. 5.19). Dans ce cas, la ligne de glissement intense, permettant un décrochement dans le grain A, part de la déviation du joint de grains A-C, elle est donc initiée par une courbure forte du joint.

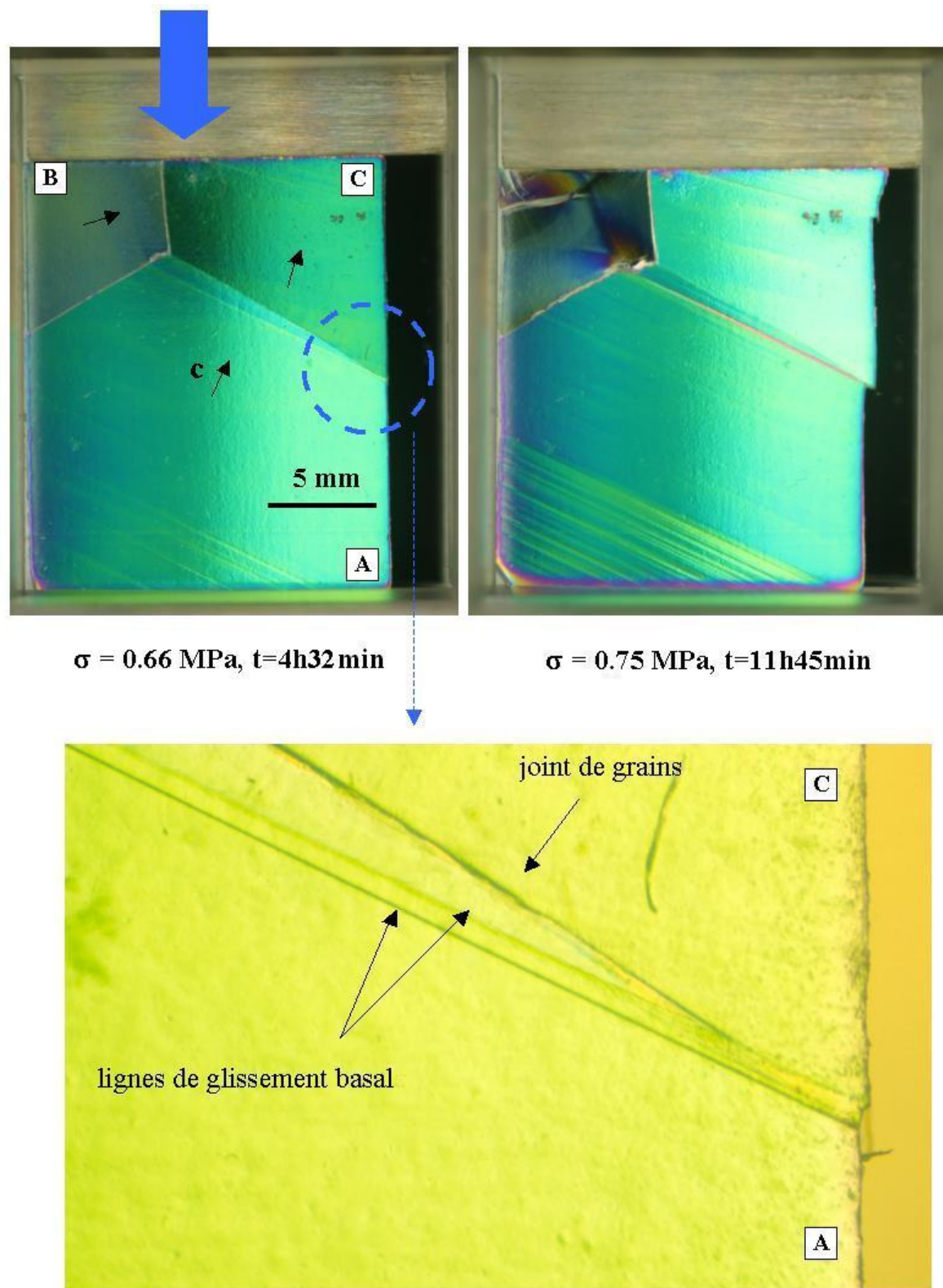


FIG. 5.20 – Une bande de localisation intense proche du joint de grains permet l'accommodation de la déformation du tricristal T65(α) (l'axe c du grain A est 10° hors du plan de l'échantillon).

5.2.9 Conclusion sur les mécanismes d'accommodation dans les monocristaux et les tricristaux

Pour les monocristaux, l'orientation du cristal par rapport à la direction de compression influe sur les mécanismes d'accommodation de la déformation. Dans tous les cas étudiés (axe c quasi-vertical ou quasi-horizontal), la répartition hétérogène des dislocations au sein du monocristal, observée à une échelle microscopique, conduit à une hétérogénéité macroscopique de la déformation en cours de sollicitation. De plus, nous avons mis en évidence que des groupements organisés de dislocations (rubans), se déplaçant collectivement, initient des désorientations cristallines dans les monocristaux. Pour les orientations avec un plan basal proche de la direction verticale de compression, les désorientations observées en diffraction conduisent à la formation de sous-grains marqués.

Pour les tricristaux, les caractéristiques des grains, c'est-à-dire leur orientation par rapport aux axes de la presse, leurs orientations relatives et la géométrie des joints de grains, influent sur l'hétérogénéité de déformation intra-granulaire. Dans les premiers stades de la déformation, les phénomènes observés au joint de grains, lorsque ce dernier est rectiligne, dépendent de la désorientations cristallographiques relative des deux grains le délimitant. Les notions de compatibilité ou d'incompatibilité liées aux désorientations relatives entre les grains peuvent être récapitulées en considérant le tricristal T73(α) dont les observations en lumière polarisée permettent de mettre en évidence les différents phénomènes d'accommodation au joint (Fig. 5.21). Entre les grains A et B de T73(α), la transmission des lignes de glissement est facile et aucune perturbation notable du joint est observée. Entre les grains A et C la transmission des lignes de glissement peut opérer mais les orientations des grains sont telles que les contraintes associées à ce passage entraînent une perturbation du joint amenant à de la recristallisation en fin d'essai mécanique. Entre les grains B et C la transmission des lignes de glissement doit exister mais n'a pas été clairement observée et la recristallisation est aussi un moyen pour accommoder la déformation entre les grains. L'ensemble de ces mécanismes conduit à des désorientations cristallographiques fortes vers le point triple (Fig. 5.21, agrandissement à $t=3h15min$), qui entraînent la nucléation d'un nouveau grain au niveau du point triple en fin d'essai (Fig. 5.21, agrandissement à $t=20h05min$). Au vu de cet essai, on pourrait penser que ce sont les orientations des axes c qui déterminent les phénomènes d'accommodation des plans de glissement au joint puisque plus les lignes de glissement dans les deux grains adjacents sont parallèles entre elles, plus la transmission est facile. Mais en réalité, l'étude de l'évolution des microstructures indique que c'est l'importance de la désorientation entre les axes a qui conditionne le passage des lignes de glissement. Dans cet exemple, la désorientation entre les axes a des grains A et B est de $13 \pm 2^\circ$, celles entre les axes a des grains A et C, et B et C, est d'environ $30 \pm 2^\circ$. Plus les axes a se désorientent, plus le passage des lignes de glissement semble perturber le joint.

L'étude microstructurale de 10 tricristaux dont les trois grains ont été tous orientés confirme que la transmission des lignes de glissement, avec ou sans perturbation du joint, dépend de la désorientation entre les axes a . Ainsi le passage des lignes de glissement s'opère lorsque les axes a sont désorientés de 0 , 15 , ou 30° (à plus ou moins 2° près en raison des incertitudes expérimentales). Lorsque la désorientation est proche de 0° , le passage s'opère sans perturbation du joint. Quand elle avoisine les 15° ou lorsque le joint n'est pas rectiligne, le passage entraîne une perturbation du plan du joint qui prend souvent une forme en dents de scie, et lorsque la désorientation atteint les 30° de la recristallisation apparaît au joint en cours de sollicitation. Dans chacun des tricristaux étudiés, la désorientation des axes c des grains variait aléatoirement entre 0 et 60° . Ce sont donc les désorientations entre les axes a qui guident les transmissions des lignes de glissement. Il est plus difficile de conclure quant aux orientations favorisant uniquement de la recr-

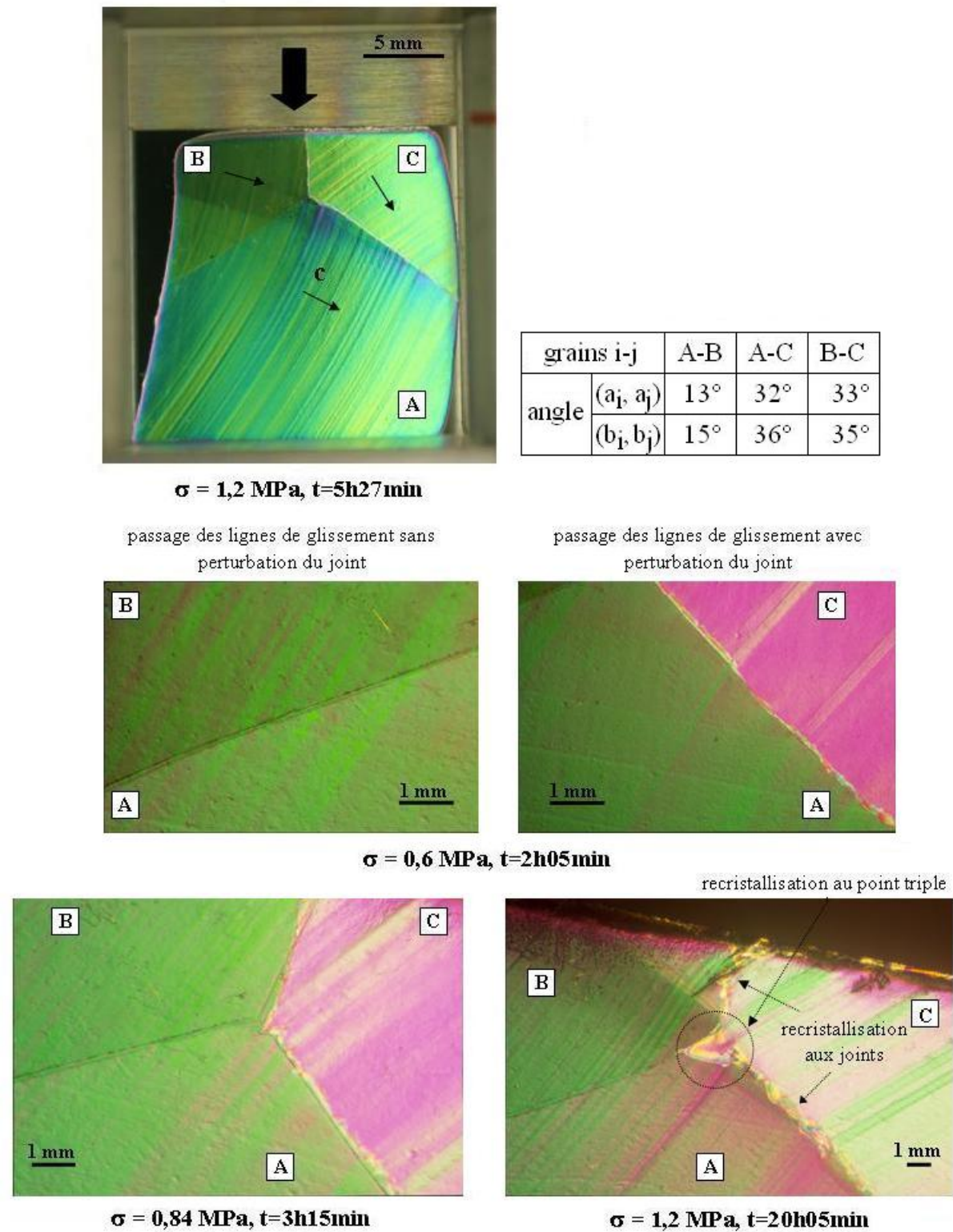


FIG. 5.21 – Tricristal $T73(\alpha)$ dont le grain A a son axe c à 15° hors du plan de la lame de glace. Cet essai récapitule la majeure partie des observations réalisées dans ce travail au niveau des joints de grains.

tallisation au joint, sans passage de lignes de glissement. En effet, les recristallisations observées ne sont pas liées uniquement aux désorientations relatives des grains mais aussi aux orientations des grains par rapport aux axes de la presse et à la géométrie des joints (et donc aux conditions aux limites qui agissent sur les cristaux).

D'après cette étude, les franges d'égales déformations et les sources de dislocations apparaissent pour des grains incompatibles. Pour des grains compatibles, la mobilisation des dislocations au joint (et donc l'augmentation locale de la densité de dislocations) et la création de sources de dislocations sont les phénomènes prédominants. Les forts contrastes observés de chaque côté du joint et qui semblent se correspondre dans les grains adjacents sont analysés comme des phénomènes élastiques dont l'intensité est proportionnelle à la désorientation entre les axes a . Ils sont donc plus marqués pour les grains dits incompatibles.

Si les joints ne sont pas rectilignes, de fortes distorsions et des sous-grains apparaissent dès le début de la sollicitation au niveau des singularités géométriques du joint.

CHAPITRE 6

DISCUSSION ET CONCLUSION GÉNÉRALE

6.1 Discussion

L'objectif de cette étude est de mieux comprendre le comportement microstructural d'un cristal de glace en se concentrant sur les mécanismes d'accommodation de la déformation. La discussion qui suit est focalisée sur les hétérogénéités de déformation en réponse à une sollicitation mécanique.

6.1.1 Hétérogénéité du champ de contrainte : simulation numérique de la déformation

En raison de la présence du joint de grains et du type d'essai mécanique (essai de compression hors axes, avec un plateau de chargement qui impose un même déplacement à la glace qui se trouve à son contact), seule une simulation numérique peut permettre de déterminer la répartition du champ de contrainte au sein d'un mono ou tricristal de glace (Mansuy et al., 2002).

Les essais de compression en déformation plane sur les échantillons cristallins ont été simulés à l'aide d'un code aux éléments finis développé au laboratoire (Meyssonier, 1989). Les simulations prennent en compte les orientations cristallographiques et la géométrie des échantillons testés (cf. Annexe VIII). Une loi viscoplastique non linéaire orthotrope de révolution est utilisée pour décrire le comportement du cristal de glace (Mansuy et al., 2002). Les Figures IV.32, IV.33 et IV.48, IV.49, visibles en Annexe IV, montrent les résultats obtenus pour les tricristaux T75-1(α) et T75-2(α).

Sur les figures IV.32 a et IV.48 a, on remarque l'hétérogénéité de la répartition de la contrainte normale appliquée par la presse sur la lame de glace. Les répartitions au niveau du plateau inférieur sont relativement semblables pour les deux échantillons, en revanche les répartitions sous le plateau supérieur ne se ressemblent pas. Ces différences sont liées aux orientations cristallographiques des différents grains : les projections dans le plan de la lame des axes c des grains A (grains en contact avec le plateau inférieur) ont des orientations proches pour les deux échantillons, tandis que les orientations cristallines des grains B et C (grains en contact avec le plateau supérieur), ainsi que l'orientation du joint de grains entre les grains B et C par rapport à la direction de compression ne sont pas les mêmes pour les deux échantillons (les joints de grains A-B et A-C ont presque les mêmes orientations). La forte contrainte normale et la concentration de contrainte au niveau du joint de grains B-C pour T75-2(α) (Fig. IV.48 a et Fig. IV.49 c) est en accord avec l'observation d'une recristallisation au joint en cours de sollicitation (Fig. IV.48 c). L'existence de contraintes principales de traction dans la zone du point triple et des joints de grains, aussi bien pour T75-1(α) que T75-2(α), met en évidence l'hétérogénéité du champ de contraintes qui est loin d'un champ de compression uniforme (Fig. IV.32 a et Fig. IV.48 a).

La simulation met en évidence l'hétérogénéité du champ de contrainte au sein du grain A. La formation de sous-joints de grains induite par cette hétérogénéité implique une variation locale de l'orientation cristalline, ce qui est illustré sur les figures d'orientation cristallographique par un changement de couleur passant du bleu foncé à un bleu plus clair (Figs. IV.33 b et IV.49 b). Ceci est tout à fait en accord avec la flexion des plans de base observée lors des essais de compression (Figs. IV.48 c et IV.32 c). Au niveau du sous joint de flexion la valeur de la cisssion résolue augmente (Figs. IV.49 d et IV.33 d).

On remarque de plus que l'évolution de la géométrie de l'échantillon est bien représentée par la déformation du maillage (Figs. IV.48 b et IV.32 b).

Il existe peu de différence entre la répartition de la contrainte tangentielle maximale dans le plan basal (Figs. IV.33 c et IV.49 c) et celle de la cission résolue maximale selon un axe a dans le plan de base (non représenté ici). Ceci est en accord avec les résultats de Kamb (1961) qui a montré qu'une combinaison linéaire des trois systèmes de glissement dans le plan basal est équivalente à la contrainte tangentielle maximale dans ce plan dans le cas d'un comportement viscoplastique de la glace sans seuil, suivant une loi puissance d'exposant des contraintes compris entre 1 et 4. Ceci justifie l'hypothèse prise dans les simulations d'une loi orthotrope de révolution pour le cristal de glace, avec le plan basal comme plan d'isotropie.

Ces simulations mettent également en évidence le fait que l'orientation cristallographique des grains par rapport au repère de la presse ainsi que les désorientations entre grains influencent la répartition des contraintes au niveau des joints de grains :

- Les grains pour lesquels l'accommodation de la déformation au niveau des joints a été observée la plus rapide présentent en leur sein une cission résolue hétérogène et relativement importante (par exemple : grains A et B pour T75-1(α) et T75-2(α), Figs. IV.33 c et IV.49 c). Les grains présentant peu de compatibilité cristallographique avec leurs voisins présentent quant à eux une cission résolue faible et quasi uniforme (grains C pour T75-1(α) et T75-2(α), Figs. IV.33 c et IV.49 c). La sublimation des échantillons ayant rendu leurs bords irréguliers, les plateaux de la presse n'étaient pas en contact sur tout le bord de l'échantillon. Certains grains sont alors plus contraints dans la réalité que ceux simulés. De plus, la comparaison entre la valeur théorique de la cission résolue calculée pour un grain isolé avec celle simulée par éléments finis, qui prend en compte l'orientation relative des grains ainsi que la géométrie et l'orientation du joint de grains, n'a pas de sens. En effet, au vu des gradients de cission calculés au joint nous pouvons insister sur le fait que la cission résolue dans un grain n'est pas uniforme et que le champ de cission résolue dans le grain ne dépend pas directement de l'orientation du grain par rapport à la direction de sollicitation mais des conditions imposées à ses limites, c'est à dire la sollicitation extérieure mais aussi les désorientations avec ses voisins et la géométrie du plan du joint.
- Lorsque la désorientation entre deux grains est quasi-nulle, on remarque une cission continue entre les deux grains au niveau du joint de grains, et le joint de grains n'est alors pas source d'hétérogénéité (joint A–B du tricristal T75-2(α), $(\widehat{c_a, c_b}) \simeq (\widehat{a_a, a_b}) \simeq 3 \pm 2^\circ$, Fig. IV.49 c). Les observations des topogrammes du grain A montrent que les dislocations se mobilisent vers le joint A–B de T75-2(α), ce qui permet la création de nouvelles dislocations dans le grain B. Ce phénomène se traduit par l'apparition de lignes de glissement qui semblent se transmettre d'un grain à l'autre. A contrario, deux grains plus désorientés présentent une cission résolue discontinue au niveau du joint de grains (joint A–B du tricristal T75-1(α), $(\widehat{c_a, c_b}) \simeq 45 \pm 2^\circ$ et $(\widehat{a_a, a_b}) \simeq 0 \pm 2^\circ$, Fig. IV.33 c) et la valeur de la cission augmente avec la désorientation cristalline (joint B–C du tricristal T75-2(α), $(\widehat{c_a, c_b}) \simeq 64 \pm 2^\circ$ et $(\widehat{a_a, a_b}) \simeq 27 \pm 2^\circ$, Fig. IV.49 c). Les observations à l'échelle microstructurale, pour des grains désorientés, montrent de la création de dislocations au joint et/ou des phénomènes élastiques de type franges d'égales déformations (joint A–C du tricristal T75-1(α), Fig. IV.16)).

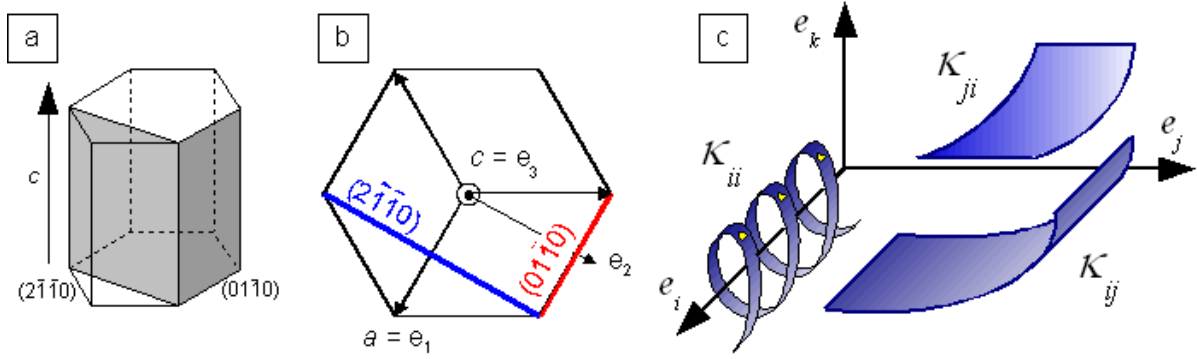


FIG. 6.1 – Tenseur de courbure κ : a) représentation des plans concernés par les courbures ; b) définition du repère $\{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3\}$ d'expression de κ ; c) schéma montrant la signification des composantes du tenseur de courbure.

6.1.2 Hétérogénéité des distorsions : utilisation de la réticulométrie

Les hétérogénéités de déformation entraînent des distorsions complexes des différents plans cristallographiques. L'utilisation de la réticulométrie permet, en envoyant plusieurs mini-faisceaux X polychromatiques sur l'échantillon, d'observer l'évolution de zones ciblées (voir Chapitre 3, paragraphe 3.3.2). En cours de sollicitation, les distorsions calculées sur les taches diffractées de chaque mini-faisceau permettent d'évaluer les densités de dislocations géométriquement nécessaires à partir du deuxième invariant du tenseur des densités de dislocations ou tenseur de Nye (cf. Annexe VI). Les cartes de densité ainsi calculées ne donnent que des valeurs positives et ne donnent donc pas d'indication sur la nature ou le signe des dislocations (Figs. IV.25 et IV.41). Une autre façon d'exploiter le tenseur de Nye est alors de calculer le tenseur de courbure κ dont les composantes correspondent aux dérivées partielles de la distorsion (cf. Annexe VI). Le tenseur de courbure κ permet d'accéder, pour certains plans cristallographiques, aux types de distorsions et donc permet de faire éventuellement des hypothèses sur les types de dislocations les engendrant. Il renseigne également sur les changements de signe des dislocations à l'origine du changement de sens de courbure. De plus, le déplacement des dislocations entraîne une évolution du tenseur de courbure. Contrairement aux observations en lumière polarisée qui ne montrent que les variations du plan de base, les différentes composantes de κ permettent de représenter les variations induites par les désorientations de plusieurs plans cristallins. Les Figures 6.1 a et b indiquent les différents plans concernés par les composantes du tenseur de courbure κ . La Figure 6.1 c montre la signification des composantes de κ : les composantes κ_{ii} (sans sommation) représentent des torsions autour des axes i tandis que les composantes κ_{ij} (i différent de j) indiquent des flexions du plan (ij) autour de l'axe i . Le tenseur de courbure n'étant pas symétrique, κ_{ij} et κ_{ji} ne représentent pas la même flexion. Ces composantes, exprimées dans un repère orthonormé lié au cristal $\{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3\}$, où \mathbf{e}_1 est dirigé selon un axe a et \mathbf{e}_3 est dirigé selon l'axe c , sont représentées pour les grains A des tricristaux T75-1(α) et T75-2(α) sur les Figures IV.26, IV.28, IV.30 et IV.42, IV.44, IV.46. Il est à noter que lorsque les distorsions sont infimes, les changements de couleur, qui indiquent un changement de signe de la composante κ_{ji} considérée, sont peu significatifs. Il est alors intéressant de regarder le logarithme de $|\kappa_{ji}|$ (la couleur indique toujours le signe de la composante), ce qui permet de mieux appréhender les valeurs faibles du tenseur (cf. Figs. IV.27, IV.29, IV.31 et IV.43, IV.45, IV.47).

Avant compression, les grains A de T75-1(α) et T75-2(α) présentent tous deux des distorsions hétérogènes, néanmoins différentes pour les deux cristaux (Figs. IV.27 et IV.43). Tandis que le grain A de T75-1(α) présente une hétérogénéité de torsion autour de $[01\bar{1}0]$

représentée par κ_{22} , celui de T75-2(α) présente des hétérogénéités de torsion à la fois autour de a et de c (κ_{11} et κ_{33}). Nous rappelons que ces deux grains diffèrent par l'orientation des grains voisins et par le fait que l'axe c du grain A de T75-2(α) est de 15° hors du plan de l'échantillon. Pour les flexions, hormis vers les joints, les surfaces libres et quelques points en contact avec la presse, on remarque une flexion homogène du plan de base (κ_{21}) et du plan prismatique ($2\bar{1}\bar{1}0$) (κ_{23}) pour T75-2(α), et une flexion homogène du plan de base (κ_{12}) pour T75-1(α). La flexion du plan prismatique ($2\bar{1}\bar{1}0$) (κ_{23}) pour T75-1(α) présente un changement du sens de courbure immédiatement sous le point triple. Toutefois il faut noter que, avant compression, les courbures sont dans l'ensemble faibles (Fig. IV.26 et IV.42).

Au début de la déformation, les courbures deviennent plus importantes vers les joints de grains (Figs. IV.28 et IV.42), principalement pour les flexions du plan prismatique ($2\bar{1}\bar{1}0$) (κ_{23} pour T75-1(α) et κ_{32} pour T75-2(α)), du plan prismatique ($01\bar{1}0$) (κ_{13} pour T75-2(α)) et du plan de base (κ_{21} pour T75-1(α) et κ_{12} pour T75-2(α)). Aucune torsion forte n'est observée vers les joints à l'aide des κ_{ii} . Les mécanismes de flexion au niveau des joints sont donc prépondérants dans les premiers stades de la déformation.

Les topogrammes analysés pour les plus forts taux de déformation montrent que l'hétérogénéité des distorsions (principalement des flexions) s'intensifie vers les joints et sous le point triple pour les deux grains (Figs. IV.30 et IV.46).

La localisation des distorsions du réseau se situe dans nos essais au niveau des plateaux de la presse et aux joints de grains. L'hétérogénéité dans le voisinage des joints de grains est à mettre en relation avec les résultats des simulations numériques par éléments finis. Les zones présentant un gradient de cisssion (pas forcément une cisssion forte) correspondent aux zones de fortes perturbation de courbure (notamment au niveau du joint de grains A-B pour les deux tricristaux).

Avec l'analyse des clichés de diffraction obtenus à l'ILL, nous avons montré que la distorsion des plans cristallins est hétérogène, en partie du fait de l'influence des grains voisins, et qu'il existe parfois un phénomène de dédoublement de la réponse du grain A à la sollicitation. Pour des taux de déformation importants, les plans de base les plus déformés et les plus hétérogènes, sur les clichés de diffraction, sont du côté des grains incompatibles. En revanche, lorsque les grains sont compatibles, on observe uniquement une flexion continue du plan basal. Ceci est en accord avec les courbures κ_{21} et κ_{12} calculées par réticulométrie et qui sont indicatrices de la flexion des plans de base de T75-1(α) et T75-2(α) (Figs. IV.30 et IV.46) : pour ces deux tricristaux, les joints A-B, qui sont compatibles, présentent une courbure importante au niveau du joint dans les grains A étudiés, tandis que les joints A-C, incompatibles, ont des valeurs de courbure plus faibles.

6.1.3 Comportement des dislocations au voisinage du joint de grains

Isolée, une dislocation développe un champ de contrainte à longue distance qui interagit avec les autres champs. Il est donc essentiel de mieux comprendre l'interaction du champ élastique de la dislocation avec celui qui est propre au joint de grains car cela conditionne la réponse du cristal à une sollicitation macroscopique.

6.1.3.1 Champ de contrainte associé à l'interaction dislocation-joint

Des contraintes à courte ou à longue distance agissent sur une dislocation au voisinage d'un joint de grains (Fig. 6.2) :

- Les contraintes élastiques à longue distance sont celles liées à la contrainte appliquée et à la contrainte d'interaction F_d liée à la présence des autres dislocations (séparées

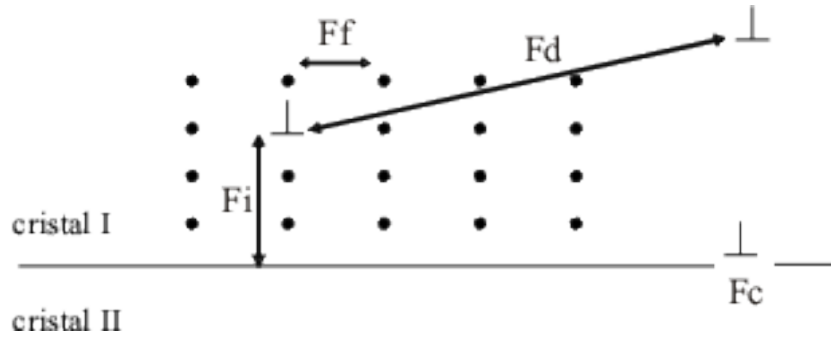


FIG. 6.2 – Représentation schématique des différentes interactions entre dislocations et joint de grains (Priester, 2006). F_d est la force résultant de l'interaction à longue distance entre dislocations ; F_i est un effet d'auto-contrainte représentant la force image développée par le joint ; F_f représente la force de friction de réseau (interaction à courte distance) ; F_c est la force due au cœur du joint.

de plus de quelques vecteurs de Burgers). Dans le cas d'un matériau anisotrope (cas de la glace) il convient de prendre aussi en compte la contrainte F_i liée à la force image développée par le joint considéré dans ce cas comme une interface entre deux milieux différents (Priester, 2006). Cette force image provient de la différence d'énergie entre une dislocation située dans un grain et une dislocation comprise dans le joint séparant ce grain d'un autre grain (Priester, 2006).

- Les contraintes à courte distance sont les contraintes de friction de réseau F_f (qui incluent celles engendrées par l'interaction entre dislocations proches), interaction qui ne peut pas être décrite dans le cadre de l'élasticité linéaire, et la contrainte F_c due au cœur du joint là où la perturbation de la structure est la plus forte (Priester, 2006) (ces interactions à courte distance peuvent être décrites, dans une certaine mesure, par des modèles de dynamique moléculaire).

Ces définitions permettent d'expliquer en partie certaines différences de comportement entre des dislocations proches du joint et celles à l'intérieur du grain. Par exemple, avant déformation, les dislocations observées dans le grain A de T75-2(α) sont courbées sous le point triple (repère T, Fig. IV.35) alors qu'elles sont rectilignes dans le reste du grain. Cette courbure est expliquée par l'importance de F_i pour un cristal anisotrope comme la glace (Fukuda et al., 1987). En début de sollicitation, la force image peut également impliquer un déplacement des dislocations vers le joint si l'énergie d'une dislocation dans le grain est supérieure à l'énergie d'une dislocation dans le joint de grains. Puis les dislocations peuvent repartir en sens inverse suite à une inversion locale de la cission résolue (Priester, 2006). Dans le grain A du tricristal T75-1(α), les dislocations mobiles se dirigent vers le joint A-B à une vitesse de $0.5 \mu\text{m s}^{-1}$ à $T = -10^\circ\text{C}$ et sous une contrainte de 0.3MPa (cf. Chapitre 5, paragraphe 5.2.2.4). Certaines dislocations relativement isolées (cf. repère v2 sur la Figure 5.15) avancent plus rapidement car la force de friction est plus faible dans cette configuration. Au début de la déformation, nous n'observons pas de retour des dislocations vers le centre du grain et ces dernières ne semblent se diriger que vers les joints compatibles (axes a des deux grains adjacents désorientés de 0 ou 15 ou 30°). Dans le cas où les deux grains sont compatibles, l'énergie d'une dislocation dans le joint doit être plus faible que l'énergie d'une dislocation dans le grain. Le déplacement observé des dislocations vers le joint pourrait être expliqué par le gradient de cission résolue calculé au voisinage du joint dans les simulation par éléments finis de T75-1(α) et T75-2(α) (Figs. IV.33 c et IV.49 c, joint A-B, grains compatibles). Dans le cas où les grains sont compatibles, le gradient de cission au niveau du joint est plus faible que pour des grains

incompatibles, ce qui va dans le sens d'une énergie plus faible pour ce type de joint. Par contre, pour des grains incompatibles, les dislocations ne semblent pas se déplacer : un équilibre doit exister entre le champ de contrainte créé par la dislocation, celui du joint et celui provenant de la force appliquée.

6.1.3.2 Interaction dislocation-joint de grains : cas des dislocations non dissociées

Priester (2006) définit deux types de dislocations associées au joint de grains :

- dislocations intrinsèques : ce sont des dislocations inhérentes à la structure du joint, ce dernier n'existe pas en leur absence, elles sont donc structurales. Les dislocations intrinsèques primaires ont des vecteurs de Burgers correspondant aux dislocations parfaites du cristal et sont arrangées en un réseau périodique. Le terme secondaire indique des dislocations considérées comme des défauts qui brisent la périodicité des dislocations primaires. Les dislocations secondaires forment un sous-joint dans le joint de grains. Le joint est alors constitué de portions de joints de coïncidence délimitées par des dislocations secondaires.
- dislocations extrinsèques : ce sont des défauts linéaires isolés dans le joint qui sont créés lorsque les dislocations des grains adjacents au joint interagissent avec lui.

Il y a principalement deux types d'interaction entre les dislocations évoluant dans le grain et les dislocations présentes dans le joint (Priester, 2006) :

- Une dislocation entrant dans le joint peut se combiner avec une dislocation extrinsèque ou intrinsèque sessile (cas fréquent dans les joints à faible angle car les dislocations intrinsèques primaires ont des vecteurs de Burgers favorables à la combinaison) pour former une dislocation extrinsèque glissile qui contribue au glissement au joint de grains. Bien que Ignat and Frost (1987) aient observé des cas de glissement au joint d'un bicristal, nous n'avons jamais observés de glissement macroscopique au joint lors de nos essais : ce phénomène de combinaison ne devrait pas être prépondérant pour la glace. Cependant, nous ne pouvons pas éliminer la possibilité d'un glissement localisé au niveau de micro-marches du joint (ce qui ne peut pas être mis en évidence en topographie X, ni sous RX durs refocalisés ou avec une binoculaire).
- La dislocation entrante se transmet dans l'autre grain en créant une dislocation extrinsèque dans le joint et une dislocation transmise dans le grain adjacent. Le vecteur de Burgers de la dislocation incidente équivaut à la somme des vecteurs de Burgers de la dislocation extrinsèque formée dans le joint et de la dislocation transmise.

Dans certains cas particuliers, la transmission d'une dislocation d'un grain à l'autre peut être directe, il ne reste pas de dislocation extrinsèque dans le joint, et le vecteur de Burgers de la dislocation transmise est confondu avec celui de la dislocation incidente. Les transmissions que nous avons observées s'accompagnant toujours d'une perturbation du joint (sans doute due à l'accumulation de dislocations extrinsèques) ne doivent pas être directes.

Dans le cas où la transmission est indirecte, un empilement de dislocations dans le grain I augmente la contrainte dans le joint et dans le grain II voisin (Priester, 2006). Une source s'active alors dans le grain II, dans le joint ou dans son voisinage, et pas forcément face à l'empilement. L'activation peut également se faire dans le grain I d'origine (dans ce cas on est en présence d'une réflexion). Si la contrainte extérieure continue d'augmenter, les dislocations peuvent rentrer dans le joint pour diminuer l'énergie totale du système en relaxant les contraintes liées aux dislocations extrinsèques. Les mécanismes d'incorporation de dislocations dans un joint quelconque restent cependant mal connus.

Dans notre cas, les dislocations ne sont plus visibles dans le topogramme de T75-2(α) près du joint en J lors d'une variation de température (Fig. IV.35). Elles semblent donc absorbées au joint ou en surface. Une transmission indirecte a dû s'opérer entre les grains A et B, elle permet la création d'une source de dislocation (source S2) dans le grain B. Ceci répond aux interrogations de Jia et al. (1996) : la transmission des dislocations se fait par création de dislocations du fait de la variation de contrainte au joint. Selon nous, la transmission indirecte est le mécanisme d'interaction principal observé par topographie au joint dans la glace. Nous n'avons pas observé de transmission directe, ni de déformation s'initiant en premier lieu au sein du grain, loin des joints, contrairement à ce que proposent Liu et al. (1993).

6.1.3.3 Mécanismes de relaxation de l'état hors équilibre du joint

Dans tous les cas, les mécanismes évoqués ci-dessus conduisent à un état hors équilibre du joint. La relaxation permet de diminuer l'énergie du système. Selon Priester (2006), elle s'effectue soit par glissement intergranulaire, par migration du joint, par émission de dislocations ou par cavitation (création d'un vide) aux jonctions triples.

D'après nos observations, le glissement intergranulaire ne peut être un mécanisme prépondérant de relaxation dans le cas de la glace. La migration du joint n'est observée que pour les sous-joints, ce qui est en accord avec les observations de Higashi (1978), et semble relié à un déplacement type front de dislocations intrinsèques permettant l'accommodation de la déformation. Les phénomènes de relaxation de contrainte au niveau du joint sont essentiellement dus à la création de nouveaux grains, à l'émission de dislocations, et parfois à la micro-fissuration (e.g. cristal T73(α), Fig. 5.21 qui peut être assimilée à de la cavitation). Selon Liu et al. (1995) la transmission des dislocations n'est possible que lorsque les plans de base des deux grains sont parallèles, alors que notre étude montrerait plutôt que ce sont des orientations particulières des axes a qui favorisent la transmission, toujours indirecte, des dislocations.

6.1.4 Différences de comportement entre le monocristal et le grain du multicristal

6.1.4.1 Groupement organisé de dislocations

Pour le monocristal, la réponse à la sollicitation n'est accommodée qu'avec un seul grain limité par les plateaux rigides de la presse. En cours de déformation, on observe parfois que le déplacement du piston est accommodé par une distorsion en forme de ruban qui semble correspondre à un mouvement collectif de dislocations visible en topographie X (Chapitre 5, Figs. 5.4 et 5.5). Nos observations ont mis en évidence un ruban dans le seul multicristal à 9 grains comprimé à l'ESRF (Fig. 6.3).

Ce mouvement collectif de dislocations pourrait être relié aux avalanches de dislocations mises en évidence par Richeton (2006). L'émission acoustique mesurée pour les monocristaux de glace révèle une très forte intermittence temporelle du processus de déformation plastique associée à des avalanches de groupement de dislocations. Richeton (2006) a aussi observé des phénomènes intermittents et avalancheux caractérisant la déformation de la glace polycristalline, dont la dynamique est perturbée par les joints de grains.

6.1.4.2 Hétérogénéité des plans prismatiques

Dans tous les cas, et ce quel que soit l'axe de zone considéré ($[1\bar{1}00]$ ou $[11\bar{2}0]$), les taches de diffraction des plans prismatiques obtenues en RX refocalisés présentent une

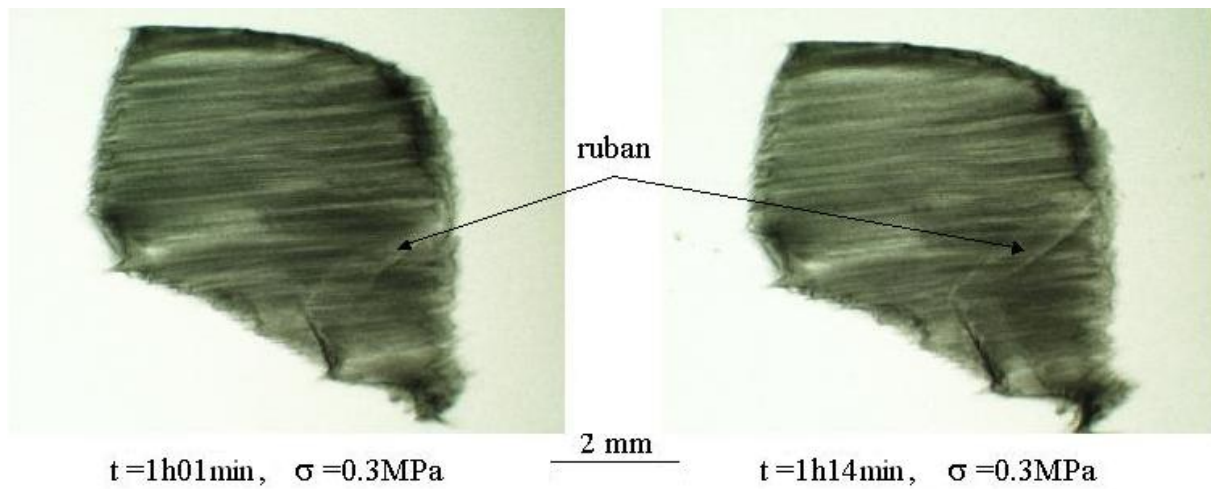


FIG. 6.3 – Suivi du déplacement d'une désorientation en forme de ruban dans un des grains d'un multicristal à 9 grains.

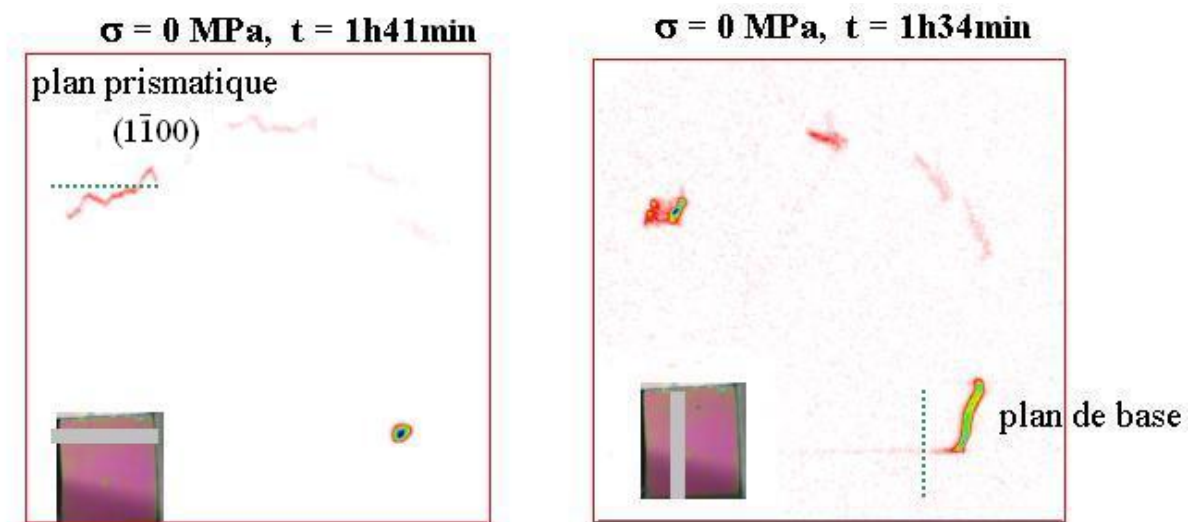


FIG. 6.4 – Observation de la forme des taches de diffraction lors de la décharge du monocristal $M75-2(\alpha)$.

forme complexe mais qui semble présenter une certaine périodicité (e.g. monocristal M75-2(α), Fig. 6.4). La forme hétérogène de ces plans suggère l'organisation des dislocations basales en bandes de glissement plus ou moins régulièrement espacées. Les intersections de ces bandes avec le plan d'un échantillon sont visibles à l'œil nu en lumière polarisée (e.g. Fig. IV.8), ou en topographie X sur les topogrammes (e.g. Fig. IV.10).

Hamelin et al. (2004) ont observé les bandes de glissement lors d'essais de torsion pure sur des monocristaux de glace d'axe c parallèle à l'axe de torsion. Selon eux, la torsion serait totalement accommodée par des dislocations vis basales géométriquement nécessaires et le glissement des dislocations serait concentré selon des bandes de glissement régulièrement espacées. La densité des dislocations géométriquement nécessaires dans les bandes est constante et varie entre $4.4 \times 10^9 \text{ m.m}^{-3}$ et $1.5 \times 10^{10} \text{ m.m}^{-3}$ (Hamelin et al., 2004).

Ces valeurs sont fortes et nous n'avons pas relevé de telles densités dans nos essais (hormis vers la zone de création du sous-joint du monocristal M75-2(α), Fig. 5.7). Ceci peut être expliqué par le fait que nos monocristaux présentent probablement une plus faible densité initiale de dislocations et qu'ils sont comprimés pour un taux de déformation moins important. Pour les tricristaux, on retrouve de telles formes de tache vers les zones des grains en contact avec la presse (e.g. bas du grain A de T75-2(β) à $t=62\text{min}$, Fig. IV.37 ; bas du grain A de T75-1(β) à $t=4\text{h}18\text{min}$, Fig. IV.18). Pour les multicristaux, vers les joints de grains, la périodicité dans la forme des taches prismatiques n'existe plus et les phénomènes liés à la compatibilité ou à l'incompatibilité intergranulaire prédominent.

6.1.4.3 Analyse d'un multicristal

La Figure IV.56 (Annexe IV) montre l'évolution du multicristal à 9 grains lors d'un essai de compression en chambre froide. La plupart des phénomènes observés lors de la déformation des tricristaux en lumière polarisée (Chapitre 5) le sont également pour ce multicristal. Par exemple, les concentrations de contraintes sont telles qu'une couleur rosée apparaît près du joint C-F (signe de déformation élastique), puis disparaît pour laisser place à de la recristallisation qui va relaxer les contraintes locales (Fig. IV.56). Au niveau des singularités géométriques des joints de grains non rectilignes et au niveau des points triples, des lignes de glissement basal intenses, ainsi que des sous joints de grains, sont visibles en cours de déformation. Une recristallisation importante est visible sous le grain D (repère R, Fig. IV.56). Ceci valide la pertinence de l'étude d'un tricristal de glace, car malgré des conditions aux limites particulières, le tricristal présente les mêmes mécanismes physiques de déformation que le multicristal de glace observé en lumière polarisée. Cependant, aucune conclusion ne peut être donnée sur les similitudes de comportement à plus petite échelle car aucune déformation in-situ n'a été réalisée sous RX refocalisés et car l'essai de déformation en topographie X-synchrotron n'a pas pu être entièrement exploité.

6.1.5 Dislocations coin

Pour des taux de déformation importants, les résultats obtenus en RX refocalisés supposent une quantité non négligeable de dislocations coin dans le plan de base pour expliquer sa flexion. D'autres expériences réalisées en diffraction X sur des cristaux de glace prélevés vers 3500m de profondeur sur le site de Vostok (Antarctique) (Montagnat-Rentier, 2001) laissent penser qu'une densité de dislocations coins non négligeable est nécessaire pour permettre la flexion des plans de base. Ceci est en contradiction avec les observations de Higashi (1988) réalisées sur des cristaux en début de déformation. La densité de dislocations coin est sans doute plus importante à taux de déformation plus

élevé, ou bien la partie coin des dislocations mixtes est suffisante pour fléchir les plans. Une autre possibilité pour obtenir de la flexion du plan basal serait l'existence de dislocations vis non basales.

6.1.6 Propositions pour l'évolution du dispositif expérimental

Les dimensions de nos échantillons, dans les conditions expérimentales des essais in-situ sous rayonnement X, ont souvent posé problème.

La faible épaisseur des lames de glace (1mm) nous a conduit à envisager la possibilité d'un microflambement initié par des défauts d'usinage pour expliquer les lignes perpendiculaires à la direction de compression observées sur certains topogrammes (Chapitre 5, paragraphe 5.1.2.4). Un tel phénomène reste difficile à imaginer, mais aucune autre explication n'a pu être trouvée. Quand nous avons commencé cette étude, les qualités cristallines habituelles n'étaient pas excellentes, ce qui rendait indispensable la fabrication d'échantillons de faible épaisseur afin de limiter la surimposition des défauts sur les topogrammes. Maintenant qu'un protocole de croissance permettant l'obtention de cristaux de faible densité initiale de dislocations a été mis au point, il serait intéressant de travailler sur des échantillons plus épais. En effet, si leur épaisseur est amenée à 5mm, la géométrie de l'échantillon devient telle que les microflambements, s'ils existent, devraient être éliminés.

Les essais mécaniques de compression en topographie X in-situ sur les cristaux de glace conduisent à des contrastes parasites liés à la déformation de la surface (cf. Annexe VII, paragraphe VII.3). Une manière de supprimer ces effets de surface est de relaxer l'échantillon avant la prise d'un cliché. Toutefois, cela implique une discontinuité de l'essai mécanique. Une autre solution est de laisser restaurer l'échantillon dans du kérosène le plus longtemps possible avant de réaliser un essai : les échantillons traités de cette façon présentent moins de défauts de surface. Cependant, un stockage long peut laisser le temps à l'échantillon de se sublimer entraînant une altération de sa forme géométrique qui risque de nuire à un bon contact des plateaux de presse (planéité et parallélisme des bords inférieur et supérieur). Un échantillon de plus grande dimension (épaisseur $\approx 5\text{mm}$) serait plus intéressant, surtout s'il est imagé en section avec des faisceaux fins. Le volume intégré serait alors plus grand et les parasites dus aux défauts surfaciques seraient réduits tout en permettant de conserver la continuité de l'essai de compression.

Cependant, optimiser la géométrie de l'échantillon n'est pas évident. Par exemple, pour déterminer le vecteur de Burgers des dislocations il faut disposer des topogrammes de plusieurs plans cristallographiques. Avec un échantillon parallélépipédique les rotations nécessaires pour faire diffracter ces plans peuvent conduire à un volume éclairé trop important en même temps qu'une surface éclairée trop faible (à la limite l'échantillon serait vu par la tranche) pour une interprétation convenable des topogrammes (cf. Fig. VII.2). L'idéal serait alors de réaliser un échantillon cylindrique, mais cela compliquerait beaucoup les observations à réaliser au voisinage des joints et du point triple (passage 2D à 3D).

6.2 Conclusion générale et perspectives

Les objectifs de cette étude étaient d'améliorer la connaissance des mécanismes microstructuraux impliqués dans la déformation viscoplastique du multicristal de glace en tentant de comprendre l'évolution hétérogène des densités de dislocations au sein d'un grain. Au travers de trois types d'observations différentes et complémentaires nous avons étudié le comportement sous chargement de monocristaux et de tricristaux de glace.

A l'échelle du micromètre, des essais de compression in-situ ont été réalisés en topographie sous rayonnement X synchrotron sur la ligne ID19 de l'ESRF à Grenoble. Cette technique permet l'observation des dislocations individuelles et des distorsions de la microstructure. L'utilisation de la technique originale de diffraction des rayons X durs refocalisés développée à l'ILL de Grenoble nous a fourni un autre moyen pour accéder aux désorientations cristallines (avec une résolution de l'ordre de la minute d'arc), et par conséquent à l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires pendant un essai de compression. A l'échelle du dixième de millimètre et du degré, les mêmes essais de compression ont été réalisés en chambre froide à -10°C . En plaçant l'échantillon entre polariseurs croisés, il est possible d'observer l'évolution des hétérogénéités de déformation à l'oeil nu ou à la loupe binoculaire.

L'interprétation des essais de compression sous rayonnement X nécessite de disposer d'échantillons qui présentent initialement une très bonne qualité cristalline. Obtenir de tels échantillons a demandé une préparation minutieuse en laboratoire froid. Un protocole de croissance de blocs de glace colonnaire, permettant la reproductibilité de cristaux quasi exempt de défauts, a ainsi été établi durant cette thèse, son point le plus important étant une croissance lente avec un gradient de température contrôlé. L'obtention d'échantillons de petites dimensions ($17 \times 21 \times 1 \text{ mm}^3$) nous a semblé primordial afin de diminuer le volume éclairé en topographie X et d'autre part de se rapprocher de conditions 2D pour une interprétation plus facile des essais mécaniques. A cette fin, une méthode d'usinage par fraisage qui n'induit pas trop de défauts dans l'échantillon a été mise au point. Nous avons porté une attention particulière à la chaîne de stockage des échantillons afin de ne pas perturber leur microstructure : depuis la découpe des ébauches dans les blocs obtenus par croissance à la réalisation des essais mécaniques, les échantillons sont conservés à une température qui reste au plus près de -10°C . Une micropresse conçue pour comprimer les éprouvettes de glace en déformation plane, et une cellule réfrigérée par détente d'azote qui peut la contenir, ont été spécialement développées. La cellule, régulée à -10°C pour rester dans la continuité de la chaîne de froid, peut être placée dans une pièce à température ambiante pour les essais in-situ sous rayonnement X.

Afin de mieux déterminer la localisation et l'évolution des hétérogénéités à l'intérieur d'un grain nous nous sommes intéressés aux différents moyens de cartographier les densités de dislocations. S'il est admis que les densités sont plus fortes près des joints de grains et des points triples, peu de quantifications expérimentales ont été faites. Nous avons pu estimer les densités de dislocations dans les différents topogrammes des plans cristallins, soit en comptant directement les dislocations individuelles quand cela était possible, soit en calculant les densités de dislocations géométriquement nécessaires (GND) participant à la distorsion des plans à partir de mesures des distorsions. L'utilisation de mini faisceaux X, réalisés à l'aide de grilles absorbantes, offre de nombreuses possibilités en topographie X. Elle permet de suivre l'évolution de la désorientation des vecteurs de diffraction dans un topogramme et d'en déduire les densités de GND à partir du tenseur de Nye, puis les courbures des différents plans cristallographiques (à partir du tenseur de courbure κ).

Dans les monocristaux déformés, les densités de dislocations sont élevées près des plateaux de la presse (conditions aux limites) et au niveau des sous joints qui présentent une densité de GND de l'ordre de 10^{10} m.m^{-3} pour un taux de déformation inférieur à 1%. Dans les multicristaux, les densités sont plus importantes près des joints et du point triple et augmentent en cours de déformation. L'évolution des densités est fortement dépendante de la désorientations entre grains adjacents.

L'hétérogénéité dans le cas du multicristal est également marquée par le mouvement des dislocations vers les futurs sous joints ou encore vers les joints de grains séparant deux grains faiblement désorientés. Par faiblement désorienté nous entendons deux grains

dont les orientations relatives sont compatibles en terme de transmission des lignes de glissement basal, telle que nous avons pu l'observer optiquement. Les dislocations, rendues mobiles sous l'effet de la contrainte appliquée, sont ainsi guidées par l'hétérogénéité du champ interne. Lorsque les grains ne sont pas compatibles, dans les premiers stades de la déformation les contraintes internes sont localisées au niveau du joint. Pour des taux de déformation plus importants, des désorientations cristallographiques imagées par de forts contrastes apparaissent au niveau des joints, et ce quelle que soit la désorientation entre les grains. Nous avons également montré que les joints de grains compatibles sont ceux ayant des désorientations particulières entre les axes a (de 0,15 ou 30 °) et que l'orientation des axes c ne semble pas avoir d'influence. Cela nous amène à proposer que les dislocations peuvent passer d'un grain à l'autre si les vecteurs de Burgers des dislocations basales d'un grain sont correctement orientés par rapport à ceux des dislocations basales de l'autre grain. Pour le prouver il faudrait avoir accès à la structure interne du joint de grains. Lorsque le joint n'est pas rectiligne, des distorsions micro et macro-structurales apparaissent dans les grains au niveau des zones de changement de courbure du joint. En topographie X-synchrotron les topogrammes montrent des déviations importantes des rayons diffractés à ce niveau, ce qui traduit de fortes distorsions cristallographiques. Ces zones conduisent à des sous-joints de grains visibles en lumière polarisée pour des taux de déformation plus importants.

Un comportement collectif des dislocations a souvent été observé dans les monocristaux et dans le multicristal à 9 grains étudié : les dislocations se regroupent en rubans accrochés aux bords libres du cristal ou aux joints de grains. Ces rubans sont l'image de désorientations qui sont les précurseurs de la création de sous joint de flexion.

Cette étude n'est qu'une modeste pierre à poser sur le vaste édifice de la compréhension des hétérogénéités intergranulaires. Nous allons maintenant évoquer les perspectives qui en découlent.

Bien que les observations valident la pertinence du tricristal pour expliquer le comportement du multicristal en réponse à une sollicitation, les conditions aux limites imposées aux échantillons engendrent des réponses microstructurales particulières qui ne sont sans doute pas la réalité de la glace polycristalline. Lors de notre tentative de compression d'un multicristal, nous avons rencontré quelques difficultés pour déterminer l'orientation cristallographique des grains de petites dimensions et pour repérer les taches de diffraction des grains entourés de cristaux morphologiquement proches. Pour limiter ces problèmes, l'utilisation d'échantillon de plus grandes dimensions serait éventuellement une solution.

Au cours de ce travail, une simulation numérique par éléments finis 2D a été réalisée. Une modélisation 3D serait nécessaire pour interpréter le tout début de la déformation pendant lequel le rattrapage de jeu entre l'échantillon et ses vitres de protection permet une déformation dans la direction normale aux grandes faces. Néanmoins la simulation 2D permet de rendre compte du caractère hétérogène de la déformation. Bien que la simulation numérique ne prenne pas en compte l'évolution hétérogène des densités de dislocations au sein du grain elle permet une estimation de la cisssion résolue locale. Pour suivre en cours de sollicitation l'évolution du champ de contraintes, il faudrait que la simulation tienne compte à la fois de l'évolution hétérogène des orientations cristallines (e.g. Mansuy et al., 2002) et de l'évolution hétérogène de la densité de dislocations. Pour réaliser ce dernier point, une loi de comportement viscoplastique dépendante de l'évolution de la densité de dislocations doit être développée. Les valeurs des densités de dislocations comptées directement et les techniques d'estimation mises au point dans cette étude pourraient fournir des informations pour proposer une loi rhéologique permettant de simuler avec plus de précision l'hétérogénéité intra-granulaire. La modélisation du multicristal de glace nécessite en effet de tenir compte de l'écrouissage du grain, qui est dû aux inter-

actions entre dislocations, mais aussi aux interactions entre les dislocations et les joints de grains. Le modèle devra alors s'appuyer sur de bonnes connaissances des mécanismes de production, d'empilement et d'annihilation des dislocations au joint. A cette fin il est prévu une collaboration avec M. Fivel (GPM2-SIMaP) pour effectuer des simulations avec le code de Dynamique des Dislocations Discrètes en trois Dimensions (DDD) (Fivel, 1993). Ce code est basé sur la discrétisation des dislocations en segments vis et coin dont le déplacement dépend des champs de contraintes appliqués et des contraintes internes liées aux interactions entre dislocations. Il est actuellement utilisé pour simuler la torsion de monocristaux de glace (Chevy, 2005) et pourrait sans trop de difficultés simuler des monocristaux soumis à une compression. La confrontation simulation-expérience devrait permettre d'améliorer nos connaissances sur la dynamique des dislocations dans la glace et de progresser dans la compréhension de la glace polycristalline sous chargement. Une des difficultés cependant est de modéliser les joints de grains. Les essais réalisés sur les tricristaux devraient pouvoir aider à cette modélisation.

BIBLIOGRAPHIE

- Ahmad, S., Ohtomo, M., and R. Whitworth. 1986. Observation of a dislocation source in ice by synchrotron radiation topography. *Nature*, **319**, 659–660.
- Ahmad, S. and R. Withworth. 1988. Dislocation motion in ice : a study by synchrotron x-ray topography. *Phil. Mag. A*, **57**(5), 749–766.
- Ahmad, S., Shearwood, C., and R. Whitworth. 1992. Dislocation multiplication mechanisms in ice. In *Physics and chemistry of ice*, Proc. Int. Symp. on the Physics and Chemistry of Ice, Sapporo, Japan, 1-6 Sept 1991, Hokkaido University Press, 492–496.
- Ando, Y. and N. Kato. 1965. X-ray diffraction topographs of an elastically distorted crystal. *Acta Crystallogr.*, **21**, 284–285.
- Ando, S., Gotoh, T., and H. Tonda. 2002. Molecular dynamics simulation of $\langle c+a \rangle$ dislocation core structure in hexagonal-close-packed metals. *Metall. Mater. Trans. A*, **33**, 823–829.
- Ashby, M.F. 1970. The deformation of plastically non homogeneous material. *Phil. Mag.*, **13**, 399–424.
- Authier, A., Lagomarsino, S., and B. Tanner. 1996. *X-ray and Neutron Dynamical Diffraction*. Plenum Press, 1996. 419pp.
- Baker, I. 1997. Observation of dislocations in ice. *J. Phys. Chem. B*, **101**, 6158–6162.
- Baker, I. 2003. Imaging dislocations in ice. *Micros. Res. Techniq.*, **62**, 70–82.
- Baruchel, J. and J. Härtwig. 2005. X-ray topography. In *Encyclopaedia of Condensed Matter Physics*, Elsevier 2005, 342–348.
- Bastie, P. et B. Hamelin. 1996. La méthode de Laue refocalisée à haute énergie : une technique d'étude en volume des monocristaux. *J. Phys. IV, colloque C4*, **6**, 13–21.
- Bernal, J.D. and R.H. Fowler. 1933. A theory of water and ionic solution, with particular reference to hydrogen and hydroxyl ions. *J. Chem. Phys.*, **1**(8), 515–548.
- Chevy, J. 2005. *Mécanismes de déformation de la glace monocristalline en torsion : approche expérimentale et modélisation*. Rapport de stage M2R, ENSPG-INPG, 2005.
- Duval, P., Ashby, M. F., and I. Andermann. 1983. Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *J. Phys. Chem.*, **87**(21), 4066–4074.
- Duval, P., Kalifa, P., and J. Meyssonier. 1991. Creep constitutive equations for polycrystalline ice and effect of microcracking. In *Ice-structure Interaction*. IUTAM-IAHR symposium St. John's, Newfoundland, Canada, 1989.
- Eberhart, J.P. 1997. *Analyse structurale et chimique des matériaux*. Dunod, Paris, 1997 (Bordas, Paris, 1989, 1ère édition), 614p.
- El-Dasher, B. S., Adams, B. L. and Rollett, A. D. 2003. Viewpoint : experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals. *Scripta Mater.*, **48**(2), 141–145.
- Epica Community Members. 2004. Eight glacial cycles from an Antarctic ice core. *Nature*, **429**, 623–628.
- Falls, A.H., Wellinchoff, S.T., Talmon, Y., and E.L. Thomas. 1983. A transmission electron microscopy study of hexagonal ice. *J. Mater. Sci.*, **18**, 2752–2764.
- Fivel, M. 1993. *Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure CFC*. Thèse INP Grenoble, 1993.
- Fivel, M. et Forest, S. 2004. Plasticité cristalline et transition d'échelle : cas du polycristal. *Tech. ing., Matér. mét.*, **MB1**(M4017), 1–11.
- Fletcher, N.H. 1970. *The chemical physics of ice*. Cambridge University Press, Cambridge, 1970, 271p.
- Fukuda, A., Hondoh, T., and A. Higashi. 1987. Dislocation mechanisms of plastic deformation of ice. *J. de Phys., Paris* (colloque C1, supplément au numéro 3), **48**, 163–173.

- Glen, J.W. and M.F. Perutz. 1954. The growth and deformation of ice crystals. *J. Glaciol.*, **2**(10), 397–403.
- Guillope, M. and J.P. Poirier. 1979. Dynamic recrystallization during creep of single-crystalline halite : an experimental study. *J. Geophys. Res.*, **84**(B10), 5557–5567.
- Guillotin, A. 2005. *Etude de la déformation viscoplastique de multicristaux de glace*. Rapport de stage ENSEEG-INPG, 2005.
- Gurtin, M. E. 2002. A gradient theory of single-crystal viscoplasticity that accounts for geometrically necessary dislocations. *J. Mech. Phys. Solids*, **50**(1), 5–32.
- Hahn, T. 1989. *International tables for crystallography*, Volume A, Space-group symmetry. 2nd revised edition.
- Hamelin, B. and P. Bastie. 1998. Méthode de laue refocalisée à haute énergie : développements récents. *J. Phys. IV*, **8**, Pr5, 3–8.
- Hamelin, B., Bastie, P., Duval, P., Chevy, J., and M. Montagnat. 2004. Lattice distortion and basal slips bands in deformed ice crystals revealed by hard x-ray diffraction. *J. Phys. IV*, **118**, 27–33.
- Hartley, C. S. and Mishin, Y. 2005. Characterization and visualization of the lattice misfit associated with dislocation cores. *Acta Mater.*, **53**(5), 1313–1321.
- Higashi, A. 1978. Structure and behaviour of grain boundaries in polycrystalline ice. *J. Glaciol.*, **21**(85), 589–605.
- Higashi, A. 1988. *Lattice defects in ice crystals, X-Ray topographic observations*. Hokkaido university press, 1988. 156pp.
- Hobbs, P. 1974. *Ice Physics*. Clarendon Press, Oxford, 1974. 856pp.
- Hondoh, T. 1992. Glide and climb processes of dislocations in ice. In *Physics and chemistry of ice*, Proc. Int. Symp. on the Physics and Chemistry of Ice, Sapporo, Japan, 1-6 Sept 1991, Hokkaido University Press, 481–487.
- Hondoh, T. 2000. Nature and behavior of dislocations in ice. in *Physics of ice core records*, Hokkaido University Press, Sapporo, 3–23.
- Hondoh, T. and A. Higashi. 1983. Generation and absorption of dislocations at large-angle grain boundaries in deformed ice-crystals. *J. Phys. Chem.*, **87**, 4044–4050.
- Hondoh, T., Itoh, T., and S. Mae. 1990. Dislocation mobility for non basal glide in ice measured by in-situ X ray topography. *Phil. Mag. A*, **62**(1), 89–102.
- Horn, B. K. P. 1987. Closed-form solution of absolute orientation using unit quaternions. *J. Opt. Soc. Am. A*, **4**(4), 629–642.
- Hosford, William F. 2007. *Material science : an intermediate text*. Cambridge University Press. 252p.
- Hull, D. 1975. *Introduction to dislocations*. Pergamon Press. 259 pp.
- Ignat, M. and H.J. Frost. 1987. Grain boundary sliding in ice. *J. de Phys., Paris* (colloque C1, supplément au numéro 3), **48**, 189–195.
- Jia, K., Baker, I., Liu, F., and M. Dudley. 1996. Observation of slip transmission through a grain boundary in ice. *J. Mater. Sci.*, **31**, 2373–2378.
- Jones, S.J. 1970. X-ray topographic evidence for prismatic dislocations in ice. *J. Appl. Phys.*, **41**, 2738–2739.
- Jones, S.J. and J.W. Glen. 1969. The mechanical properties of single crystals of pure ice. *J. Glaciol.*, **8**(54), 463–473.
- Kamb, W.B. 1961. The glide direction in ice. *J. Glaciol.*, **3**(30), 39–48.
- Kato, N. and E.R. Lang. 1959. A study of Pendellösung fringes in X-ray diffraction. *Acta Crystallogr.*, **12**, 787–794.
- Kato, N. and Y. Ando. 1966. Contraction of Pendellösung fringes in distorted crystals. *J. Phys. Soc. Jpn.*, **21**(5), 964–968.
- Lang, A.R. and A.P.W. Makepeace. 1996. Reticulography : a simple and sensitive tech-

- nique for mapping misorientations in single crystals. *J. Synchrotron Radiat.*, **3**, 313–315.
- Lang, A.R. and A.P.W. Makepeace. 1999. Synchrotron X-ray reticulography : principles and applications. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **32**, A97–A103.
- Levi, L., Achaval, A.M., and E. Suraski. 1964. Experimental study of non-basal dislocations in ice crystals. *J. Glaciol.*, **5**(41), 691–699.
- Liu, F., Baker, I., Yao, G., and M. Dudley. 1992a. Dislocations and grain boundaries in polycrystalline ice : a preliminary study by synchrotron X-ray topography. *J. Mat. Sci.*, **27**, 2719–2725.
- Liu, F., Baker, I., Yao, G., and M. Dudley. 1992b. Synchrotron X-ray topography of polycrystalline ice. In *Proc. IAHR Ice Symposium, Banff, Alberta, Canada*, 1115–1125.
- Liu, F., Baker, I., and M. Dudley. 1993. Dynamic observations of dislocation generation at grain boundaries in ice. *Phil. Mag. A.*, **67**(5), 1261–1276.
- Liu, F., Baker, I. and M. Dudley. 1995. Dislocations-grain boundary interactions in ice crystals. *Phil. Mag. A.*, **71**(1), 15–42.
- Lliboutry, L. (1964). *Traité de Glaciologie Glace-neige-hydrologie nivale*. Tome 1. Ed. Masson, Paris, 1964. 428 pp.
- Mansuy, Ph. 2001. *Contribution à l'étude du comportement viscoplastique d'un multicristal de glace : hétérogénéité de la déformation et localisation expériences et modèles*. Thèse Université Joseph Fourier.
- Mansuy, P., Meyssonier, J., and A. Philip. 2002. Localization of deformation in polycrystalline ice : experiments and numerical simulations with a simple grain model. *Comp. Mater. Sci.*, **25**, 142–150.
- Meyssonier, J. 1989. Ice flow over a bump : experiment and numerical simulation. *J. Glaciol.*, **35**(119), 85–97.
- Michel, B. and R.O. Ramseier. 1971. Classification of river and lake ice. *Can. Geotech. J.*, **8**, 36–45.
- Monnet, G., Devincere, B., and L.P. Kubin. 2004. Dislocation study of prismatic slip systems and their interactions in hexagonal close packed metals : application to zirconium. *Acta Mater.*, **52**, 4317–4328.
- Montagnat-Rentier, M. 2001. *Contribution à l'étude du comportement viscoplastique des glaces des calottes polaires : modes de déformation et simulation du développement des textures*. Thèse Université Joseph Fourier.
- Muguruma, J. 1969. Effects of surface condition on the mechanical properties of ice crystals. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **2**(11), 1517–1525.
- Nadgorny, E. 1988. Dislocation dynamics and mechanical properties of crystals. *Prog. Mat. Science*, **31**.
- Nadgorny E. 1988. *Dislocation Dynamics and Mechanical Properties of Crystals*. Pergamon Press, Oxford (Progress in Materials Science, Vol. 31), 536 pp.
- Nye, J.F. 1953. Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metall.*, **1**, 153–162.
- Obbard, R., Baker, I., and D. Iliescu. 2006. Grain boundary growing in ice in a scanning electron microscope. *J. Glaciol.*, **52**, 169–172.
- Okada, Y., Hondoh, T., and S. Mae. 1996. Glide motion of dislocations in ice close to the melting temperature. *Abstract presented at Int. Symp. on the Physics and Chemistry of Ice, Hanover (New Hampshire, USA, August 27-31, 1996.*, 93–95.
- Okada, Y., Hondoh, T., and S. Mae. 1999. Basal glide of dislocations in ice observed by synchrotron radiation topography. *Phil. Mag. A*, **79**(11), 2853–2868.
- Pauling, L. 1935. The structure and entropy of ice and of others crystals with some randomness of atomic arrangement. *J. Amer. Chem. Soc.*, **57**, 2680–2684.
- Petrenko, V.F. and R.W. Whitworth. 1994. *Structure of Ordinary Ice Ih, part II : Defects in ice. Volume 2 : Dislocations and Plane Defects*, US Army Corps of Engineers, Cold

- Regions Research and Engineering Laboratory, Special Report 94-12. 24pp.
- Petrenko, V.F. and R.W. Whitworth. 1999. *Physics of ice*. Oxford University Press, 1st edition. 373 pp.
- Poirier, J.P. and A. Nicolas. 1975. Deformation-induced recrystallization due to progressive misorientation of subgrains, with special reference to mantle peridotites. *J. Geol.*, **83**(6), 707–720.
- Priester, L. 2006. *Les joints de grains : de la théorie à l'ingénierie*. EDP sciences, 2006. 500 pp.
- Richeton, T. 2006. *Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique*. Thèse Institut National Polytechnique de Grenoble.
- Röttger, K., Endriss, A., Ihringer, J., Doyle, S., and W.F. Kuhs. 1994. Lattice constant and thermal expansion of H₂O and D₂O ice Ih between 10 and 265 K. *Acta Crystallogr. B*, **50**, 644–648.
- Shearwood, C. and R.W. Whitworth. 1989. X-ray topographic observations of edge dislocation glide on non-basal planes in ice. *J. Glaciol.*, **35**(120), 281–283.
- Shearwood, C. and R. W. Whitworth. 1991. The velocity of dislocations in ice. *Phil. Mag. A*, **64**(2), 289–302.
- Shearwood, C. and R. W. Whitworth. 1993. Novel processes of dislocation multiplication observed in ice. *Acta Metall. Mater.*, **41**(1), 205–210.
- Sinha, N. K. 1978. Observation of basal dislocations in ice by etching and replicating. *J. Glaciol.*, **21**(85), 385–395.
- Sinha, N. K. 1989. Experiments on anisotropic and rate-sensitive strain ratio and modulus of columnar-grained ice. *J. Offshore Mech. Arct. Eng.*, **111**, 354–360.
- Staker, M. and D. Holt. 1972. The dislocation cell size and dislocation density in copper deformed at temperatures between 25 and 700°C. *Acta Metall.*, **20**, 569–579.
- Steeds, J. W. 1966. Dislocation arrangement in copper single crystal as a function of strain. *Proc. Roy. Soc. A*, **292**, 343–345.
- Sun, S., Adams, B. L. and King, W. E. 2000. Observations of lattice curvature near the interface of a deformed aluminium bicrystal. *Phil. Mag. A*, **80**(1), 9–25.
- Takeuchi, S. 2005. Metastability of the undissociated state of dissociated dislocations. *Mater. Sci. Eng. A-Struct.*, **400–401**, 84–88.
- Tanner, B.K. 1976. *X-ray diffraction topography*. Pergamon Press, Oxford, 1st ed. 174p.
- Tanner, B.K., Midgley, D. and Safa, M. 1977. Dislocation contrast in X-ray synchrotron topographs. *J. Appl. Crystallogr.*, **10**, 281–286.
- Thibert, E. and F. Dominé. 1997. Thermodynamics and kinetics of the solid solution of HCl in ice. *J. Phys. Chem. B*, **101**, 3554–3565.
- Weertman, J. and J. R. Weertman. 1970. *Théorie élémentaire des dislocations*. Ed. Masson and Cie, Paris, 1970, 240 p.
- Wei, Y. and J.P. Dempsey. 1994. The motion of non-basal dislocations in ice crystals. *Phil. Mag. A*, **69**(1), 1–10.
- Whitworth, R.W. 1982. Velocity of dislocations in ice on 0001 and 10 $\bar{1}0$. *J. Phys. Chem.*, **87**, 4074–4078.
- Whitworth, R., Paren, J.G. and J.W. Glen. 1976. The velocity of dislocations in ice : a theory based on proton disorder. *Phil. Mag.*, **33**(3), 409–426.
- Willaime C. 1987. *Initiation à la microscopie électronique par transmission*. Minéralogie, sciences des matériaux. Société Française de Minéralogie et Cristallographie, Paris, 1987, 437p.

ANNEXES

Annexe I

Usinage des échantillons

Les échantillons étudiés sont des lames de glace de dimensions $17 \times 21 \times 1 \text{ mm}^3$. Ils sont usinés par fraisage dans une chambre froide du LGGE à la température de -10°C . La Figure I.1 présente succinctement les différentes étapes du fraisage. Pour dresser les faces horizontales on utilise un fraise de diamètre 120 mm constituée d'un disque sur lequel sont fixées des pastilles de carbure de tungstène (cf. Fig. I.1a) tournant à 1100 tours/min. Le temps d'élaboration d'une seule lame de glace est d'environ 3h. Comme le matériau glace est fragile les étapes e) et f) montrées sur la Figure I.1 sont les plus critiques. On note l'utilisation d'une cale en bois et d'un bracelet élastique qui permettent de minimiser les risques de rupture.

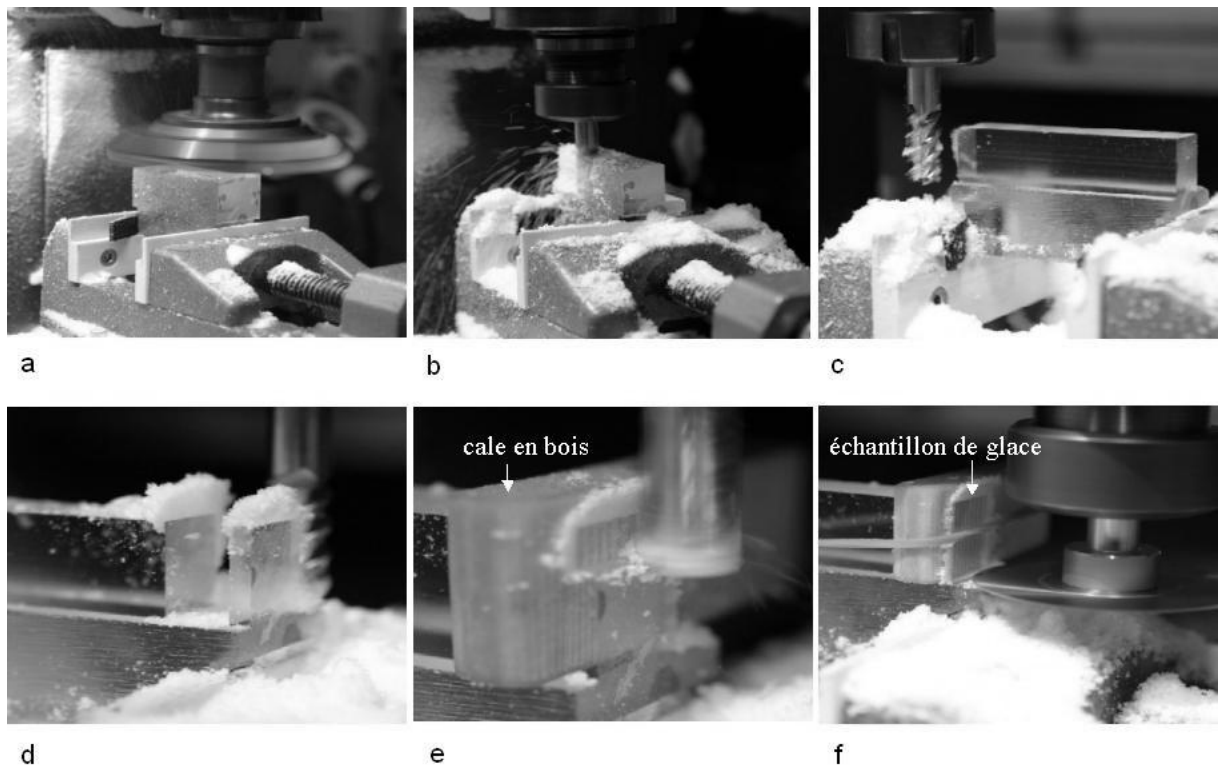


FIG. I.1 – Principales étapes de l'usinage d'un échantillon à -10°C . a) dressage d'une face horizontale sur le bloc sélectionné (future tranche haute); b) et c) dressage des faces verticales (futures tranches latérales); d) rainurage et dressage de la face arrière de l'échantillon; e) après insertion de la cale en bois, dressage de la face avant de l'échantillon; f) découpage à la scie le long de la tranche basse (phase la plus critique).

Annexe II

Facteur de structure et conditions d'extinction pour la glace

On admet ici, en première approximation, que tout atome irradié par des rayons X réémet la radiation reçue dans toutes les directions de l'espace, sans déphasage et avec une égale intensité. En conséquence, les atomes irradiés se comportent comme des sources et du fait de la nature ondulatoire des rayons X, des interférences sont produites. Le cristal agit comme un réseau "optique" à trois dimensions.

L'intensité de l'onde diffractée par un plan réticulaire de vecteur de diffraction \mathbf{g} dépend du facteur de structure F_g défini comme

$$F_g = f_0 \sum_j^N \exp 2i\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}^{(j)} \quad (\text{II.1})$$

où f_0 est un coefficient dépendant de la nature des atomes considérés et $\mathbf{r}^{(j)}$ est le vecteur position de l'atome j de coordonnées $(x^{(j)}, y^{(j)}, z^{(j)})$ dans la maille élémentaire de vecteurs de base (non normés) $\{\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}\}$:

$$\mathbf{r}^{(j)} = x^{(j)}\mathbf{a} + y^{(j)}\mathbf{b} + z^{(j)}\mathbf{c} \quad (\text{II.2})$$

(h, k, i, l) étant les indices de Miller du plan considéré, l'expression du vecteur de diffraction \mathbf{g} dans le repère réciproque de vecteurs de base $\{\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*\}$ est

$$\mathbf{g} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^* \quad (\text{II.3})$$

Compte tenu des relations

$$\mathbf{a} \cdot \mathbf{a}^* = 1, \mathbf{a} \cdot \mathbf{b}^* = \mathbf{a} \cdot \mathbf{c}^* = 0 ; \quad \mathbf{b} \cdot \mathbf{b}^* = 1, \mathbf{b} \cdot \mathbf{c}^* = \mathbf{b} \cdot \mathbf{a}^* = 0 ; \quad \mathbf{c} \cdot \mathbf{c}^* = 1, \mathbf{c} \cdot \mathbf{a}^* = \mathbf{c} \cdot \mathbf{b}^* = 0 \quad (\text{II.4})$$

le facteur de structure s'exprime donc comme

$$F_g = F_{hkil} = f_0 \sum_j^N \exp 2i\pi (hx^{(j)} + ky^{(j)} + lz^{(j)}) \quad (\text{II.5})$$

L'intensité diffractée par le plan (h, k, i, l) est proportionnelle à la partie réelle de F_{hkil} . On note

$$I_{hkil} = \frac{F_{hkil} F_{hkil}^*}{f_0^2} \quad (\text{II.6})$$

où F_{hkil}^* est le conjugué de F_{hkil} .

Les conditions d'extinctions pour le plan (h, k, i, l) sont donc trouvées en annulant I_{hkil} .

Dans le cas de la glace, la maille élémentaire est constituée de quatre atomes d'oxygène dans les positions (Fig. II.1) :

$$(2/3, 1/3, -1/16) \quad (1/3, 2/3, 1/16) \quad (1/3, 2/3, 7/16) \quad (2/3, 1/3, 9/16) \quad (\text{II.7})$$

Après calcul I_{hkil} est trouvé proportionnel à J donné par

$$J = 1 + \cos\left(\frac{2\pi}{3}(h - k)\right)(\cos \pi l + \cos \frac{\pi l}{4}) + \cos \frac{\pi l}{4} \cos \pi l \quad (\text{II.8})$$

Comme J n'est pas factorisable directement nous envisageons d'abord le cas l pair puis le cas l impair.

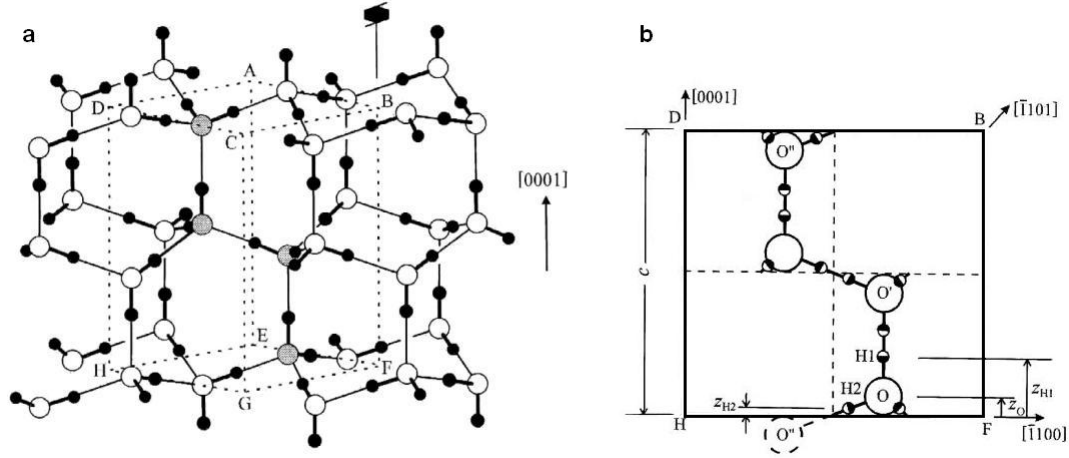


FIG. II.1 – Structure cristalllographique de la glace Ih . a) Les atomes d'oxygène des molécules d'eau sont représentés par des cercles blancs ou grisés, les atomes d'hydrogène sont en noirs. La maille élémentaire est marquée par les points ABCDEFGH et les quatre atomes d'oxygène la constituant sont grisés. b) Cellule élémentaire du cristal de glace projetée dans le plan $(11\bar{2}0)$. Les atomes d'hydrogène sont représentés par des cercles à moitié remplis ; d'après Petrenko and Whitworth (1999).

Cas l pair

On pose $l = 2n$ avec n entier. On a quel que soit n : $\cos \pi l = \cos 2n\pi = 1$, et (II.8) devient

$$J = (1 + \cos \frac{n\pi}{2})(1 + \cos(\frac{2\pi}{3}(h - k))) . \quad (\text{II.9})$$

Le deuxième facteur ne peut s'annuler car

$$1 + \cos(\frac{2\pi}{3}(h - k)) = 0 \Leftrightarrow \frac{2\pi}{3}(h - k) = \pi + 2m\pi \Leftrightarrow 2(h - k) = 3(1 + 2m) , \quad (\text{II.10})$$

ce qui est impossible.

L'annulation du premier facteur s'écrit

$$1 + \cos \frac{n\pi}{2} = 0 \Leftrightarrow \frac{n\pi}{2} = \pi + 2m\pi \Leftrightarrow n = 2 + 4m \quad (\text{II.11})$$

Il y a donc bien une condition d'extinction pour l pair qui est que l soit multiple impair de 4 ($l = 2n = 8m + 4 = 4(2m + 1)$).

Cas l impair

On pose $l = 2n + 1$. Dans ce cas quel que soit n : $\cos \pi l = \cos(2n + 1)\pi = -1$, et (II.8) devient

$$J = (1 - \cos \frac{(2n + 1)\pi}{4})(1 - \cos(\frac{2\pi}{3}(h - k))) \quad (\text{II.12})$$

Le premier facteur ne peut pas s'annuler. Le deuxième s'annule si

$$1 - \cos(\frac{2\pi}{3}(h - k)) = 0 \Leftrightarrow \frac{2\pi}{3}(h - k) = 2m\pi \Leftrightarrow h - k = 3m \quad (\text{II.13})$$

Il y a donc extinction si $h - k$ est multiple (éventuellement nul) de 3 (ce qui est équivalent à dire qu'il y a diffraction si $h - k = 3m + 1$ ou $h - k = 3m + 2$, quand l est impair).

Conditions d'extinction

En résumé les conditions de non diffraction du plan (h, k, i, l) sont :

si l est pair : **extinction quand** $l = 4(2m + 1)$
si l est impair : **extinction quand** $h - k = 3m$ (m entier)

On note que la position particulière des atomes d'oxygène dans la glace rajoute une condition d'extinction supplémentaire pour l pair par rapport à celles données dans les tables cristallographiques pour un cristal de structure $P6_3/mmc$ (Hahn, 1989).

Annexe III

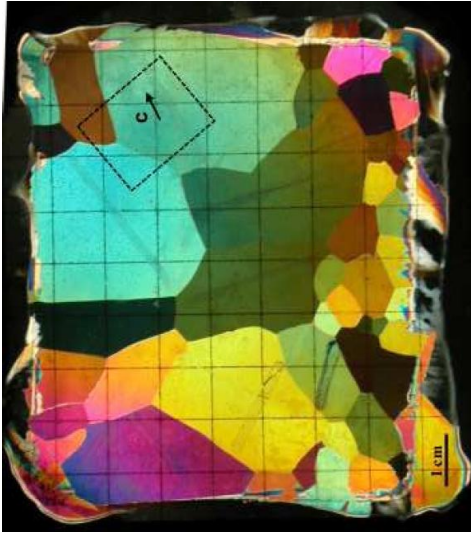

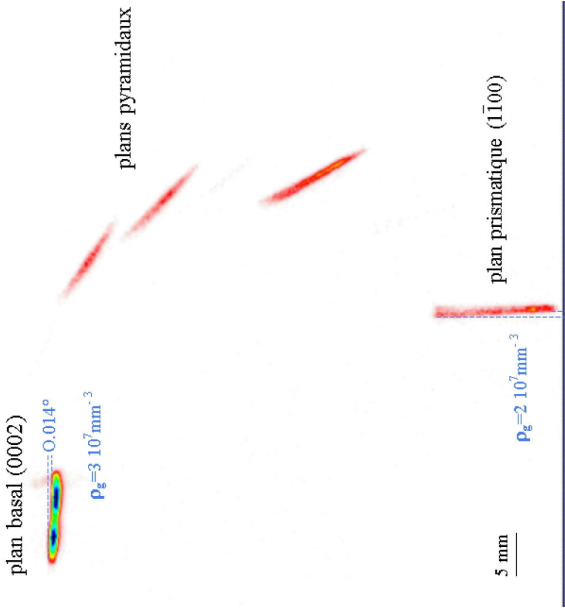
Croissance de cristaux de glace

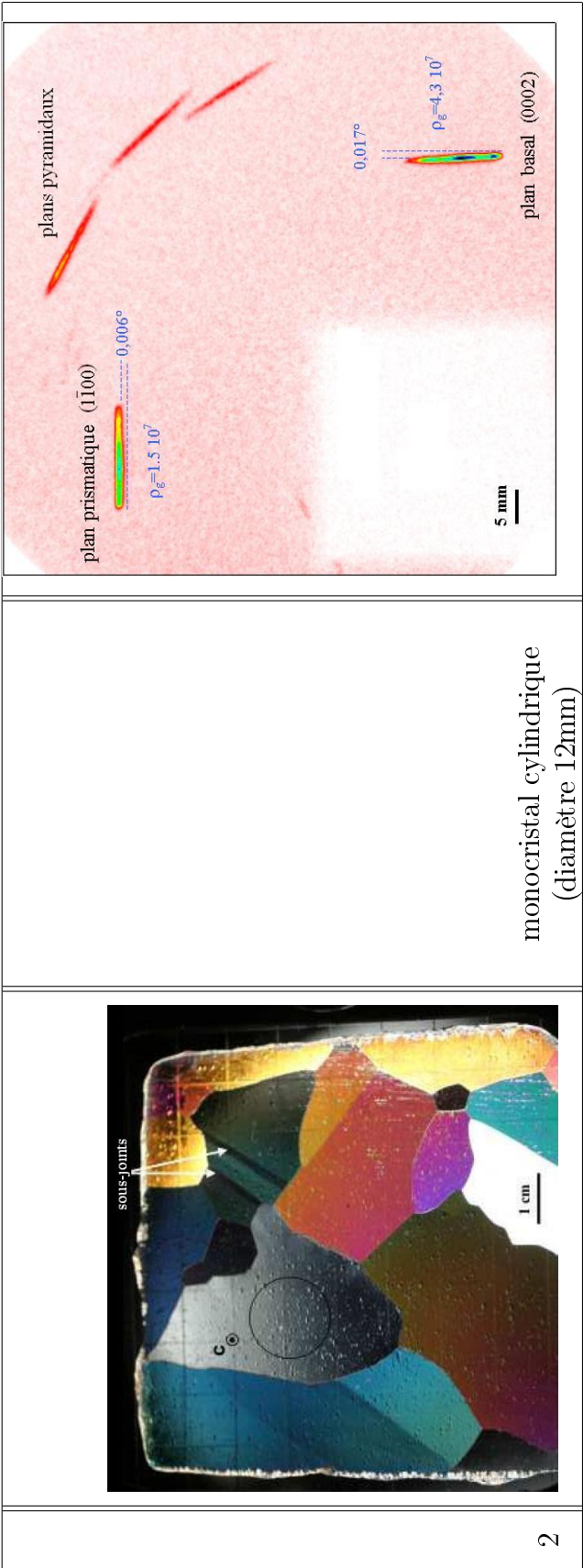
Cette annexe est destinée à illustrer les qualités de cristaux obtenus en utilisant les méthodes de croissance décrites au Chapitre 4. Le Tableau III.1 fait référence aux modes A, B, C et D décrits dans ce chapitre. Les numéros en colonne 1 font références aux exemples montrés dans le Tableau III.2. La dernière colonne “vidange” de ce Tableau fait référence au renouvellement de l’eau.

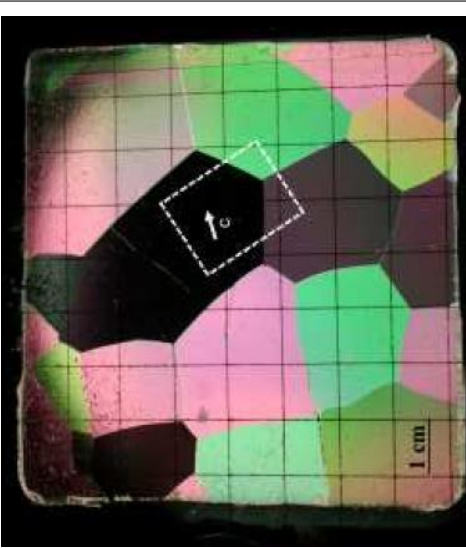
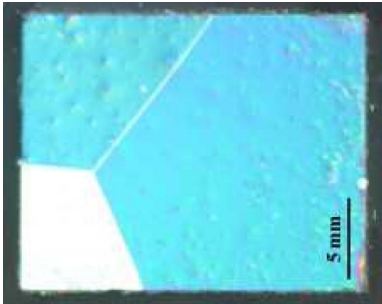
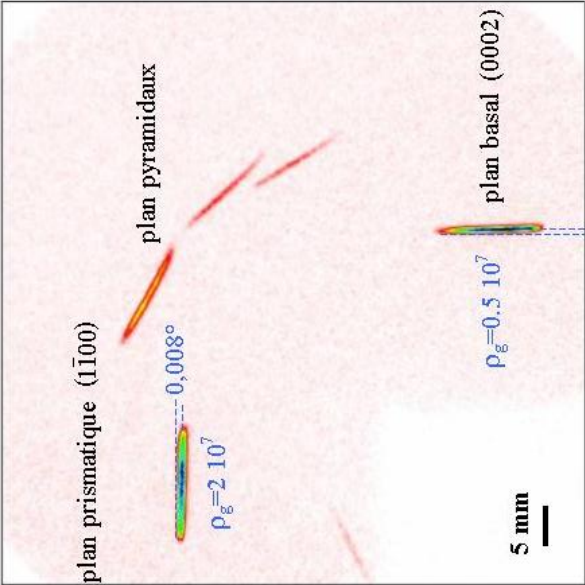
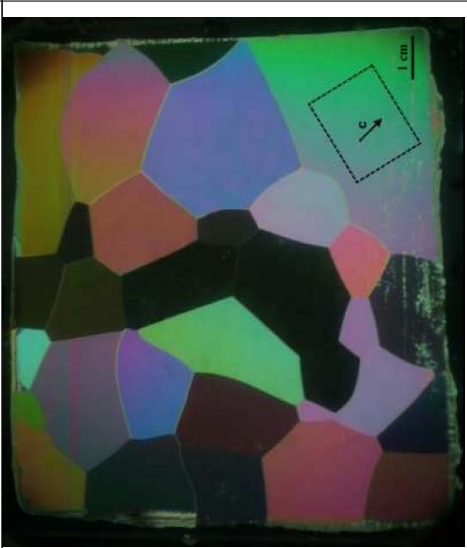
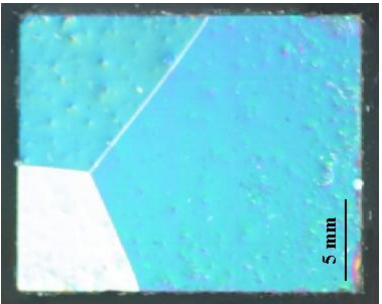
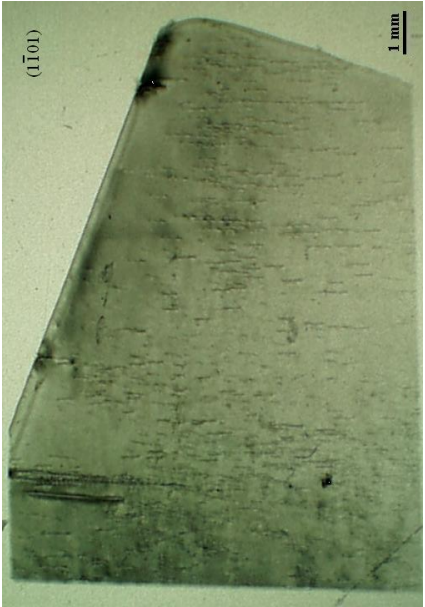
III.1 Tableau des différents types de croissance

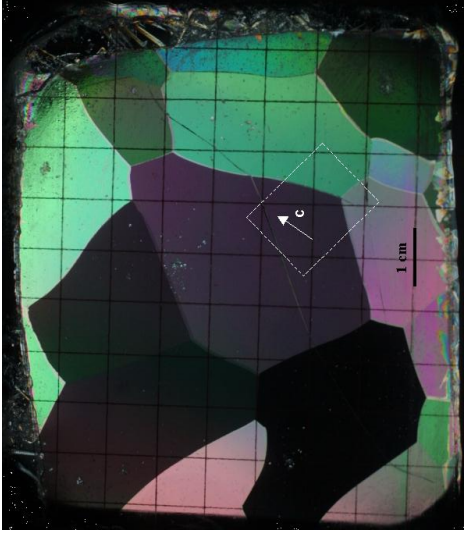

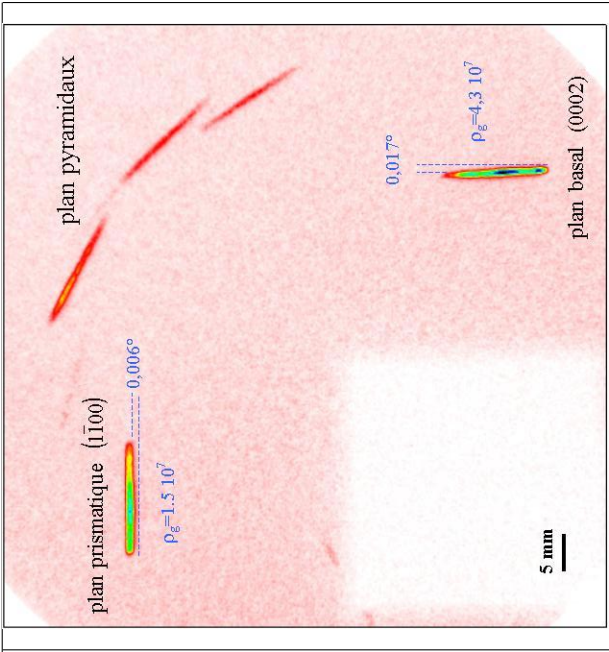
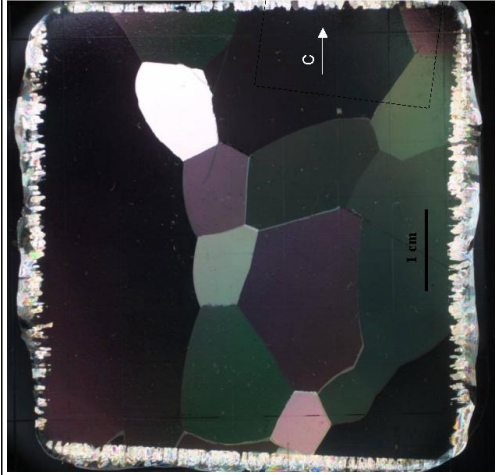
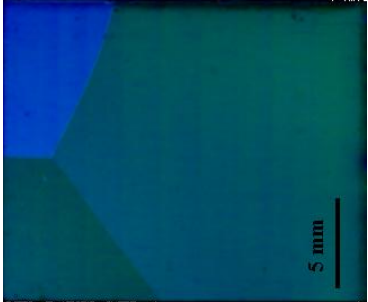
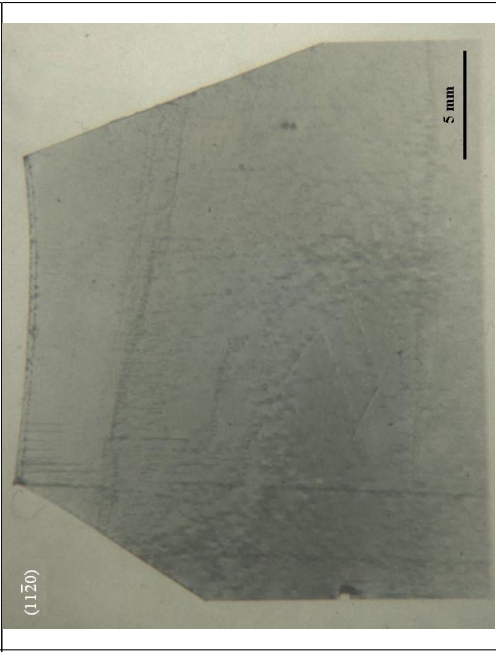
Numéro	Mode	Description du protocole de croissance			
		Germe	Vitesse	Agitation	Vidange
1	B	non	$>1,5 \text{ cm/j}$	non	journalière
2	B	non	$<1 \text{ cm/j}$	non	3 premiers jours
3	B	non	$<1 \text{ cm/j}$	non	journalière
4	B	non	$<1 \text{ cm/j}$	non	tous les 2 jours
5	B	créé en surface	$<1 \text{ cm/j}$	non	journalière
6	B	créé par poussée 2 (stocké 7 mois)	$>1 \text{ cm/j}$	permanente	tous les 4 jours
7	B	polycristallin créé par poussée 2 avec agitation	$\approx 1 \text{ cm/j}$	oui	tous les 3 jours
8	B	neige à grains fins	$<1 \text{ cm/j}$	non	journalière
9	C	germe polycristallin	$\approx 1 \text{ cm/j}$	permanente	non
10	D	monocristallin	$>1 \text{ cm/j}$	non	non
11	A	monocristallin	$\approx 1 \text{ cm/j}$	permanente	non

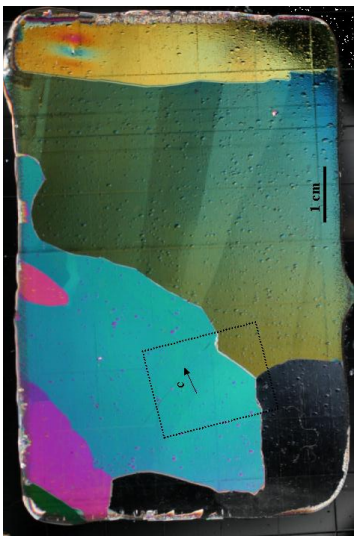
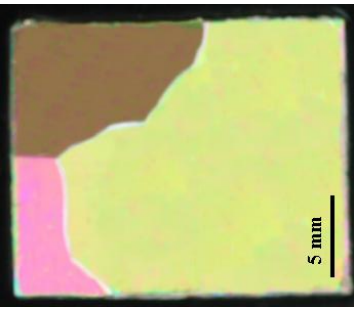
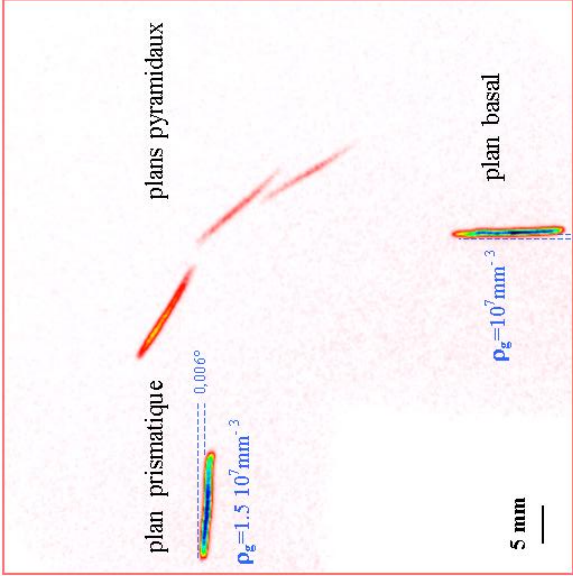
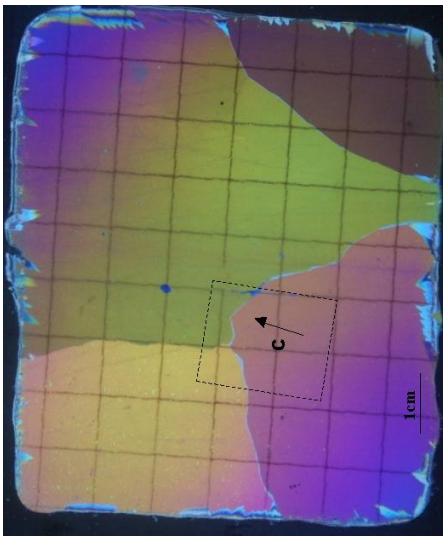
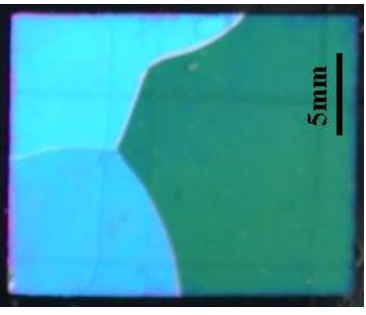
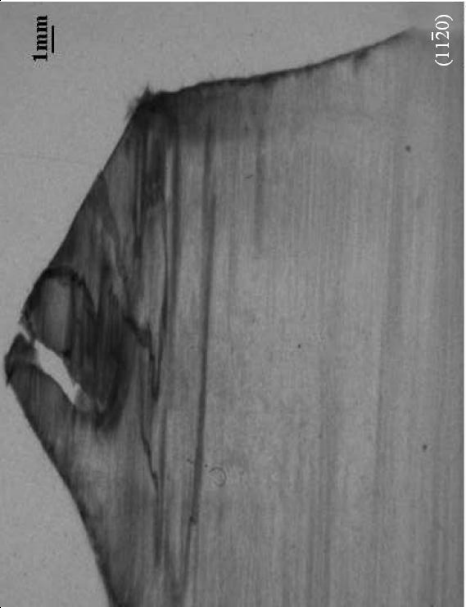
III.2 Qualités obtenues avec les différents types de croissance

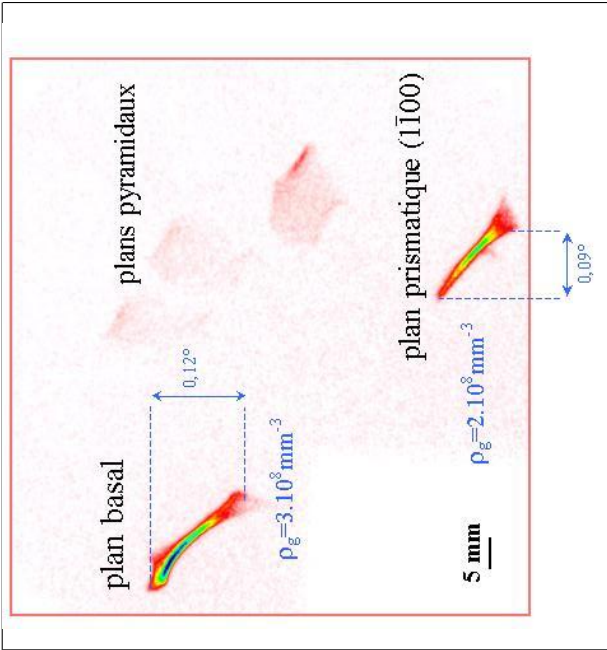
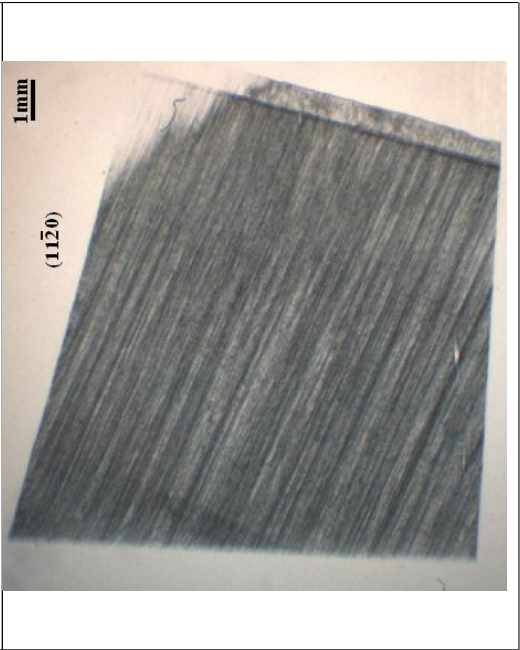
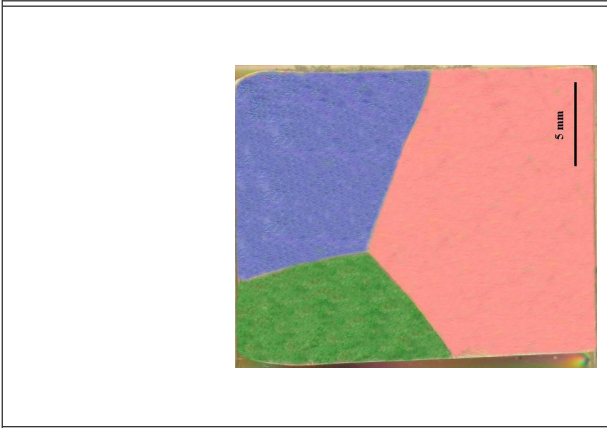
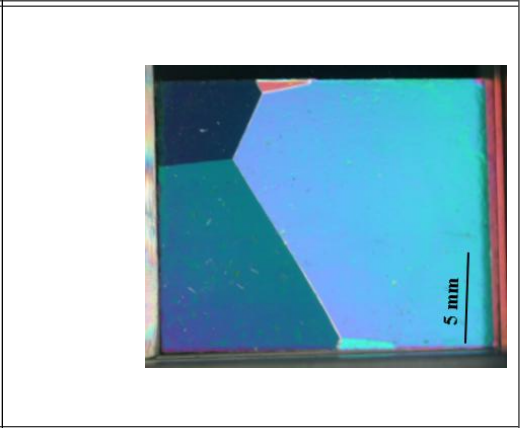
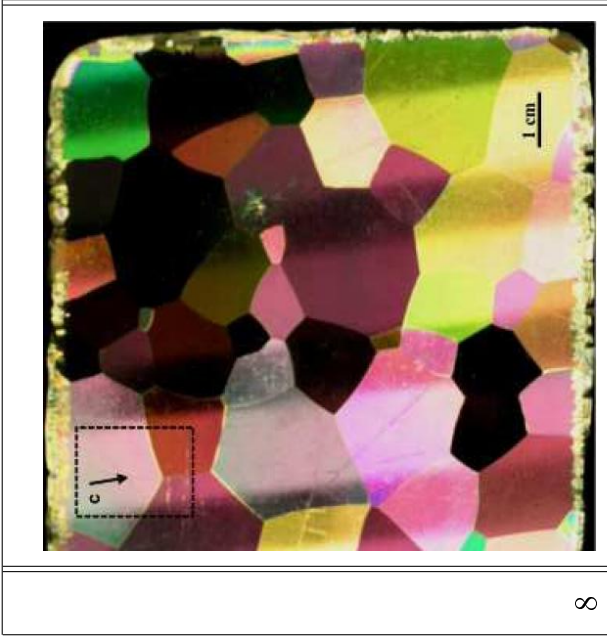
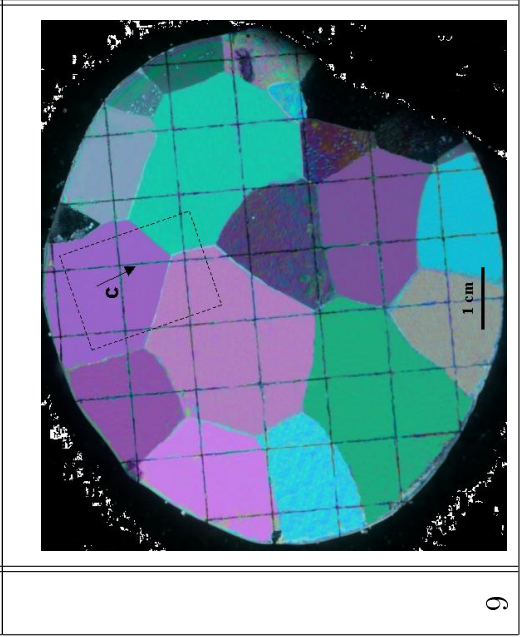
n°	Qualité des cristaux		
	Observation en lumière polarisée		Observation sous RX
	Lame mince	Echantillon	Cliché de diffraction
1			



<p>3</p>			
<p>3</p>			

4			 <p>plan prismatique (1100)</p> <p>$\rho_g = 1.5 \cdot 10^7$</p> <p>0.006°</p> <p>plan pyramidaux</p> <p>0.017°</p> <p>$\rho_g = 4.3 \cdot 10^7$</p> <p>plan basal (0002)</p> <p>5 mm</p>
5			 <p>(1120)</p> <p>5 mm</p>

6			
7			

	
	
	
8	9

10	données antérieures à cette thèse		
11	données antérieures à cette thèse		

Annexe IV

Détails des essais expérimentaux

Dans cette annexe sont reportés les principaux résultats expérimentaux obtenus au cours des essais de compression réalisés au laboratoire et sous rayonnement X. Pour chaque échantillon étudié l'orientation cristalline est déterminée dans le repère lié à la presse qui est représenté sur la Figure IV.1.

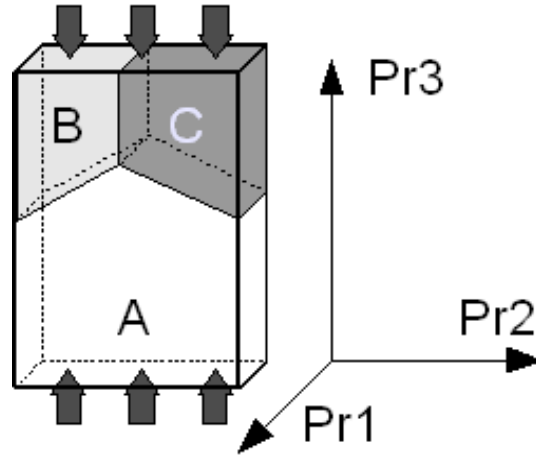


FIG. IV.1 – Représentation schématique d'un échantillon et du repère lié à la presse d'axes $\{Pr_1, Pr_2, Pr_3\}$. Le grain principal est noté A et les deux grains supérieurs B et C. Les plans de joints de grains sont perpendiculaires aux grandes faces de l'échantillon.

IV.1 Monocristaux

Le tableau suivant donne les orientations des monocristaux étudiés dans le repère $\{Pr_1, Pr_2, Pr_3\}$.

Echantillon	Orientation de l'axe c	Orientation d'un axe a
M75-1(α)	$c=(0.292, -0.929, 0.228)$	$a=(-0.125, -0.273, -0.954)$
M75-2(α)	$c=(-0.029, -0.970, 0.239)$	$a=(0.063, -0.241, -0.968)$
M15(α)	$c=(-0.075, -0.290, 0.954)$	$a=(0.049, 0.955, 0.293)$

Les tableaux ci dessous indiquent les temps de chargement t (notation “heures.minutes”) et la contrainte de compression appliquée σ (MPa) pour chaque essai de compression effectué sur un monocristal.

Echantillon M75-1(α) en Topographie X-synchrotron					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.02	0h48	0.09	2h26	0.24
0h04	0.00	0h59	0.00	2h45	0.30
0h05	0.03	1h02	0.09	3h18	0.45
0h22	0.05	1h33	0.10	3h59	0.60
0h26	0.00	1h59	0.15	4h14	0.00
0h29	0.06	2h17	0.20		
Echantillon M75-2(α) en RX durs refocalisés					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.06	0h08	0.18	0h16	0.30
0h04	0.10	0h12	0.24	1h24	0.00
Echantillon M15(α) en Topographie X-synchrotron					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.30	7h19	0.60	8h36	0.00
1h36	0.45	8h09	0.90		

IV.1.1 Monocristal M75-1(α)

Axe c à 75° de l'axe de compression, 17° hors du plan de l'échantillon.

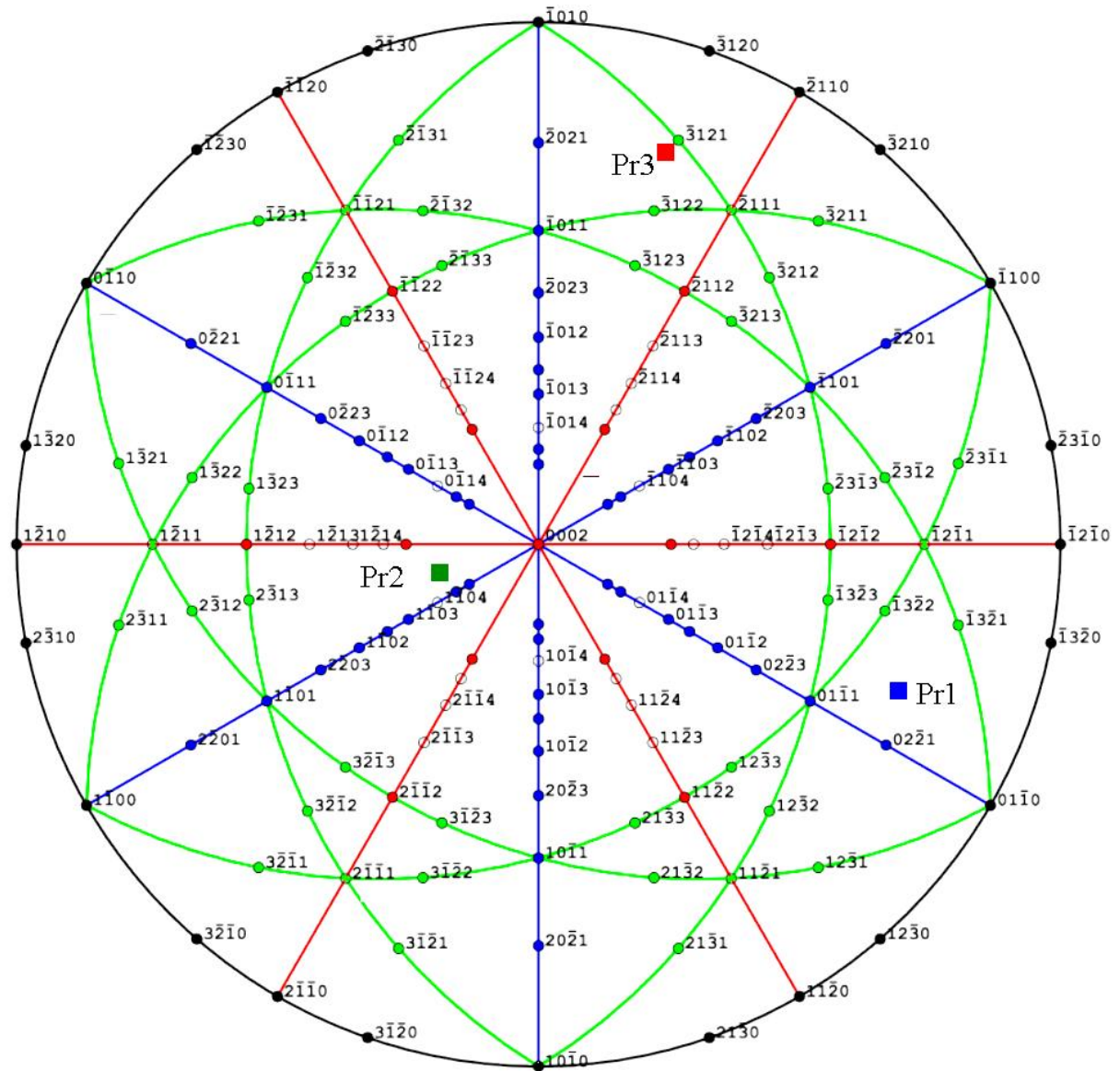


FIG. IV.2 – Figure de pôle pour M75-1(α). Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1).

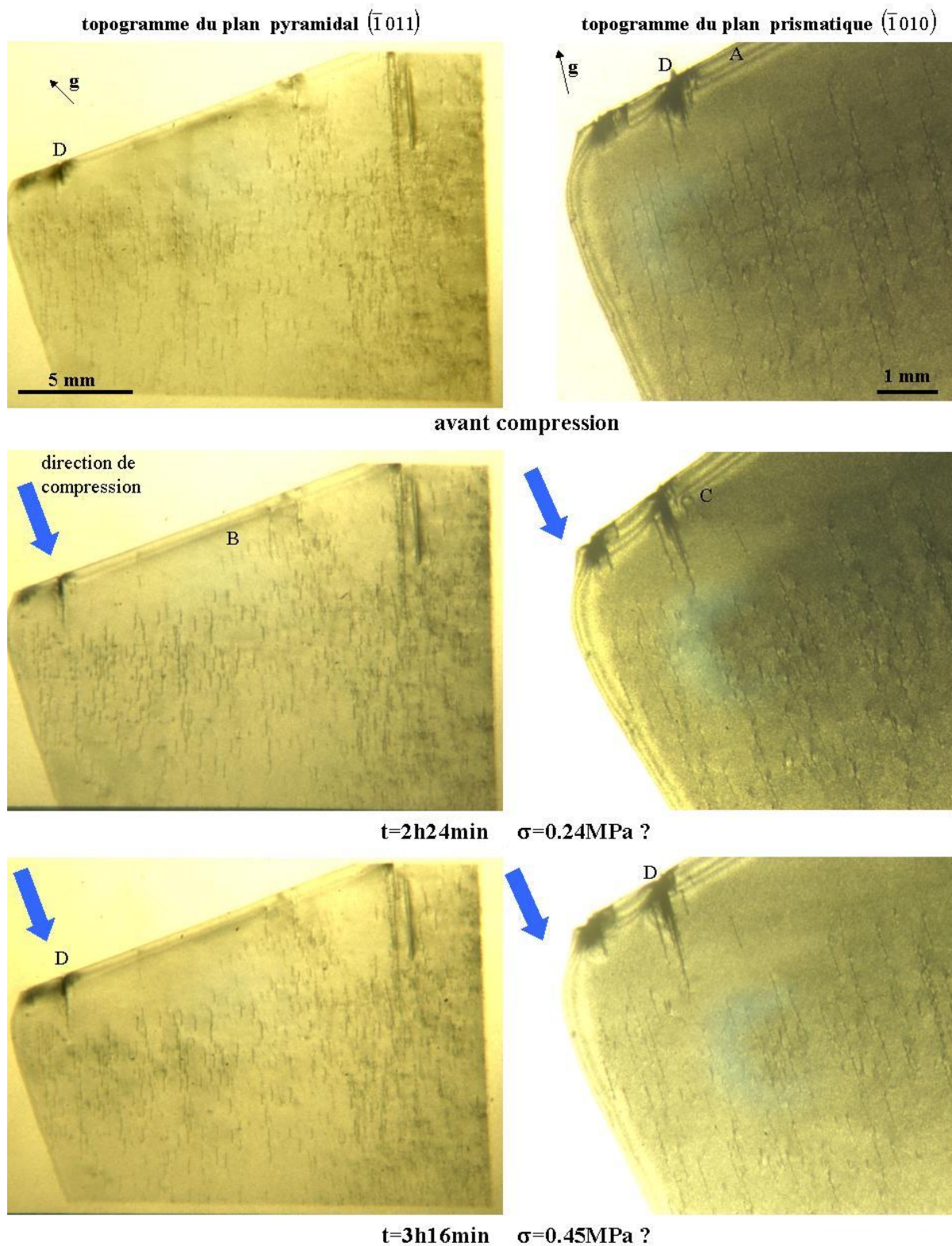


FIG. IV.3 – Evolution microstructurale du monocristal M75-1(α) observée en topographie X synchrotron. La contrainte indiquée correspond à une valeur en excès en raison d'un problème de frottement du couteau d'application de la charge.

IV.1.2 Monocristal M75-2(α)

Axe c à 75° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

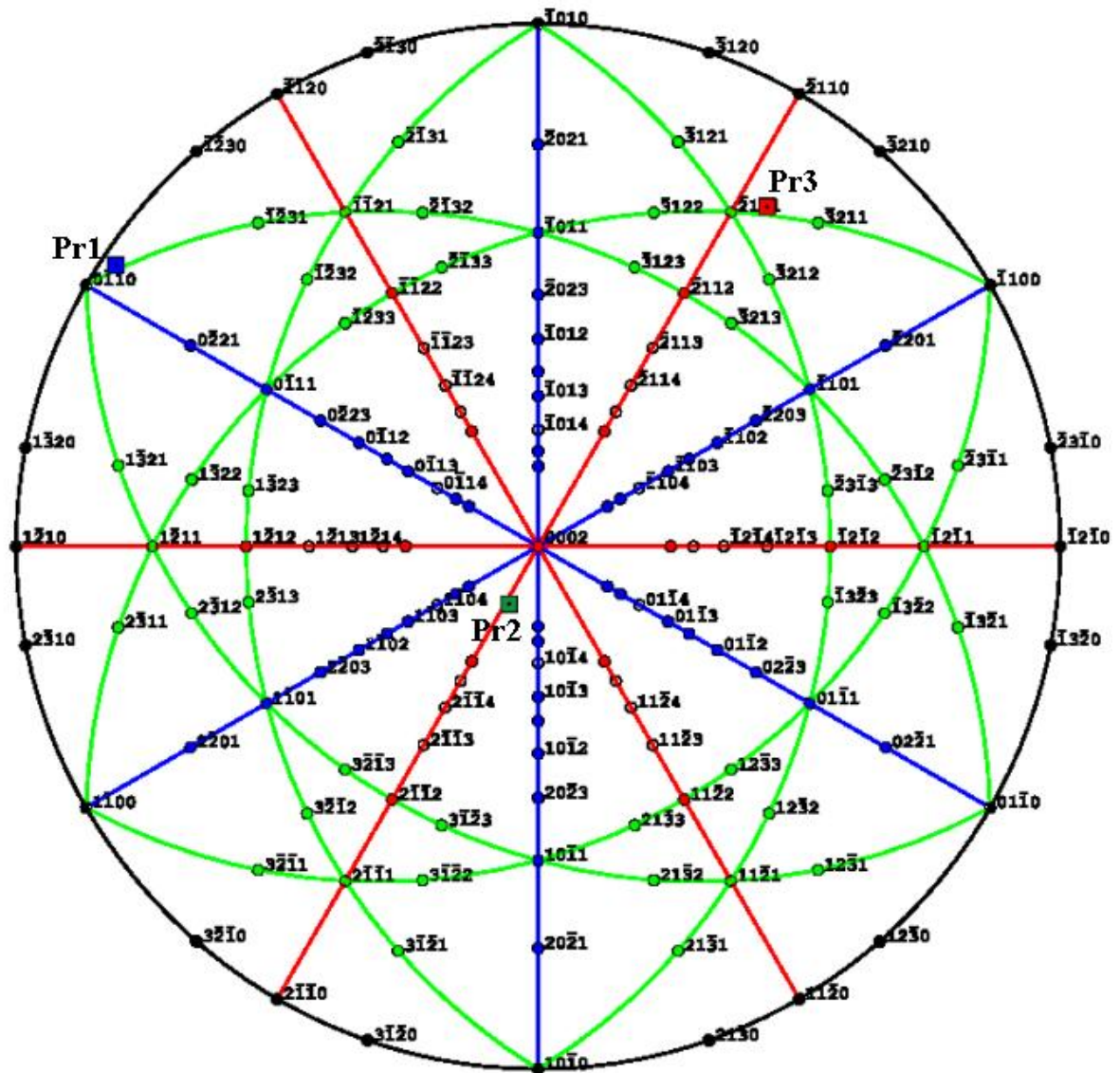


FIG. IV.4 – Figure de pôle pour M75-2(α). Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1).

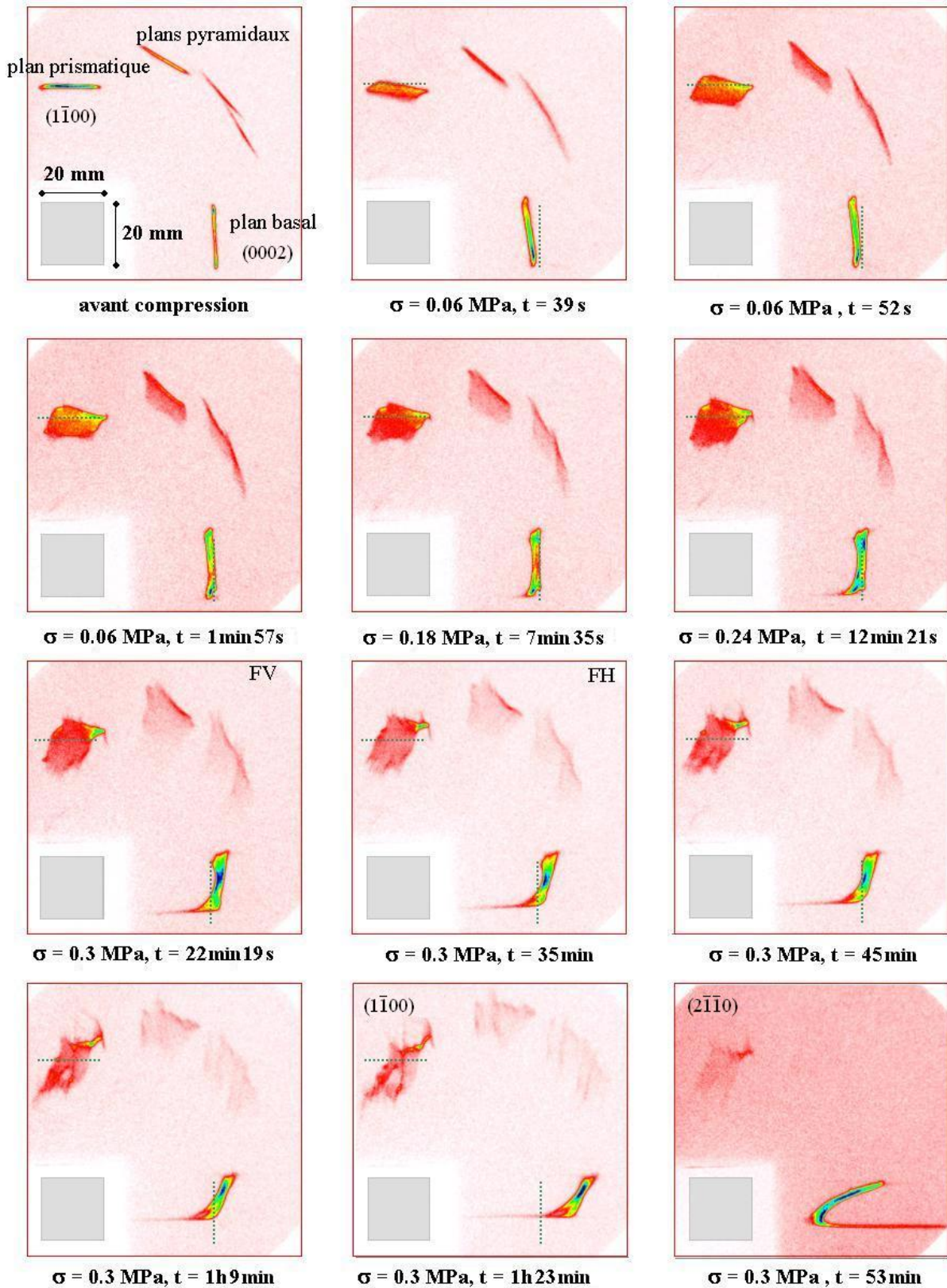


FIG. IV.5 – Evolution microstructurale du monocristal M75-2(α) observée en X-durs refocalisés. Faisceau $20 \times 20 \text{ mm}^2$; les marques FH et FV indiquent la mise en place de fentes horizontale/verticale (cf. Fig. IV.6). Noter que le topogramma en bas à droite a été obtenu avec un axe de zone différent.

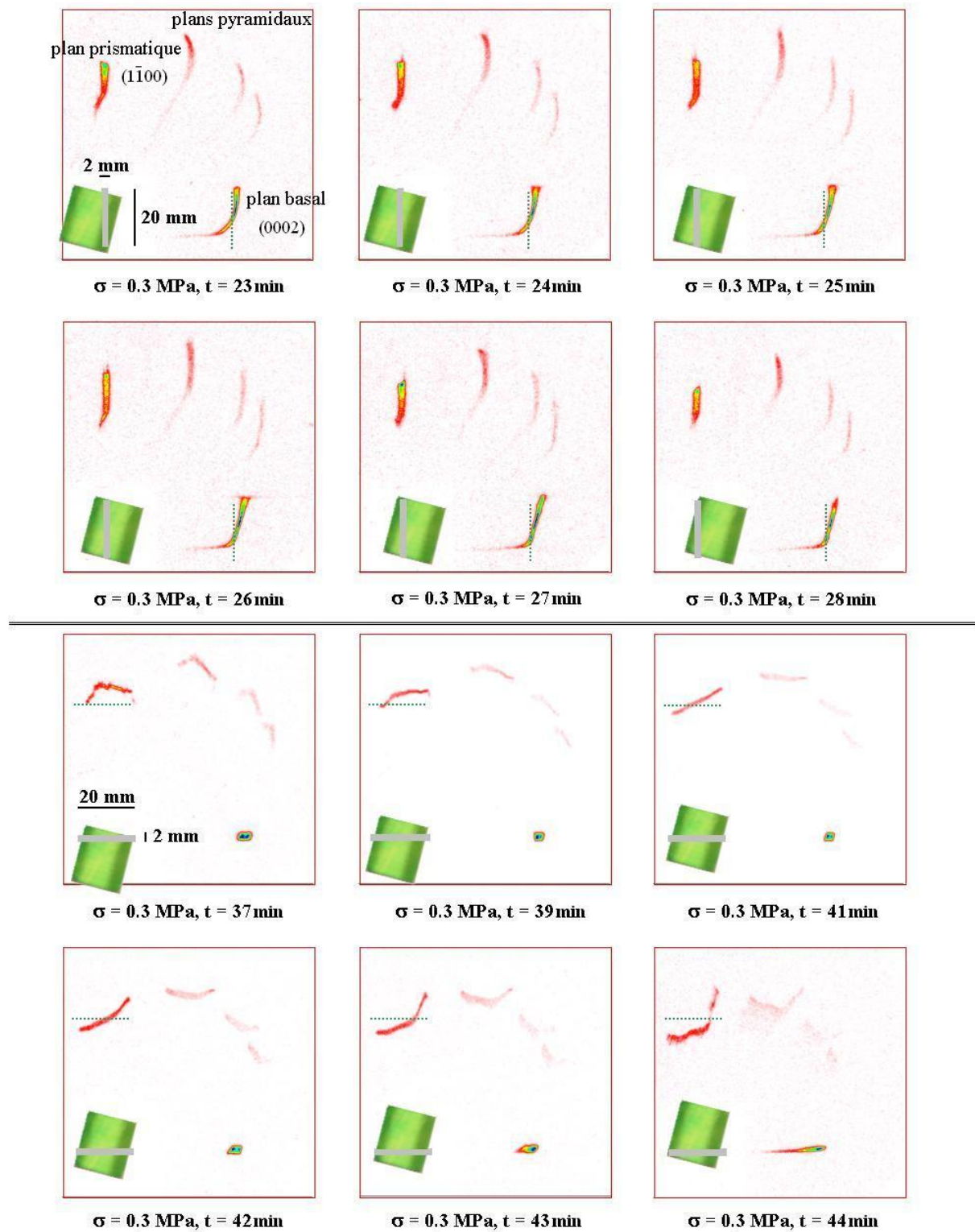


FIG. IV.6 – Etude de l'état du monocristal M75-2(α) à l'aide de fentes de 2 mm. Les six clichés du haut sont réalisés avec une fente verticale ; les six clichés du bas sont faits avec fente horizontale. Une photographie du cristal est superposée au faisceau direct pour situer la position du faisceau.

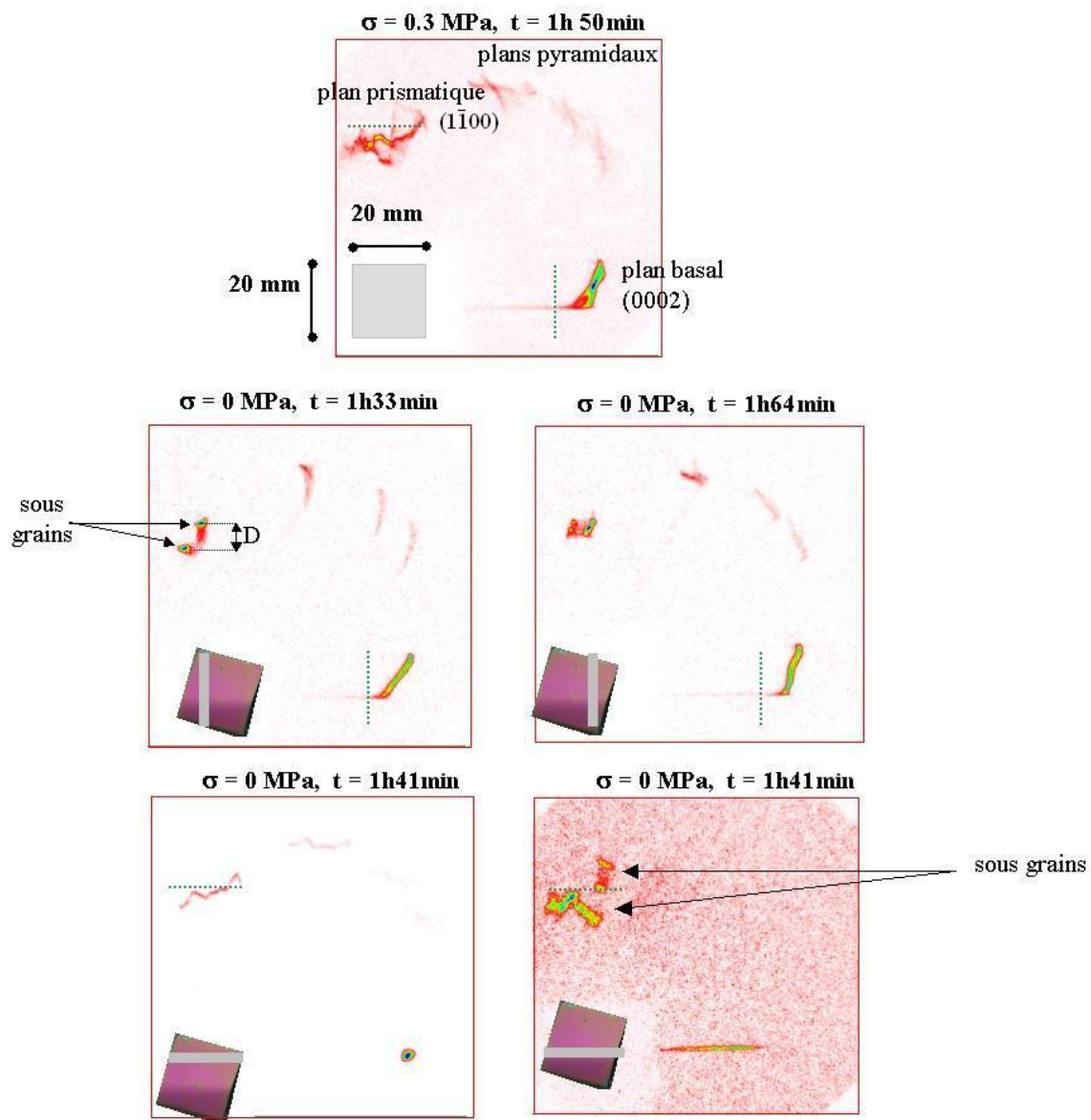


FIG. IV.7 – Observation du sous joint du monocristal $M75-2(\alpha)$.

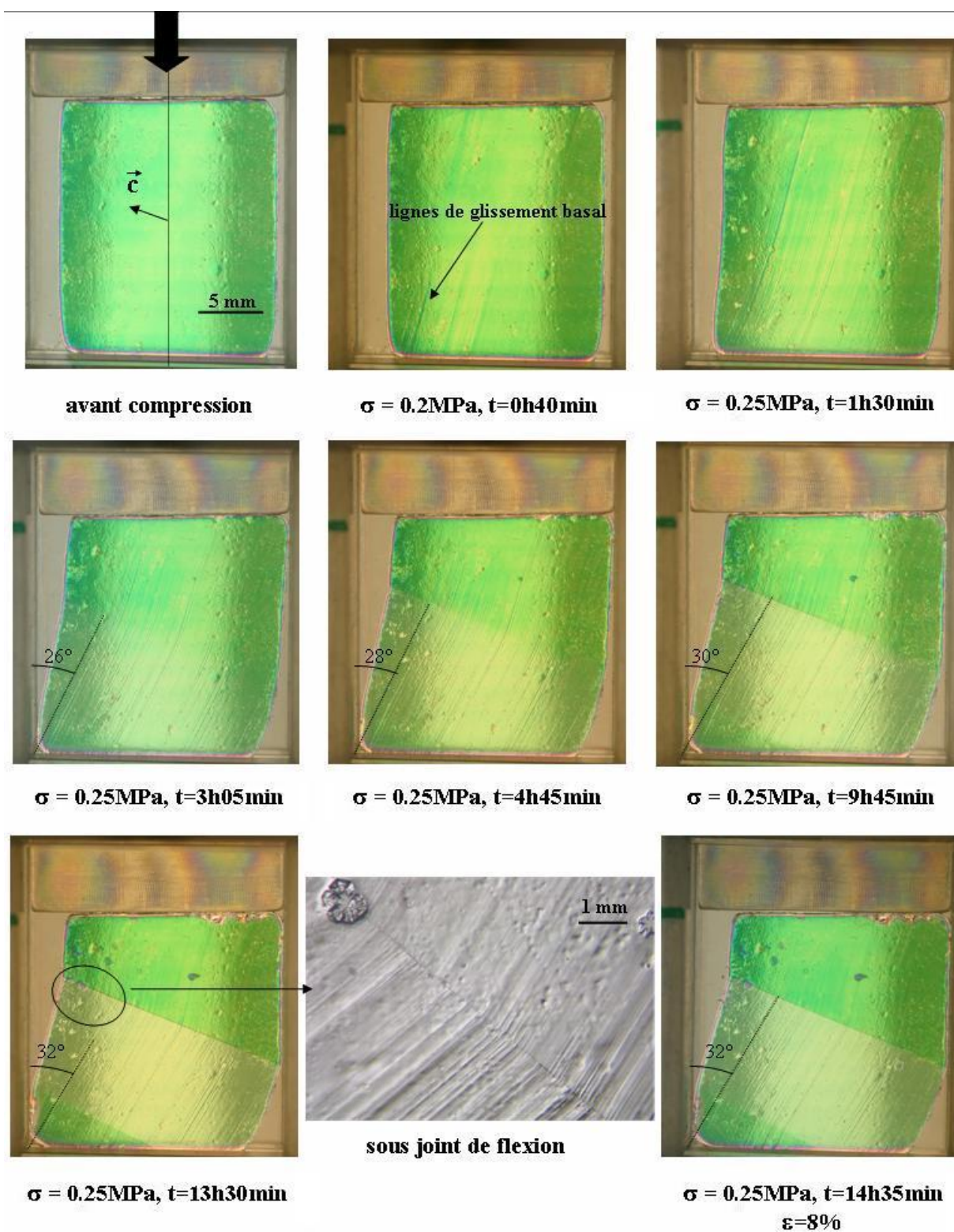


FIG. IV.8 – Suivi de la déformation du monocristal M75-2(α) en lumière polarisée. L'inclinaison des lignes de glissement basal du sous-grain inférieur est indiquée.

IV.1.3 Monocristaux $M15(\alpha)$ et $M15(\beta)$

Axe c à 15° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

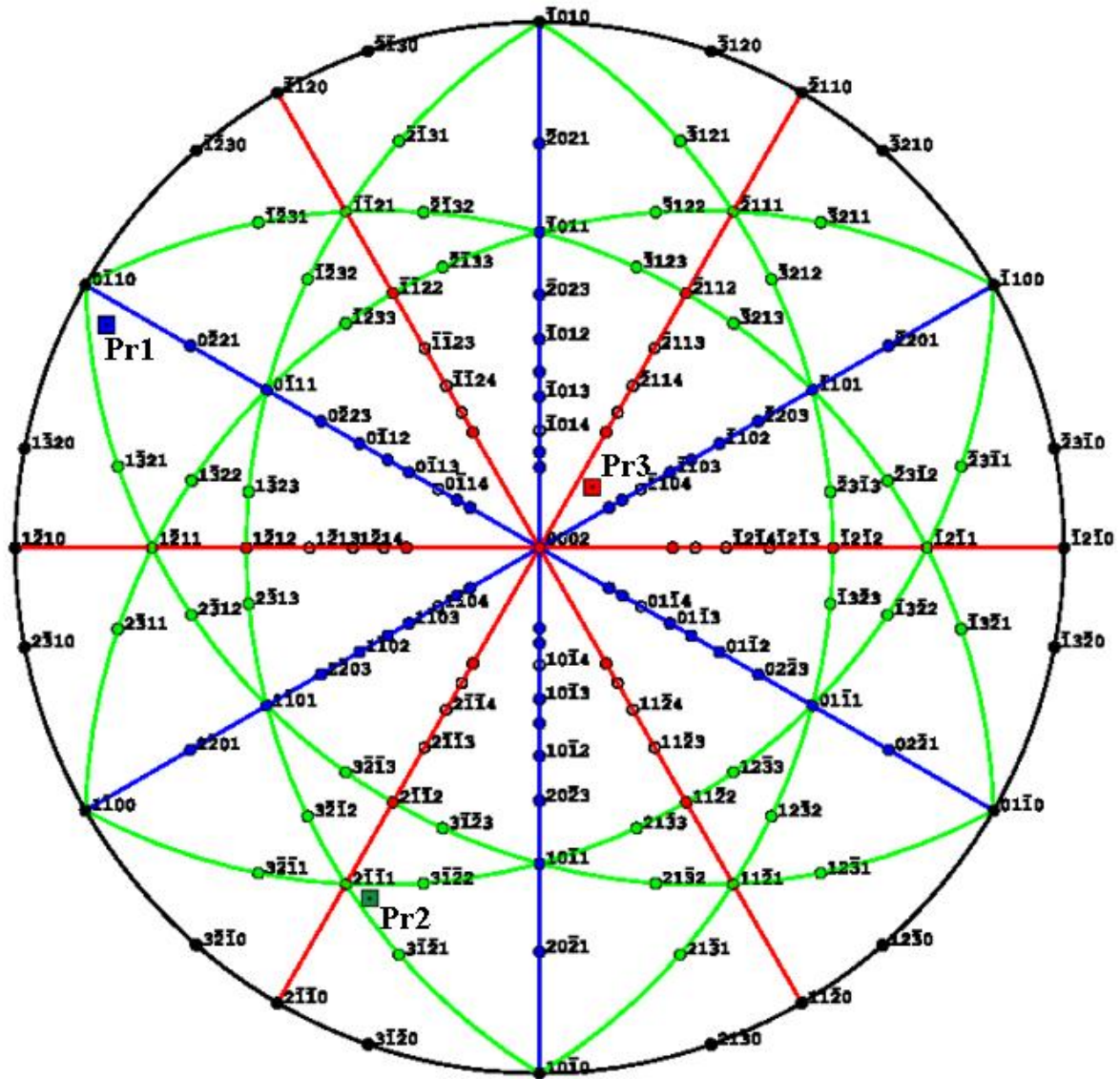


FIG. IV.9 – Figure de pôle pour $M15(\alpha)$. Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1).

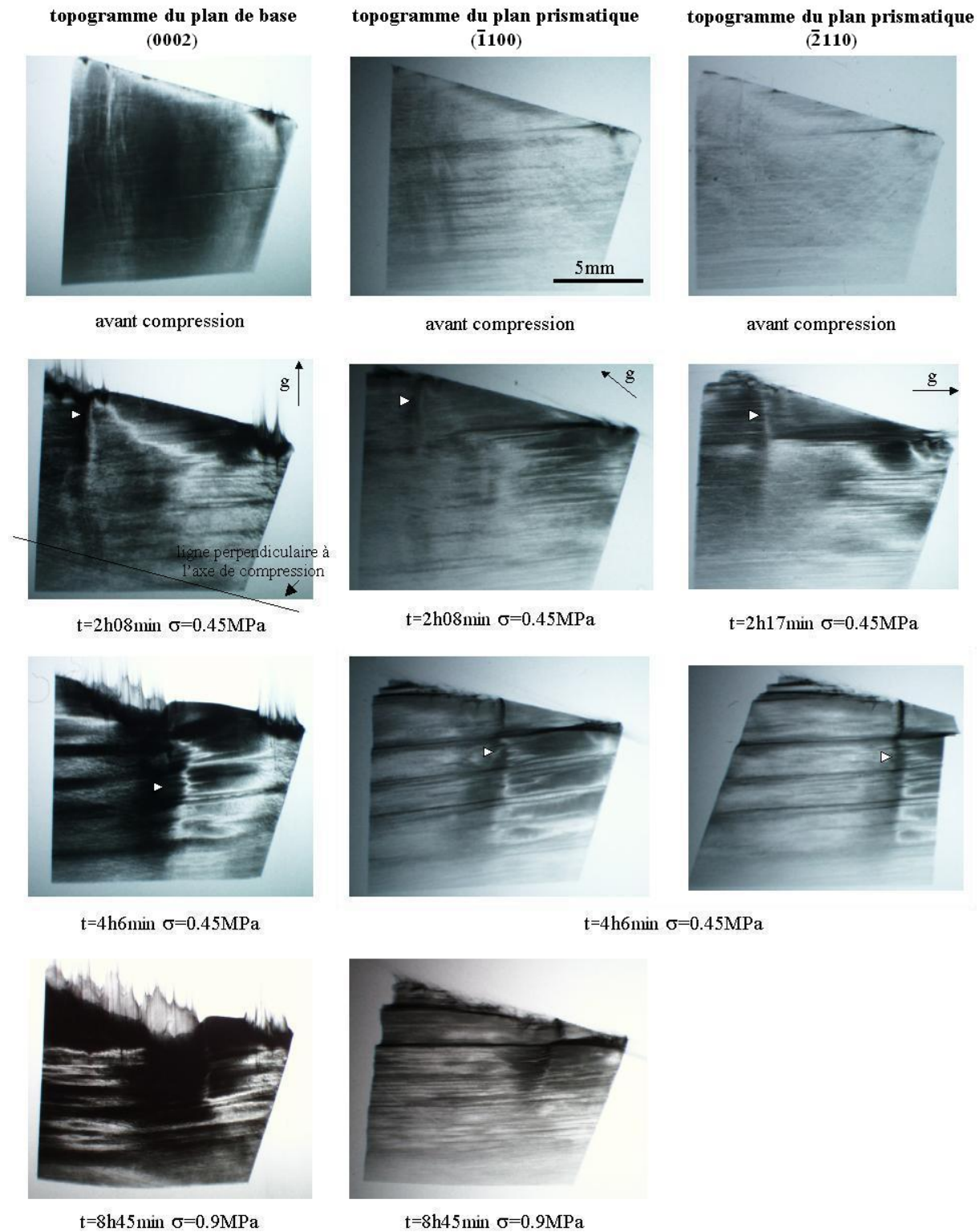


FIG. IV.10 – Evolution microstructurale du monocristal M15(α) observée en topographie X-synchrotron.

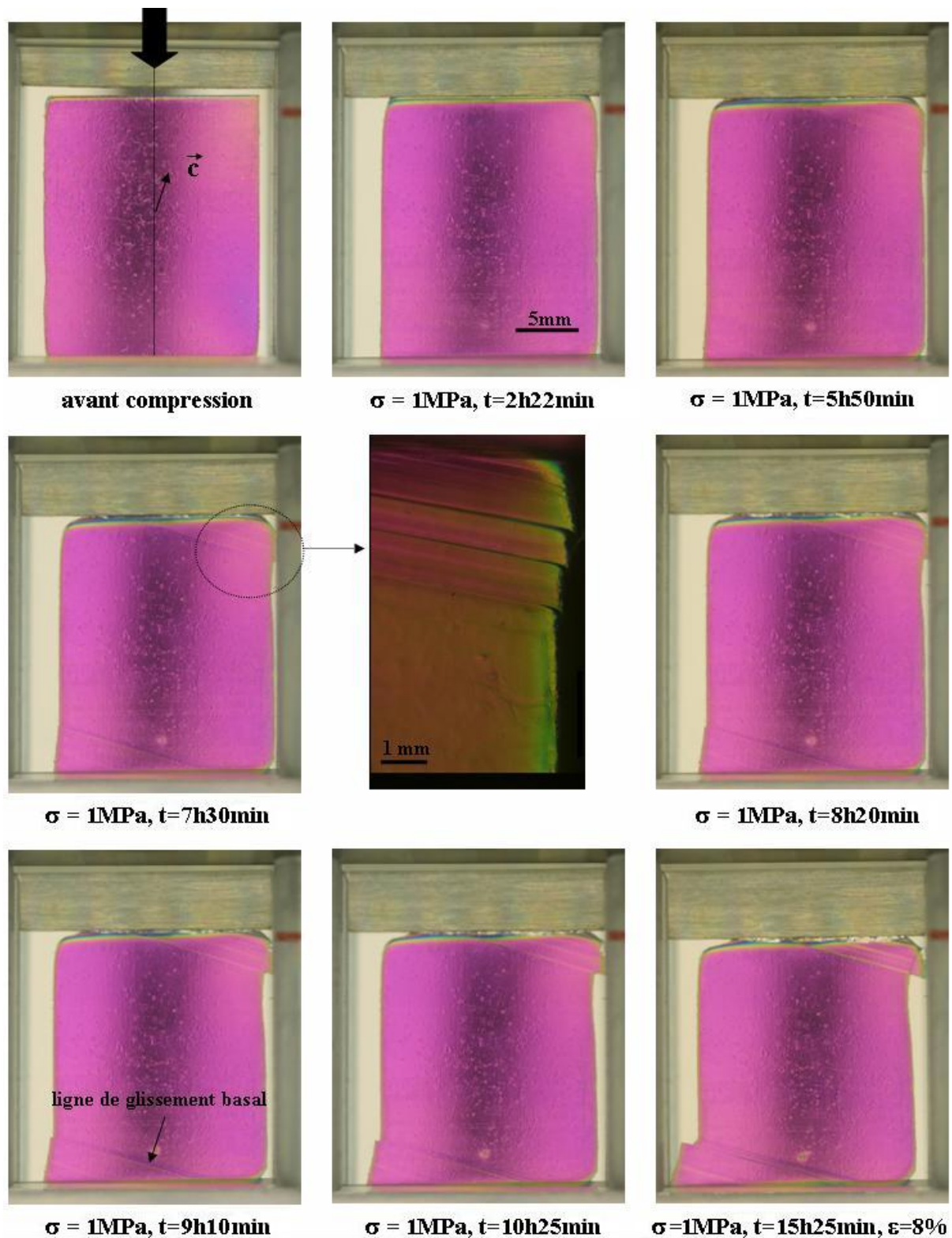


FIG. IV.11 – Suivi de la déformation du monocristal $M15(\beta)$ en lumière polarisée.

IV.2 Tricristaux

Dans cette partie sont regroupées les observations sur des tricristaux. Les trois grains sont notés A,B,C. A correspond au grain principal (le plus gros, en bas), B est le grain supérieur gauche et C le grain supérieur à droite (cf. Fig. IV.1). Le tableau ci-dessous donne les orientations des différents grains dans le repère de la presse {Pr1,Pr2,Pr3}.

Echantillon	Orientation de l'axe c	Orientation d'un axe a
T7(α) (A)	$c=(-0.010, 0.010, 0.99)$	$a=(-0.251, 0.96, -0.127)$
T7(α) (B)	$c=(0.321, -0.84, 0.437)$	$a=(0.946, 0.269, 0.199)$
T7(α) (C)	$c=(-0.427, -0.725, 0.541)$	$a=(0.766, 0.027, -0.188)$
angles des axes c : A-B : 71.45° B-C : 45° C-A : 49.5°		
angles des axes a : A-B : 30° B-C : 46° C-A : 38.3°		
T75-1(α) (A)	$c=(0.059, -0.968, 0.243)$	$a=(-0.227, -0.251, -0.941)$
T75-1(α) (B)	$c=(-0.216, 0.847, 0.486)$	$a=(-0.953, -0.074, -0.293)$
T75-1(α) (C)	$c=(0.510, 0.395, 0.765)$	$a=(-0.847, 0.078, 0.525)$
angles des axes c : A-B : 45° B-C : 55° C-A : 95.5°		
angles des axes a : A-B : 0° B-C : 50° C-A : 11.2°		
T75-2(α) (A)	$c=(0.166, -0.974, 0.153)$	$a=(-0.1, -0.156, -0.988)$
T75-2(α) (B)	$c=(0.192, -0.959, 0.206)$	$a=(-0.013, -0.208, -0.978)$
T75-2(α) (C)	$c=(-0.678, -0.667, -0.309)$	$a=(0.242, 0.195, -0.951)$
angles des axes c : A-B : 3.5° B-C : 63.5° C-A : 60.6°		
angles des axes a : A-B : 3.2° B-C : 26.8° C-A : 25°		
T18(α) (A)	$c=(0.552, 0.199, 0.81)$	$a=(-0.288, 0.957, -0.039)$
T18(α) (B)	$c=(-0.383, 0.363, 0.850)$	$a=(-0.083, 0.902, -0.423)$
T18(α) (C)	$c=(0.267, 0.246, 0.932)$	$a=(-0.199, 0.960, -0.196)$
angles des axes c : A-B : 56.7° B-C : 38.9° C-A : 19.8°		
angles des axes a : A-B : 25.4° B-C : 15° C-A : 10.4°		

Les tableaux ci dessous indiquent les temps de chargement t (notation “heures.minutes”) et la contrainte de compression appliquée σ (MPa) pour chaque essai de compression effectué sur un tricristal.

Echantillon T7(α) en Topographie X-synchrotron					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.15	1h03	0.18	3h19	0.24
0h05	0.00	1h05	0.00	3h23	0.00
0h08	0.15	1h09	0.18	3h27	0.24
0h10	0.00	1h13	0.00	3h30	0.00
0h13	0.15	1h28	0.21	3h35	0.24
0h17	0.00	2h32	0.00	3h42	0.00
0h22	0.15	2h35	0.21	4h05	0.27
0h25	0.00	2h38	0.00	4h11	0.00
0h38	0.18	2h42	0.21	4h14	0.27
0h46	0.00	2h46	0.00	4h20	0.00
0h49	0.18	2h53	0.21	4h32	0.27
0h53	0.00	2h56	0.00	4h37	0.00
0h56	0.18	3h01	0.21	4h42	0.30
0h59	0.00	3h03	0.00	4h49	0.00
Echantillon T75-1(α) en Topographie X-synchrotron					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.18	0h45	0.30	2h27	0.48
0h03	0.00	1h48	0.36	2h50	0.00
0h04	0.18	2h21	0.48	3h01	0.48
0h24	0.24	2h24	0.00	3h47	0.00
Echantillon T75-1(β) en RX durs refocalisés					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.18	1h13	0.42	3h27	0.54
0h05	0.24	1h38	0.48	3h39	0.60
0h16	0.30	2h07	0.00	6h37	0.00
0h37	0.36	2h57	0.48		
Echantillon T75-2(α) en Topographie X-synchrotron					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.06	1h04	0.12	1h20	0.00
Echantillon T75-2(β) en RX durs refocalisés					
t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)	t (h.min)	σ (MPa)
0h00	0.06	0h08	0.18	0h16	0.30
0h04	0.12	0h12	0.24	1h18	0.00

IV.2.1 Tricristal T7(α)

Axe c du grain A à 7° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

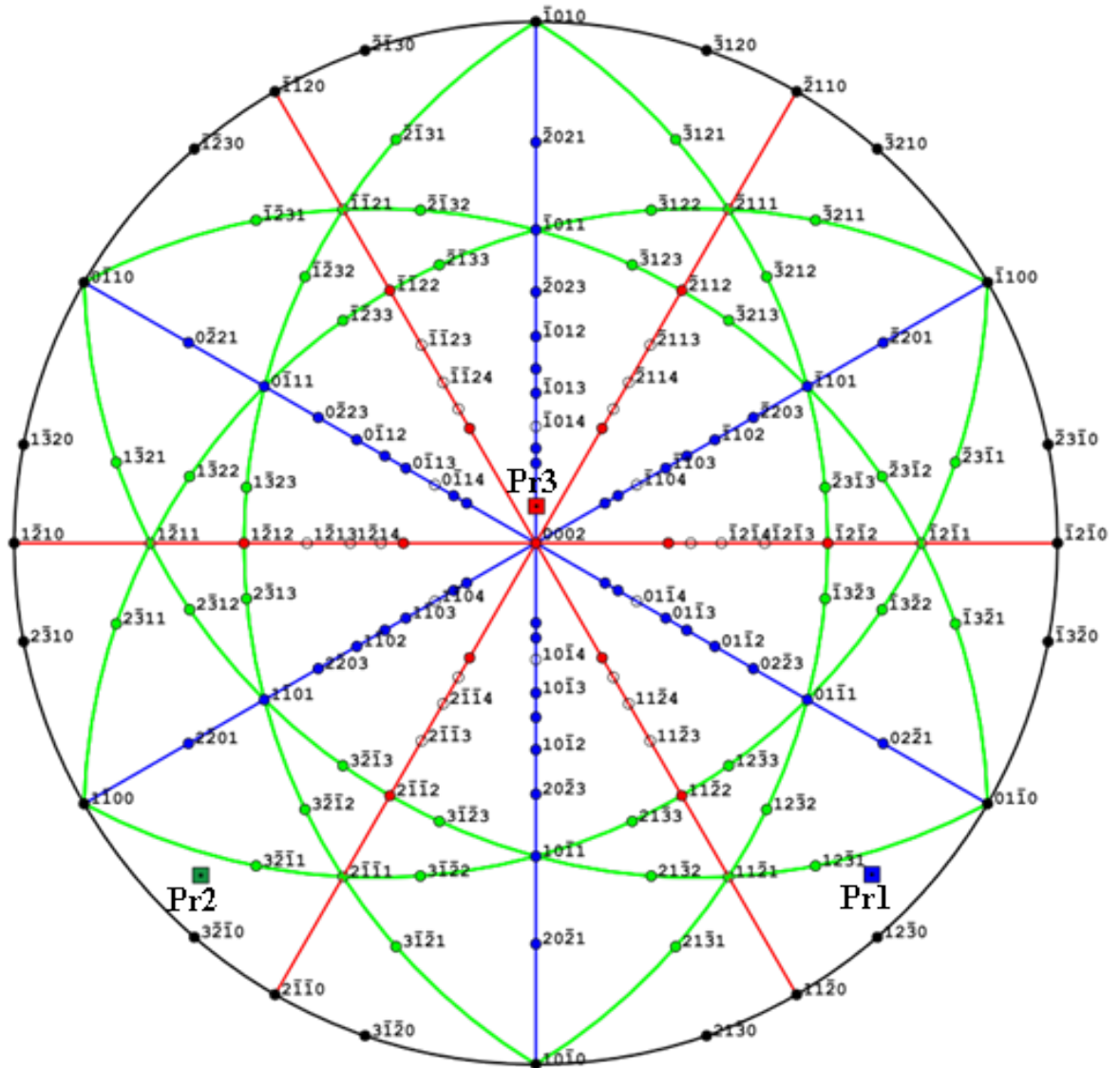


FIG. IV.12 – Figure de pôle pour T7(α) grain A. Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1). (Les grains B et C n'ont pas pu être orientés correctement.)

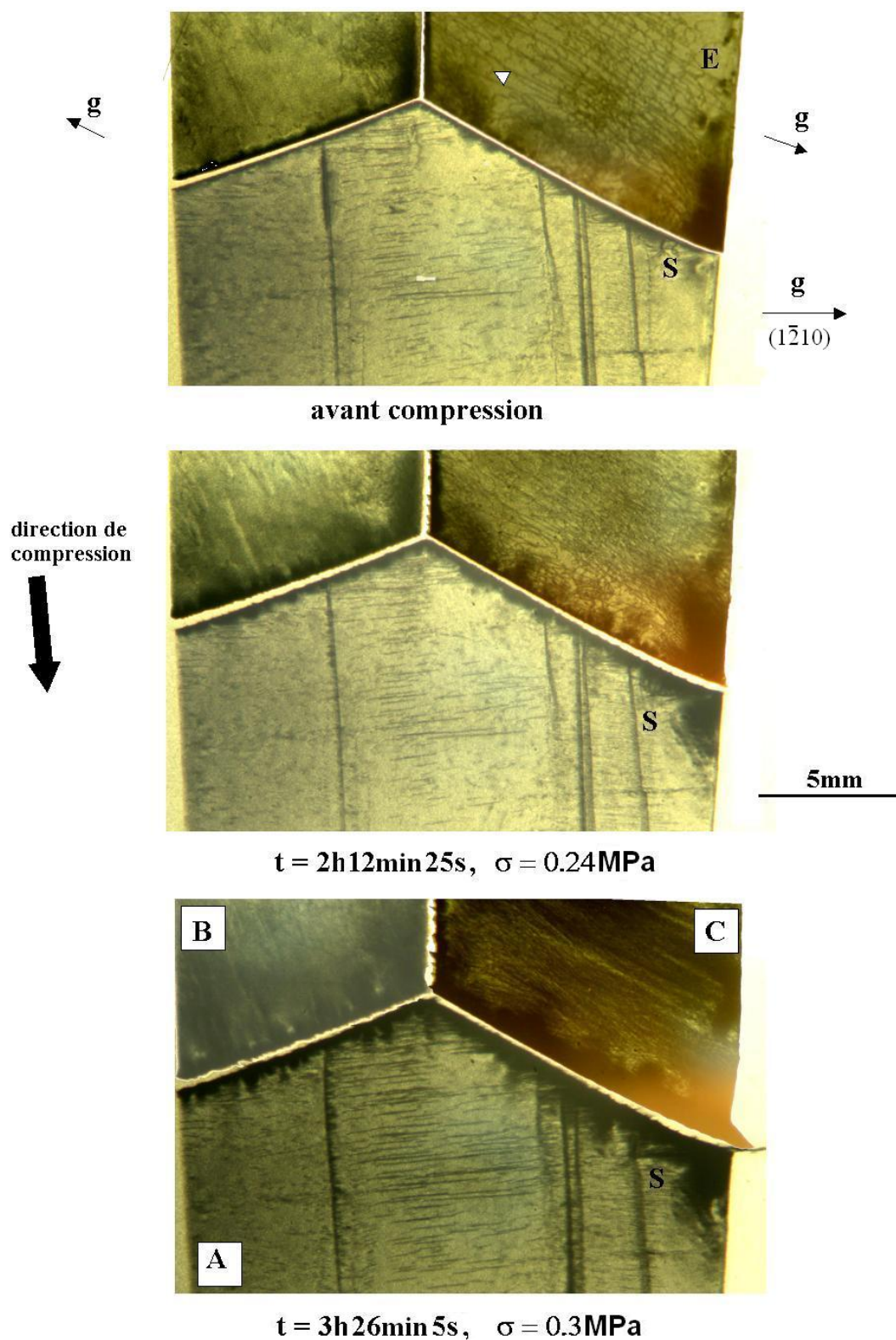


FIG. IV.13 – Compression *in-situ* du tricristal T7(α). Pour plus de clarté, seul le topogramme du plan prismatique $(\bar{1}210)$ est montré pour le grain A, ainsi que $(\bar{1}3\bar{2}2)$ pour le grain C ; le plan cristallographique du grain B n'a pas pu être déterminé. La direction du vecteur de diffraction g est connue pour les trois grains.

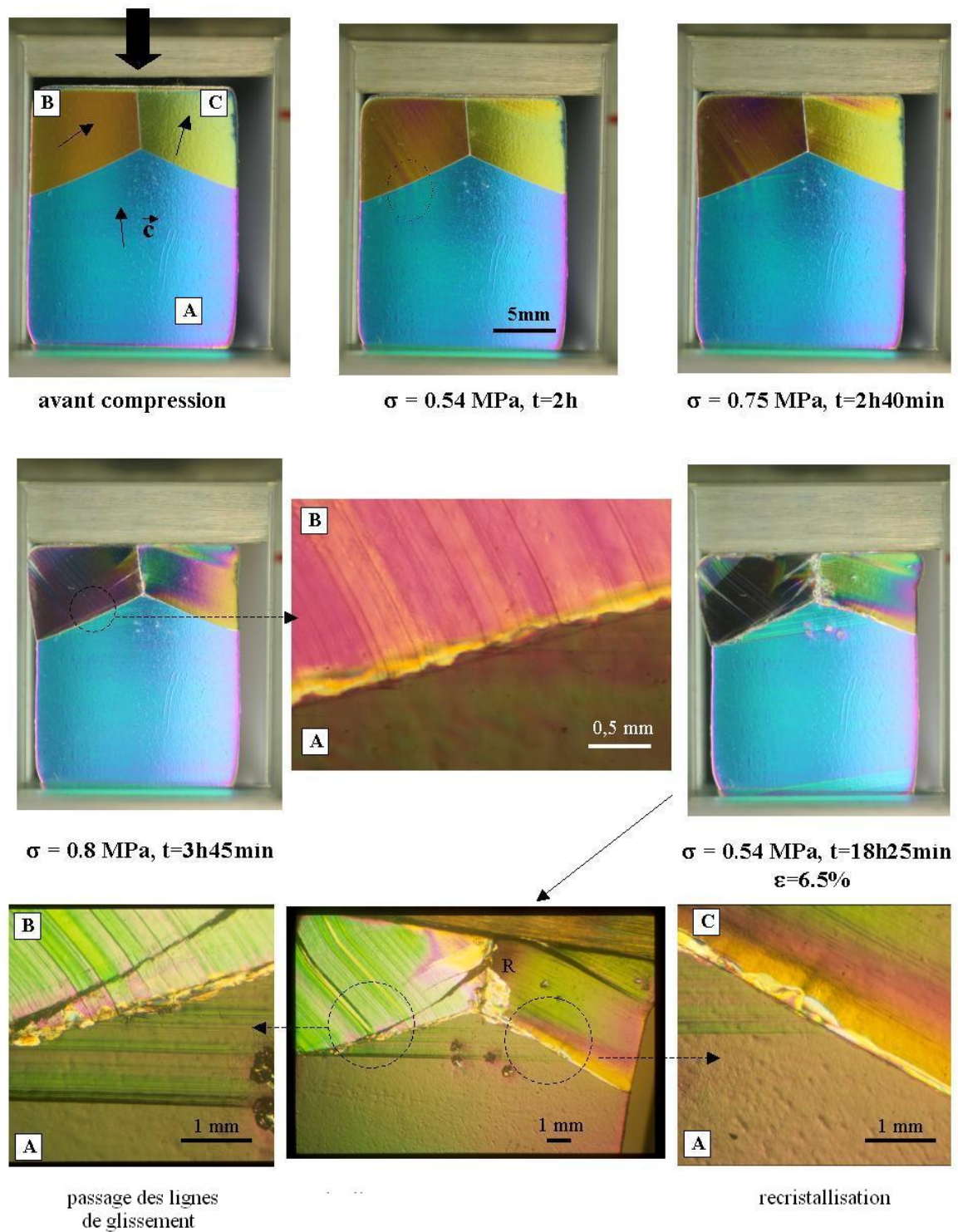


FIG. IV.14 – Suivi de la déformation du tricristal T7(α) en lumière polarisée.

IV.2.2 Tricristaux T75-1(α), T75-1(β) et T75-1(γ)

Axe c du grain A à 75° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

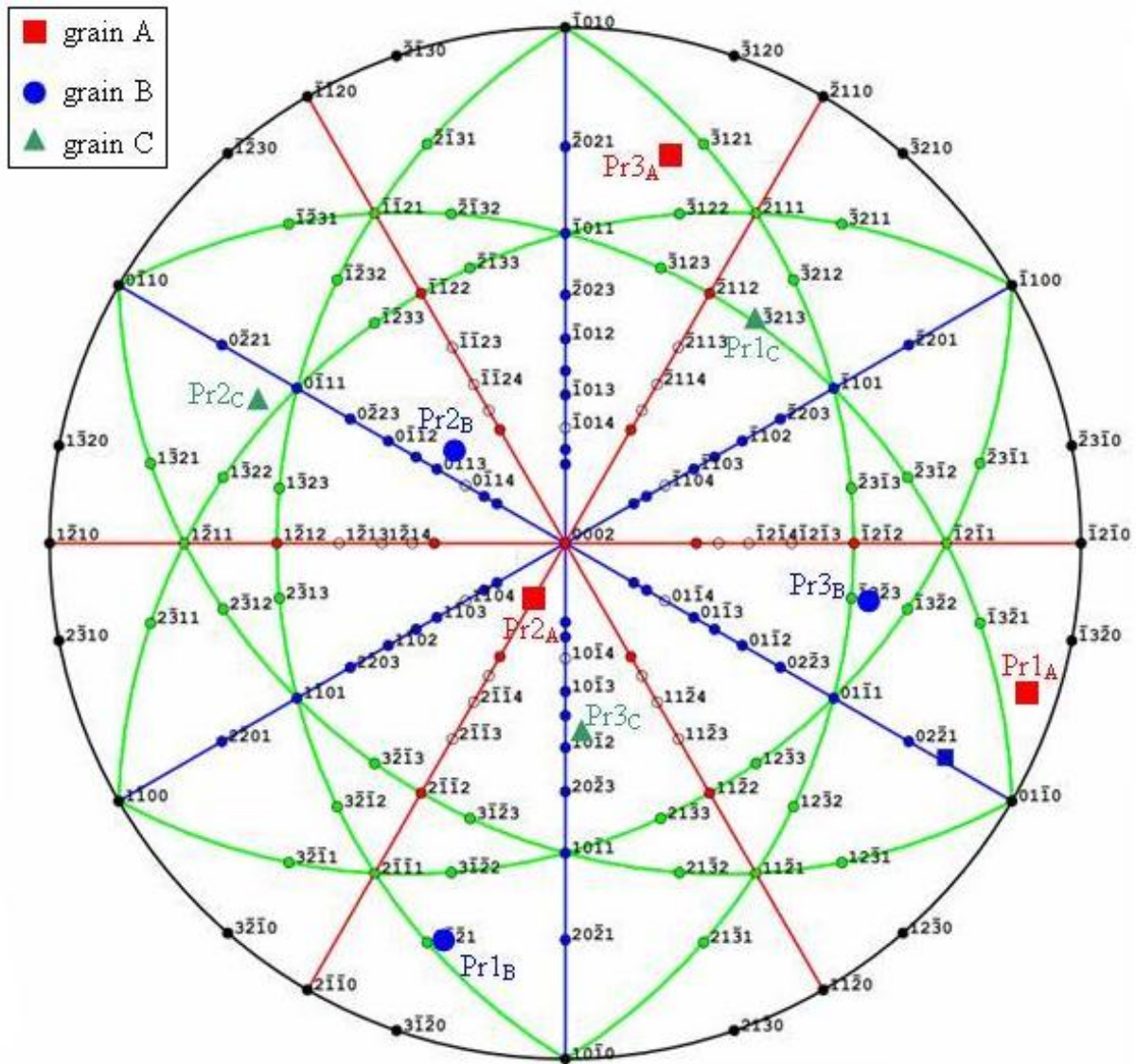


FIG. IV.15 – Figure de pôle pour T75-1(α). Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1) dans les repères respectifs des trois grains A,B,C.

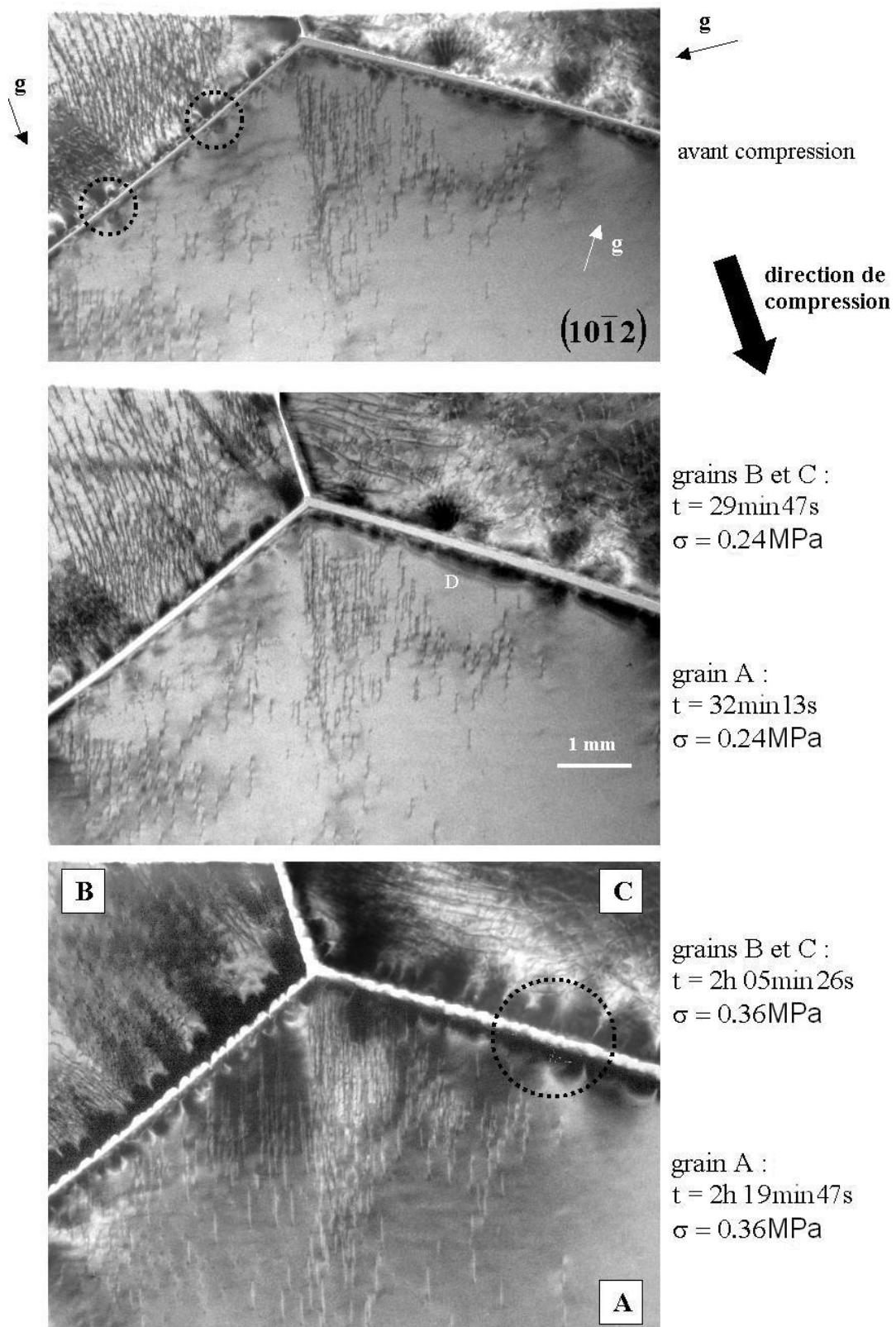


FIG. IV.16 – Evolution des topogrammes de plans pyramidaux des 3 grains du tricristal T75-1(α). Seul le topogramme du plan pyramidal $(10\bar{1}2)$ est montré pour le grain A ; les plans cristallographiques des grains B et C n'ont pas pu être déterminés. La direction du vecteur de diffraction \mathbf{g} est connue pour les trois grains.



FIG. IV.17 – Evolution microstructurale du grain A du tricristal T75-1(β) observée en X-durs re-focalisés. Cliché de diffraction à 3 taches permettant l'observation des plans d'axe de zone $[10\bar{1}0]$. FH et FV indiquent la mise en place de fentes horizontale/verticale ; les 6 clichés correspondants sont en partie basse de la figure.

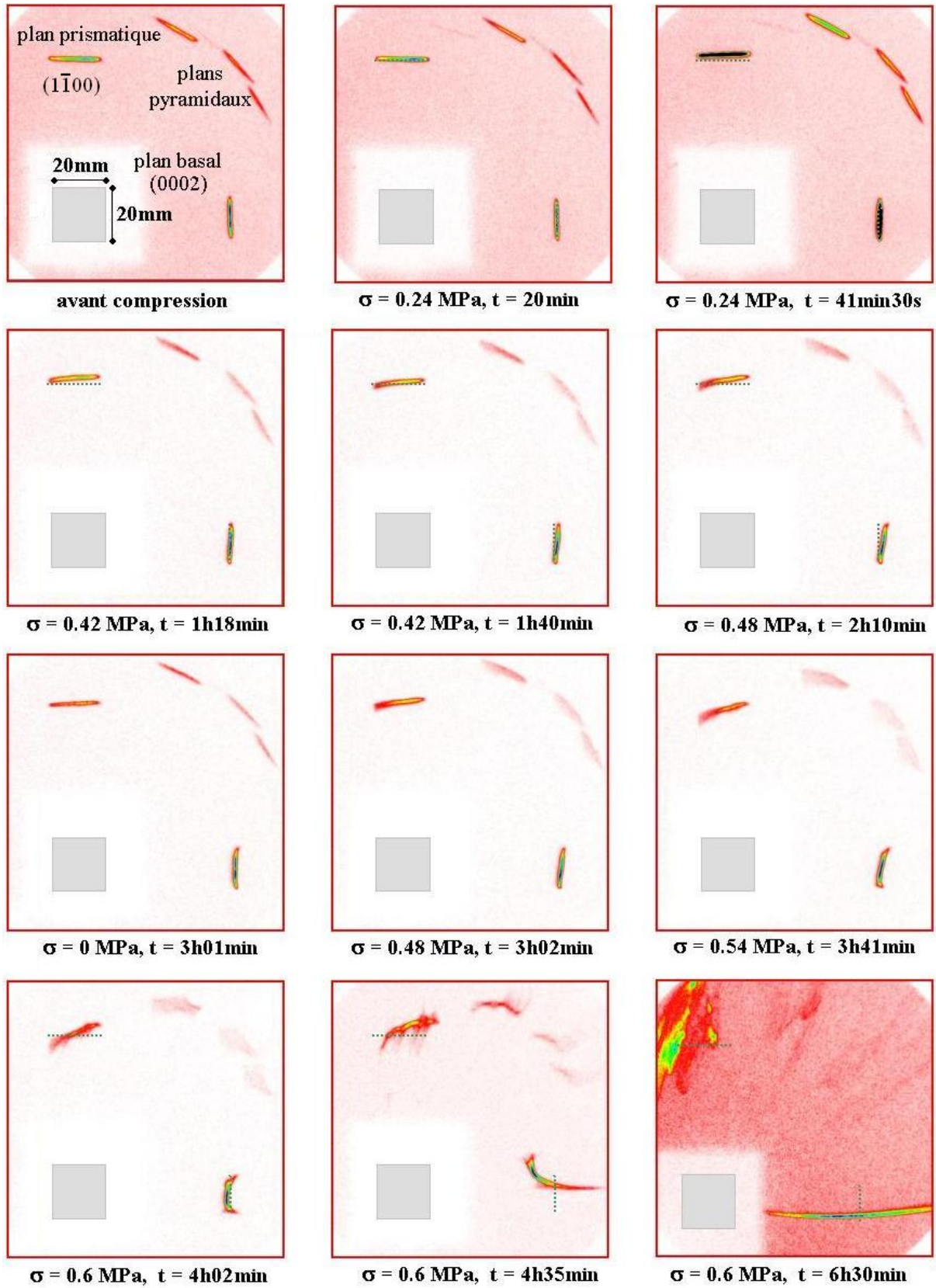


FIG. IV.18 – Evolution microstructurale du grain A du tricristal T75-1(β) observée en X-durs refocalisés. Cliché de diffraction à 5 taches permettant l'observation des plans d'axe de zone $[11\bar{2}0]$. L'observation avec fentes pour cette configuration est présentée sur la Figure IV.19.

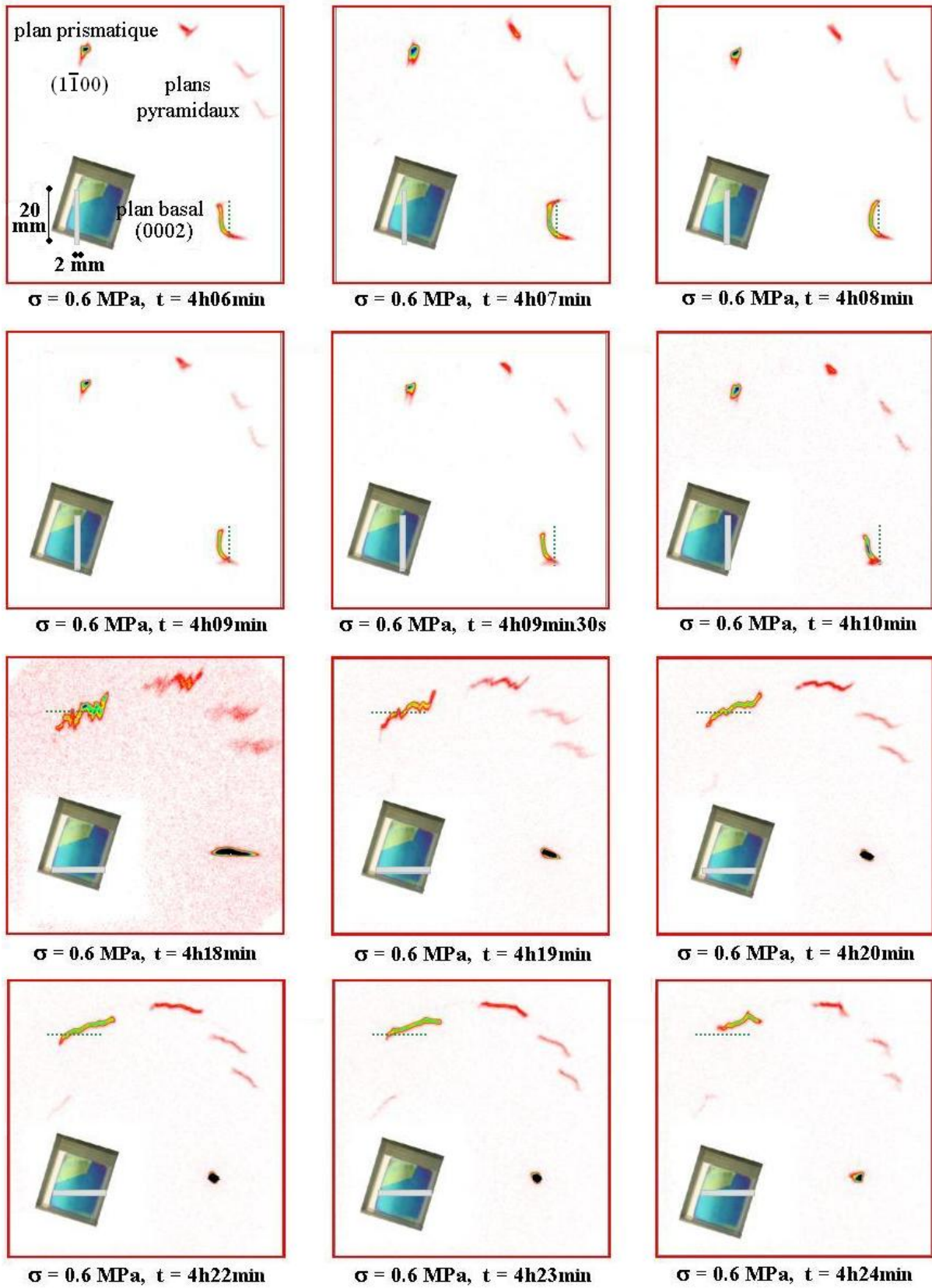


FIG. IV.19 – Evolution microstructurale du grain A du tricristal T75-1(β) observée en X-durs refocalisés. Cliché de diffraction à 5 taches observés avec fentes de 2mm permettant l'observation localisée des plans d'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

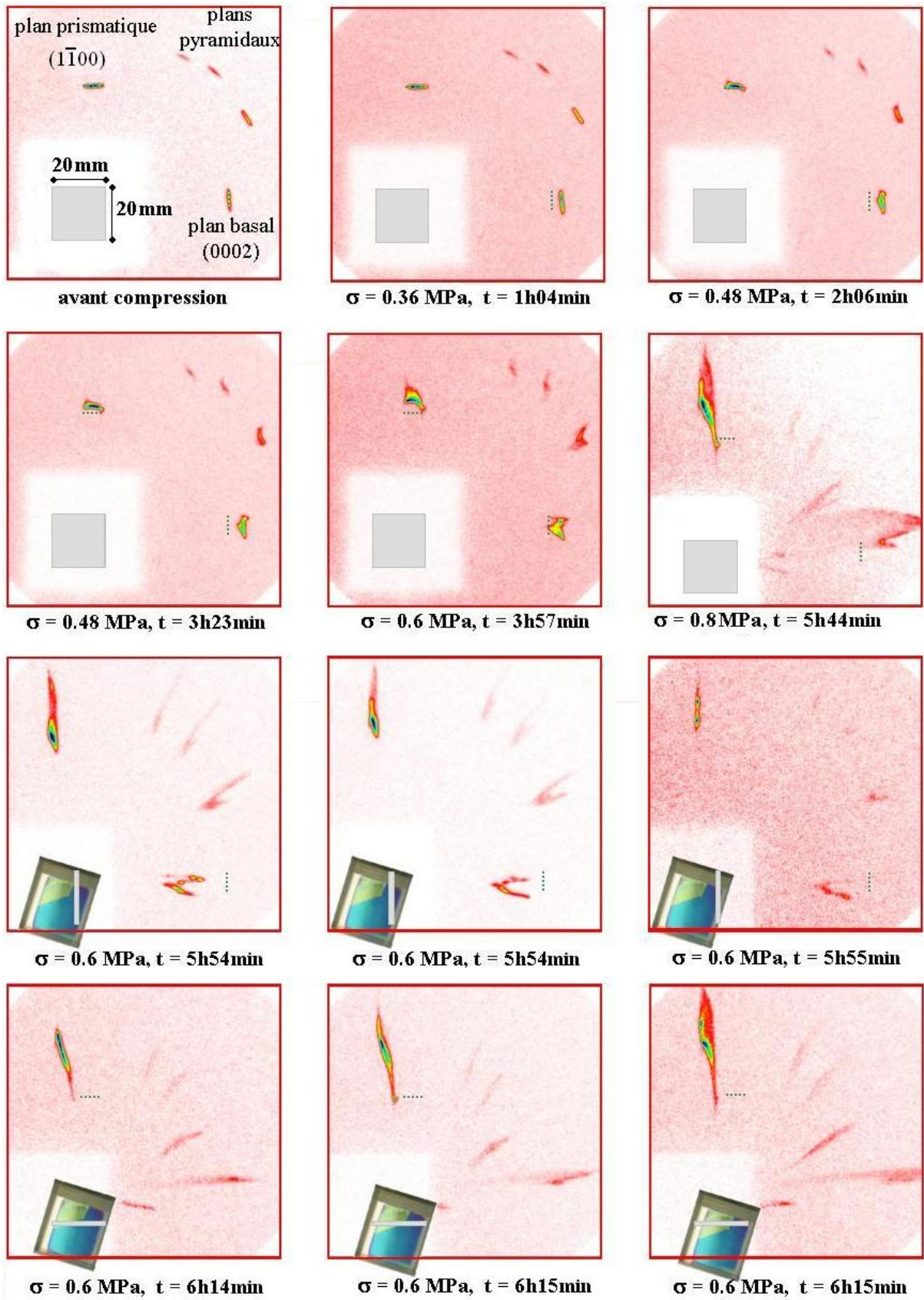


FIG. IV.20 – Evolution microstructurale du grain B du tricristal T75-1(β) observée en X-durs refocalisés. Cliché de diffraction à 5 taches permettant l'observation des plans d'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

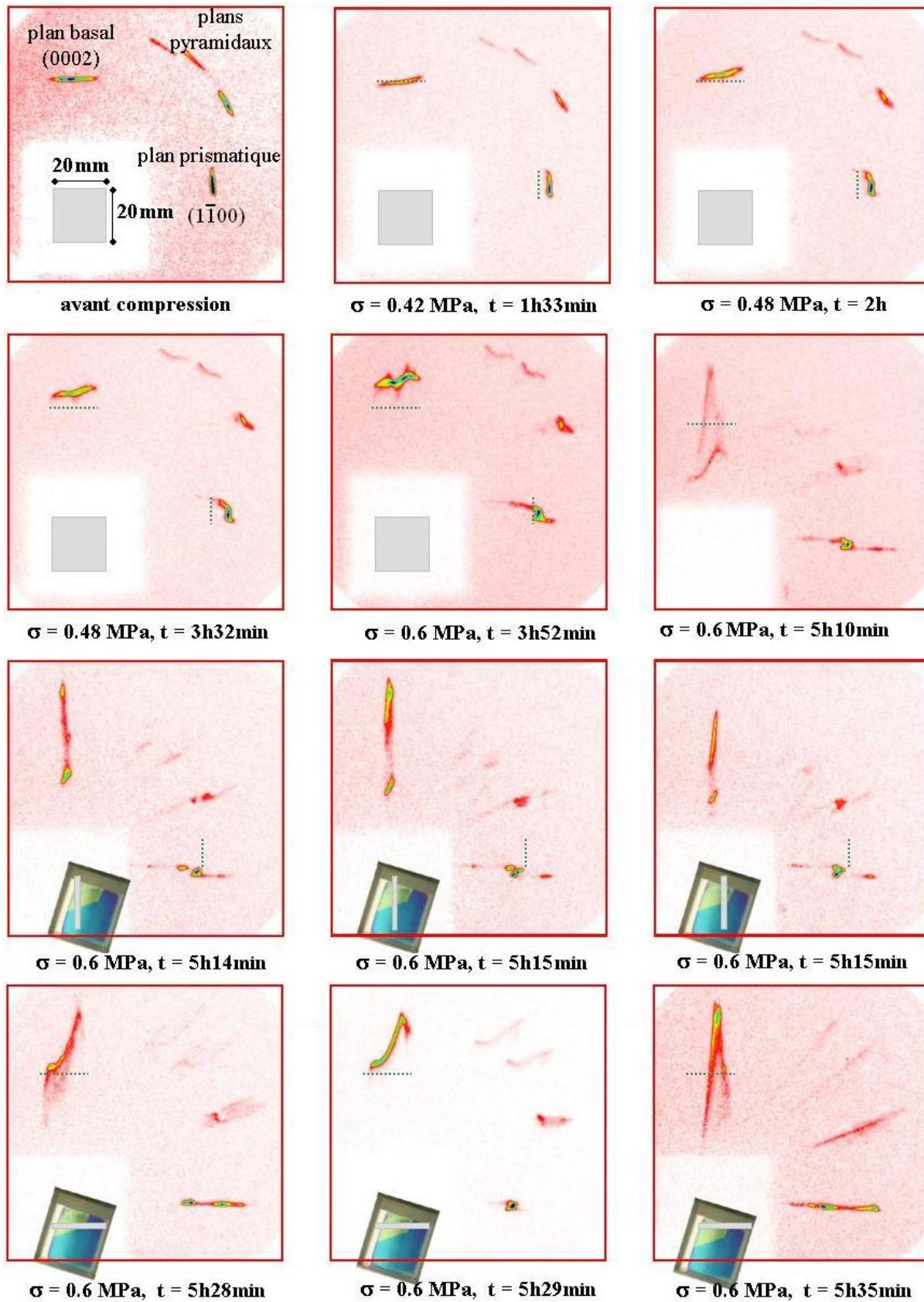


FIG. IV.21 – Evolution microstructurale du grain C du tricristal T75-1(β) observée en X-durs refocalisés. Cliché de diffraction à 5 taches permettant l'observation localisée des plans d'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

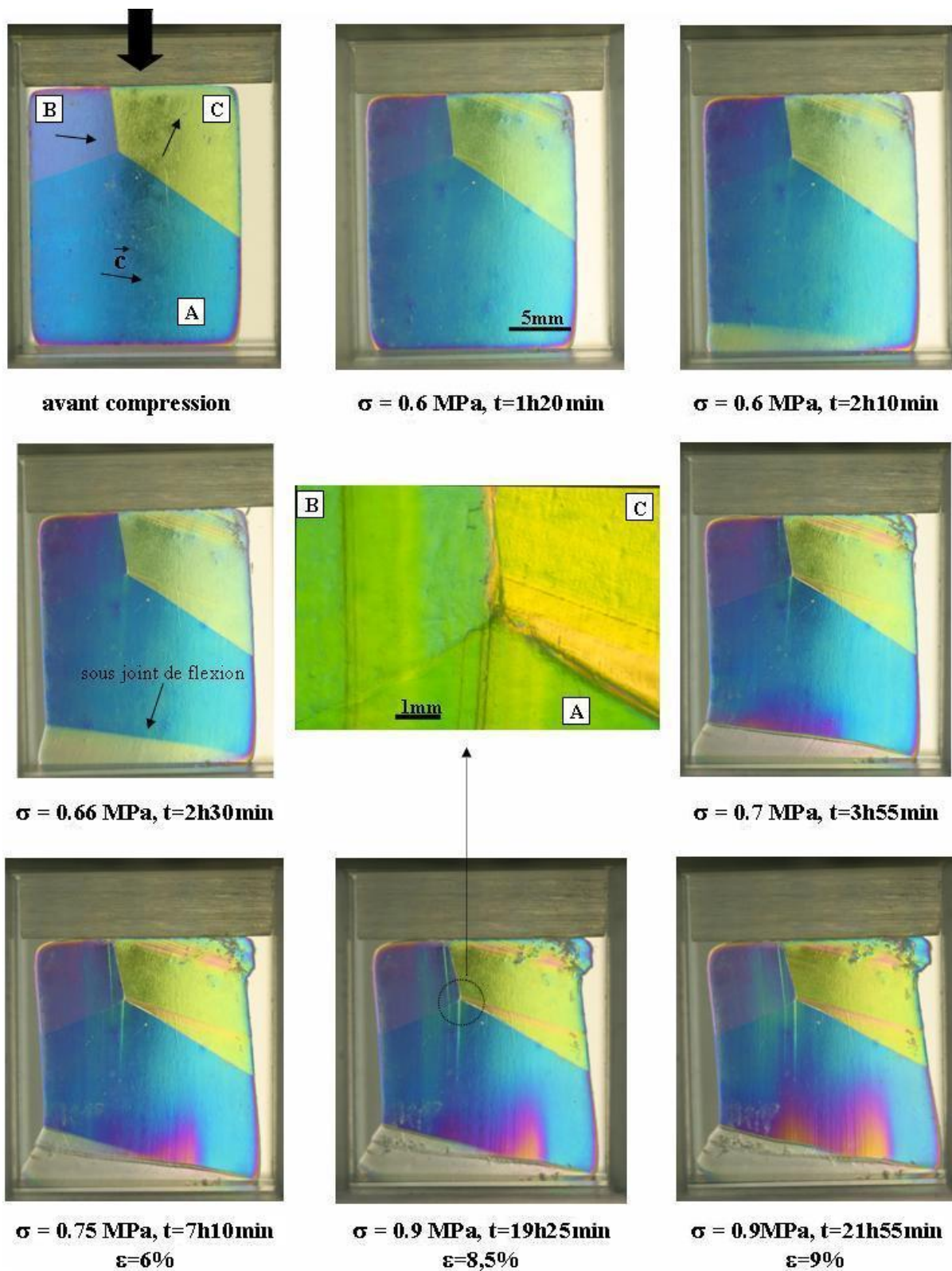


FIG. IV.22 – Suivi de la déformation du tricristal T75-1(γ) en lumière polarisée. Les grains A et C de T75-1(γ) et T75-1(α) ont respectivement les mêmes orientations ; en revanche les grains B ont des orientations sensiblement différentes.

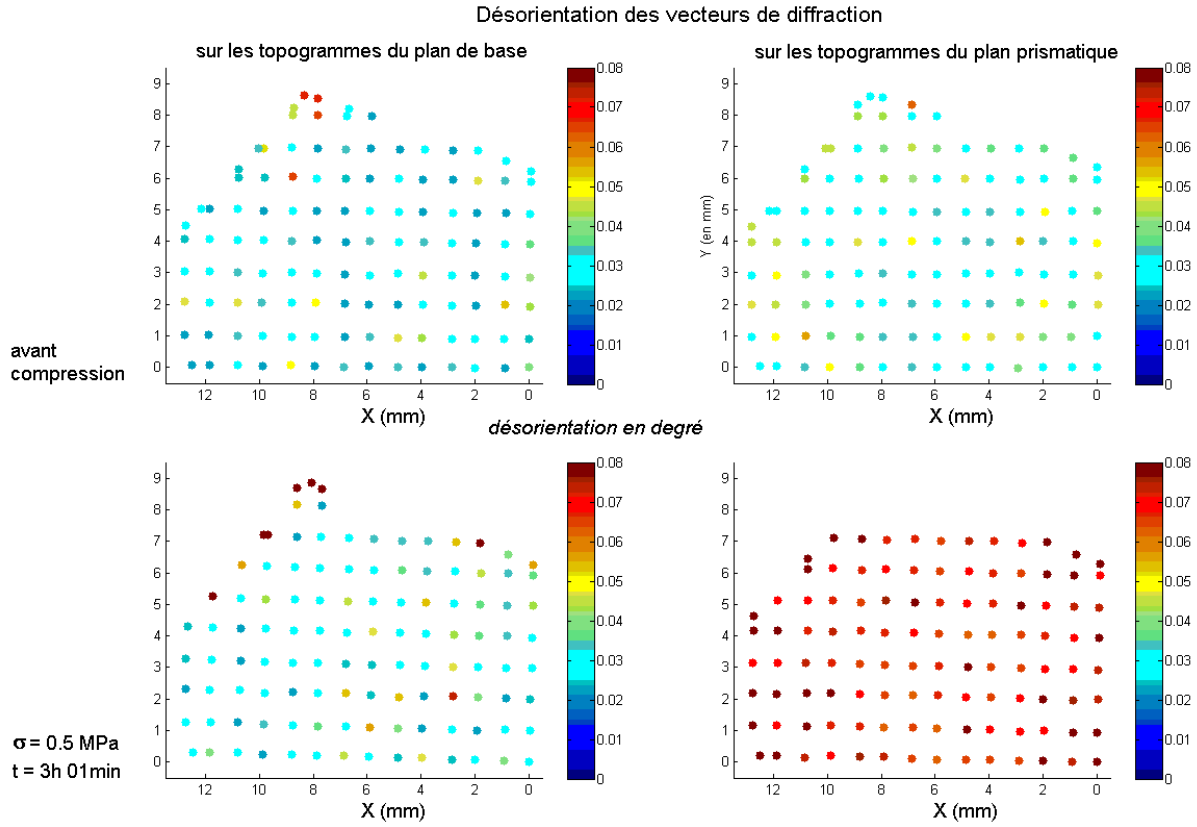


FIG. IV.23 – Evolution de la désorientation angulaire des vecteurs de diffraction \mathbf{g} du tricristal T75-1(α), avant et après déformation. Les diagrammes de la colonne de gauche représentent l'évolution observée sur les topogrammes du plan de base. Les diagrammes de la colonne de droite représentent l'évolution observée sur les topogrammes du plan prismatique.

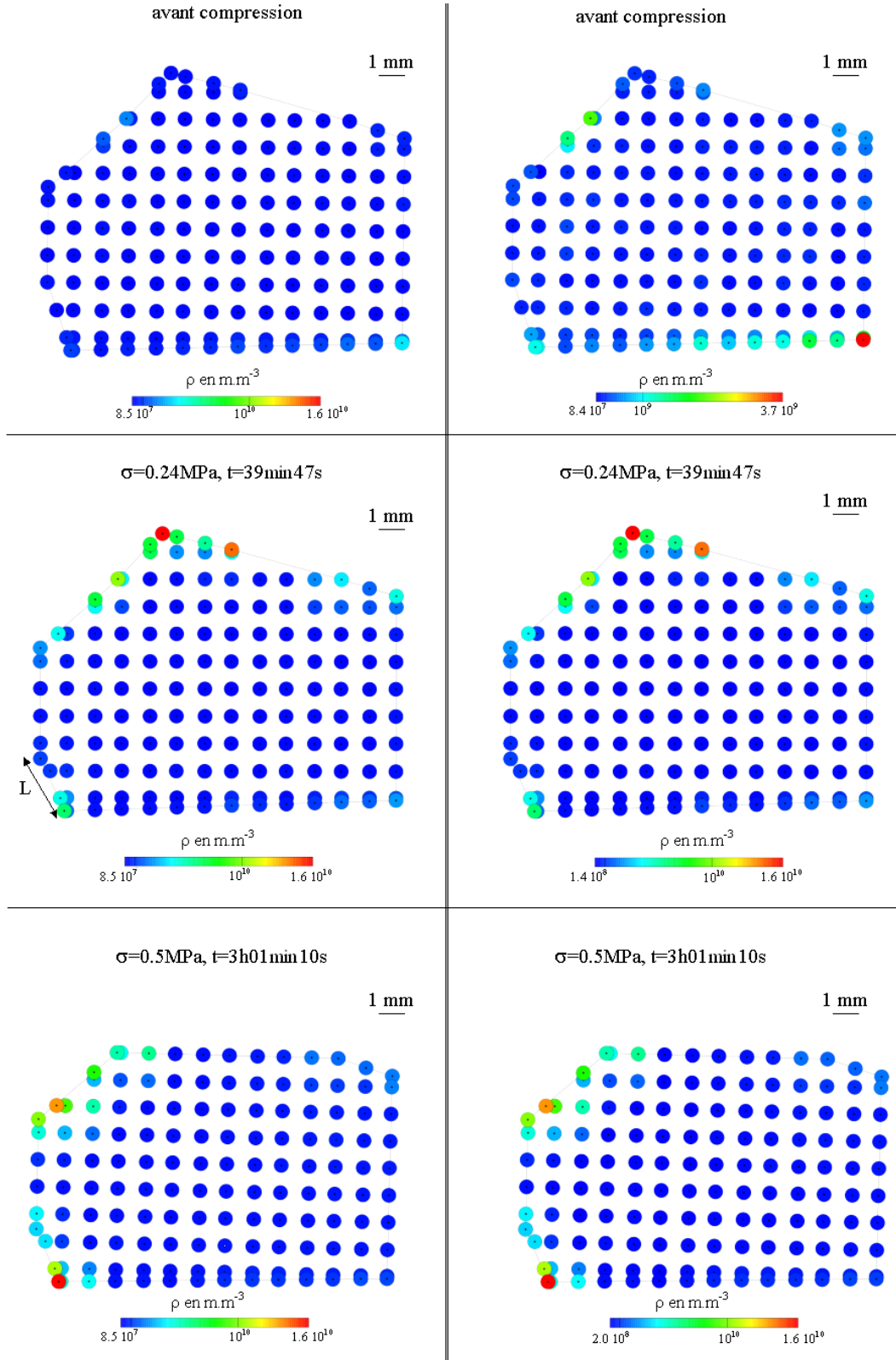


FIG. IV.24 – Evolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) calculée à partir des mesures de réticulographie (RX-synchrotron) du tricristal T75-1(α). Les 3 diagrammes de la colonne de gauche représentent l'évolution des GND avec un même code de couleur (comparables entre eux); les 3 diagrammes de la colonne de droite ont chacun leur propre code de couleur.

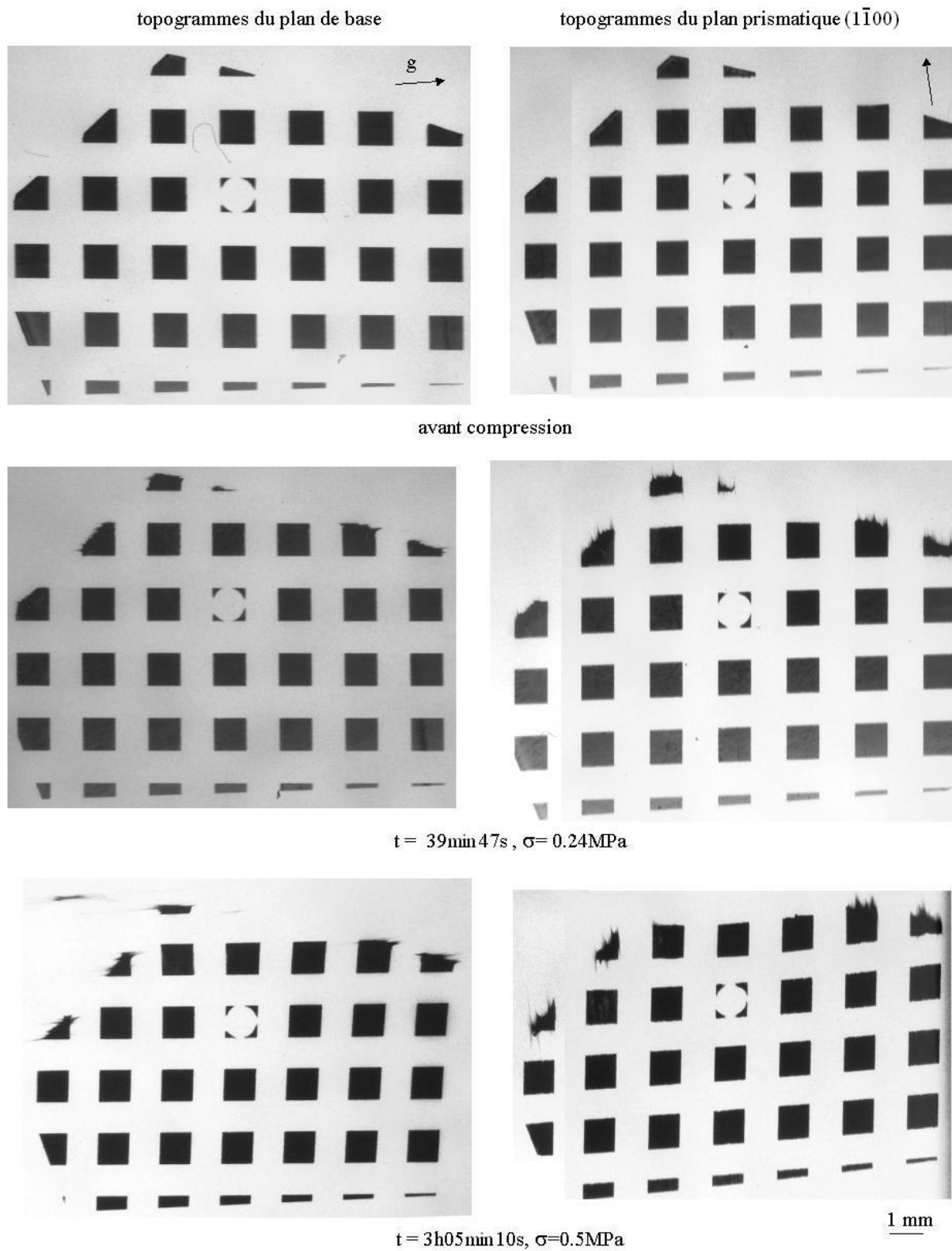


FIG. IV.25 – Topogrammes des plans basal et prismatique du grain A du tricristal T75-1(α) observés en réticulographie (RX-synchrotron).

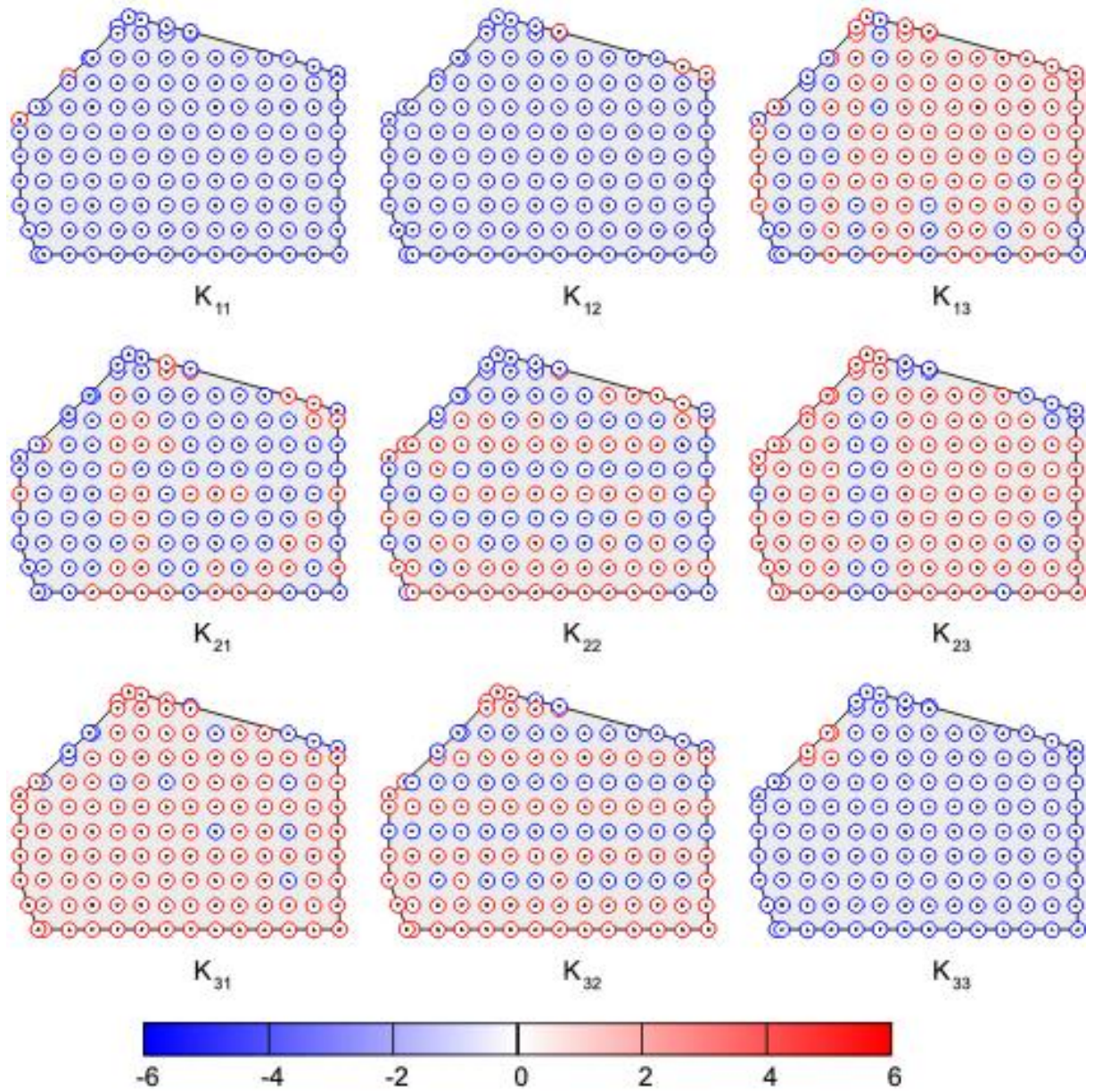


FIG. IV.26 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-1(\alpha)$, grain A, avant compression (échelle en m^{-1}).

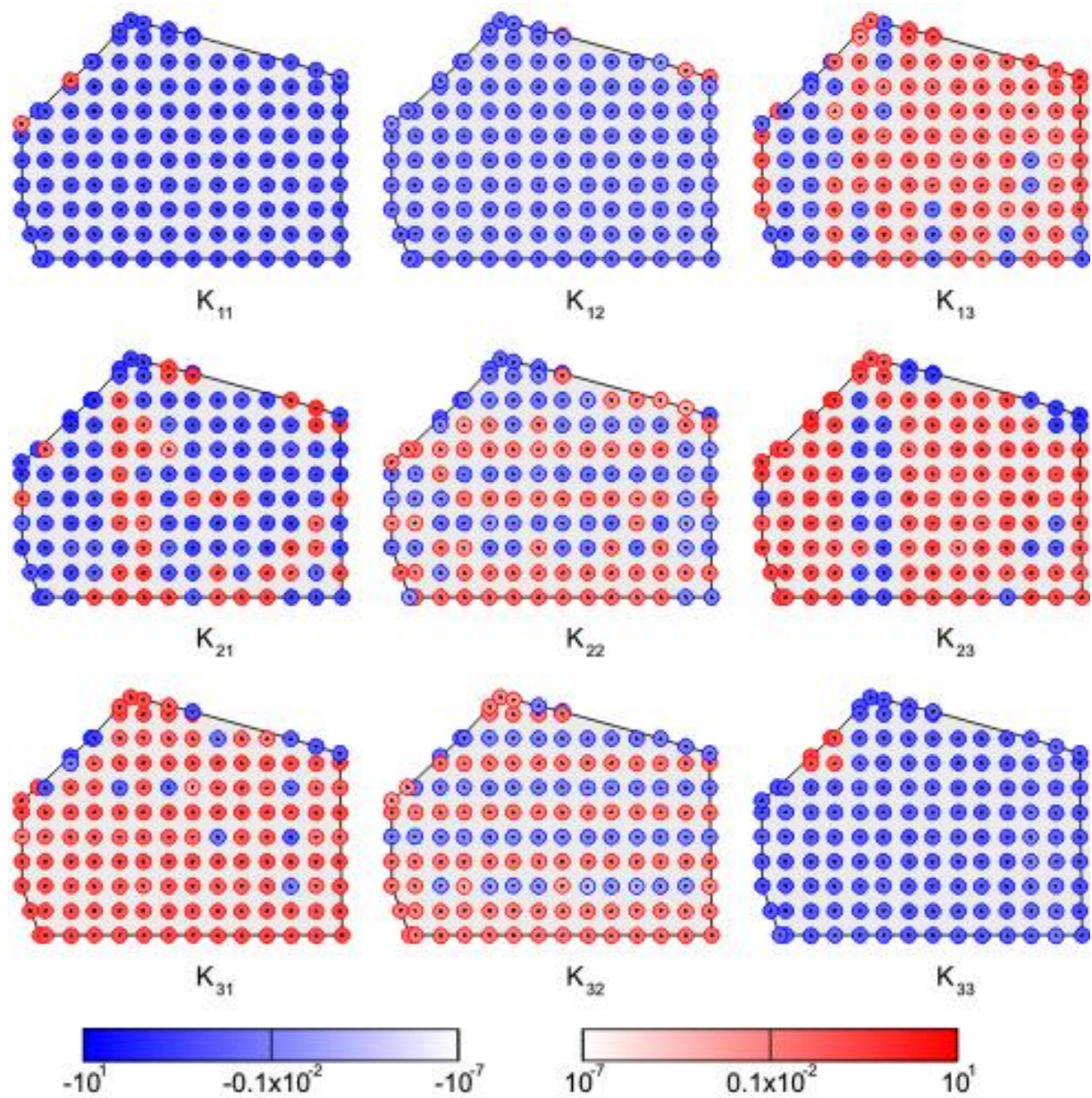


FIG. IV.27 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-1(α), grain A, avant compression. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

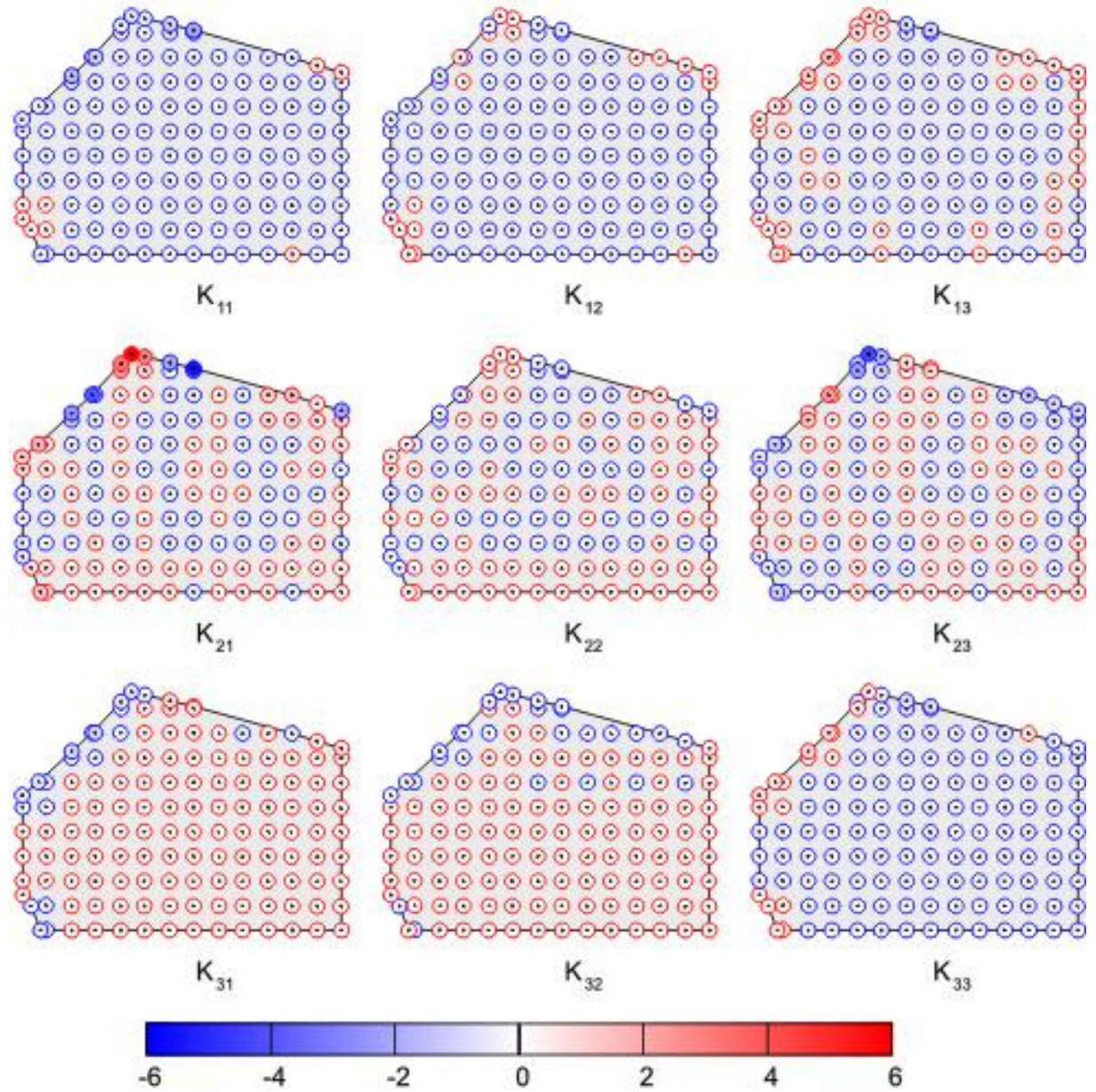


FIG. IV.28 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-1(\alpha)$, grain A, à $t=39\text{min}$ et sous $\sigma=0.24\text{MPa}$ (échelle en m^{-1}).

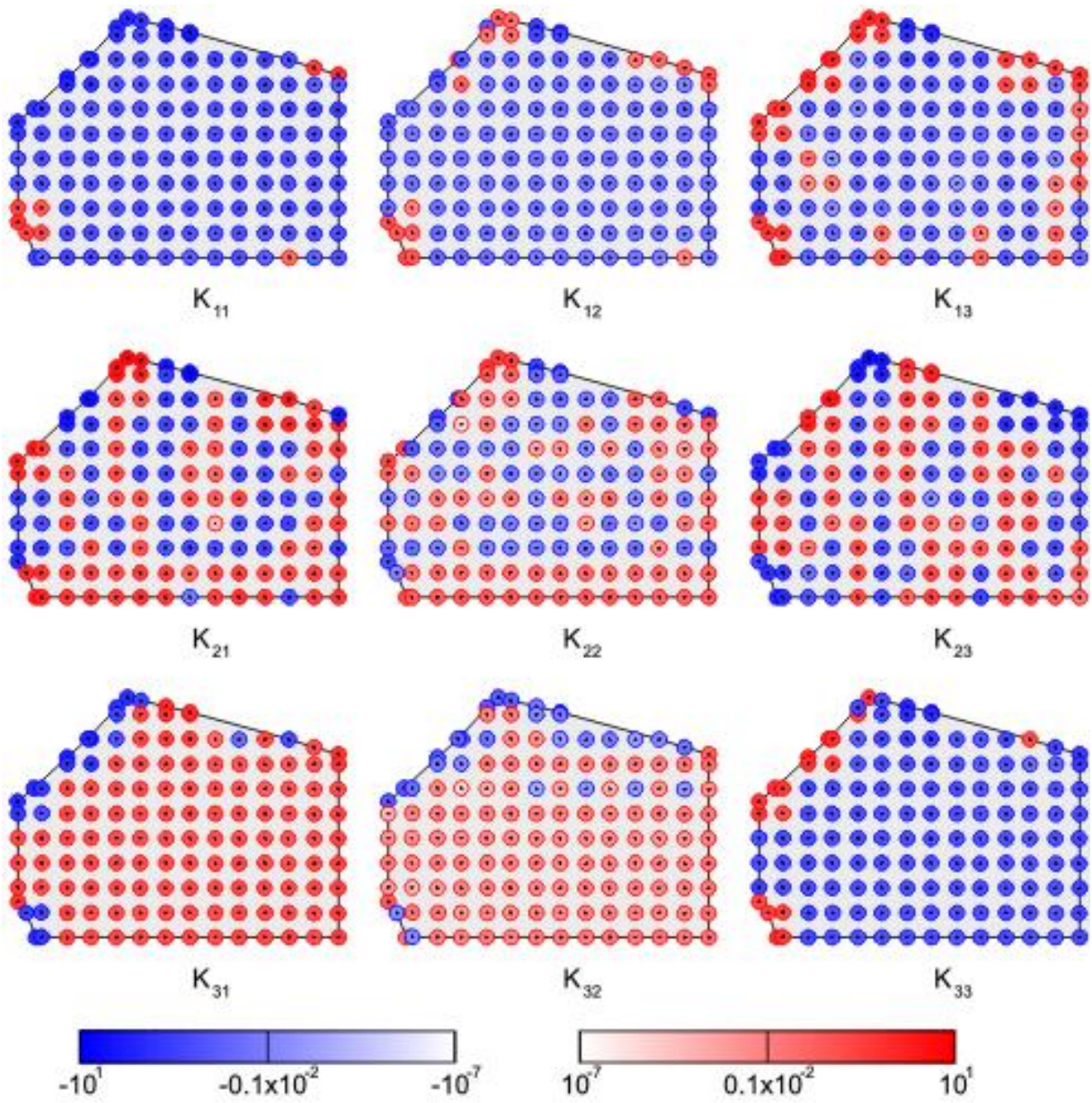


FIG. IV.29 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-1(α), grain A, à $t=39\text{min}$ et sous $\sigma=0.24\text{MPa}$. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

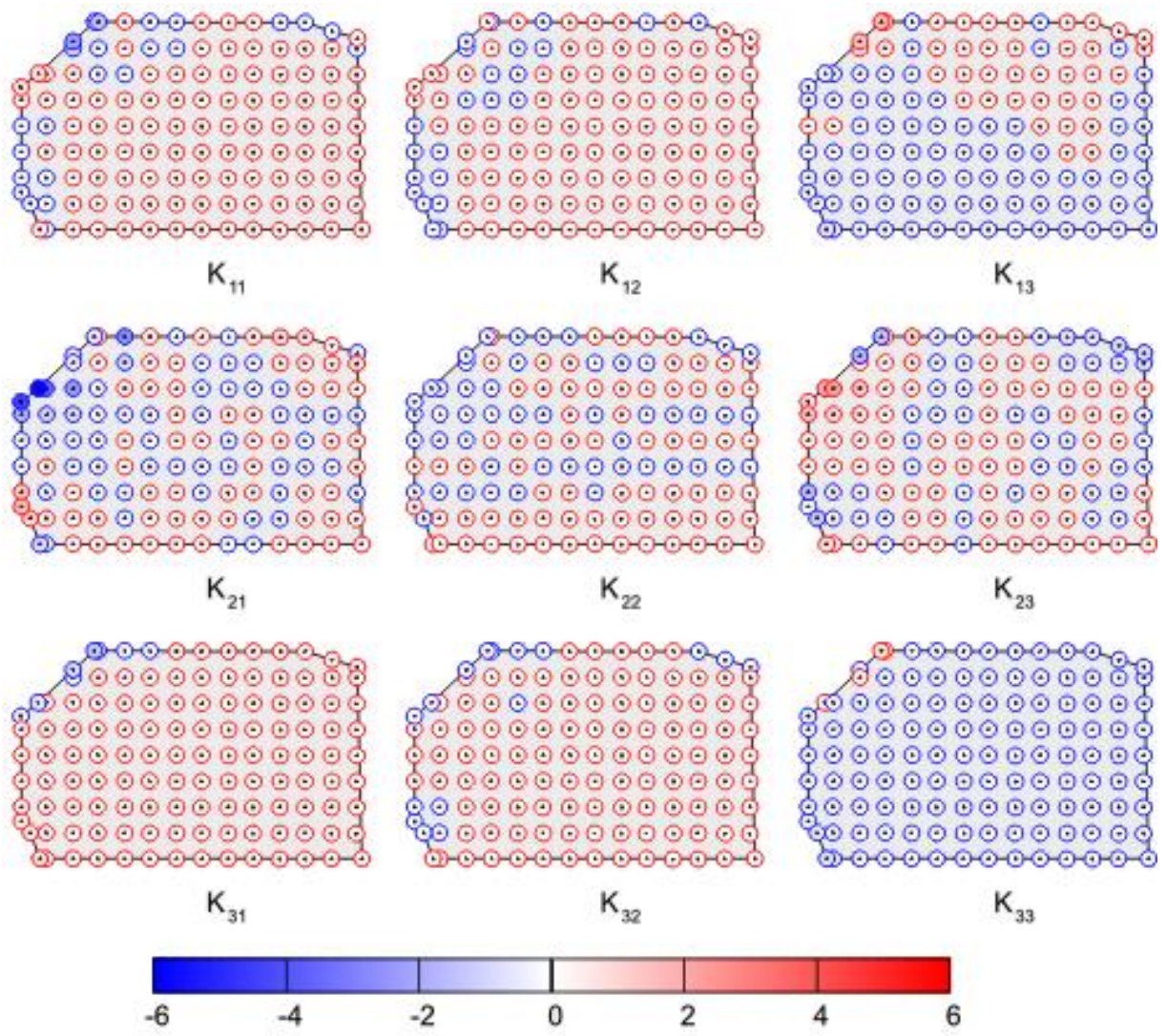


FIG. IV.30 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-1(α), grain A, à $t=3h01min$ et sous $\sigma=0.5MPa$ (échelle en m^{-1}).

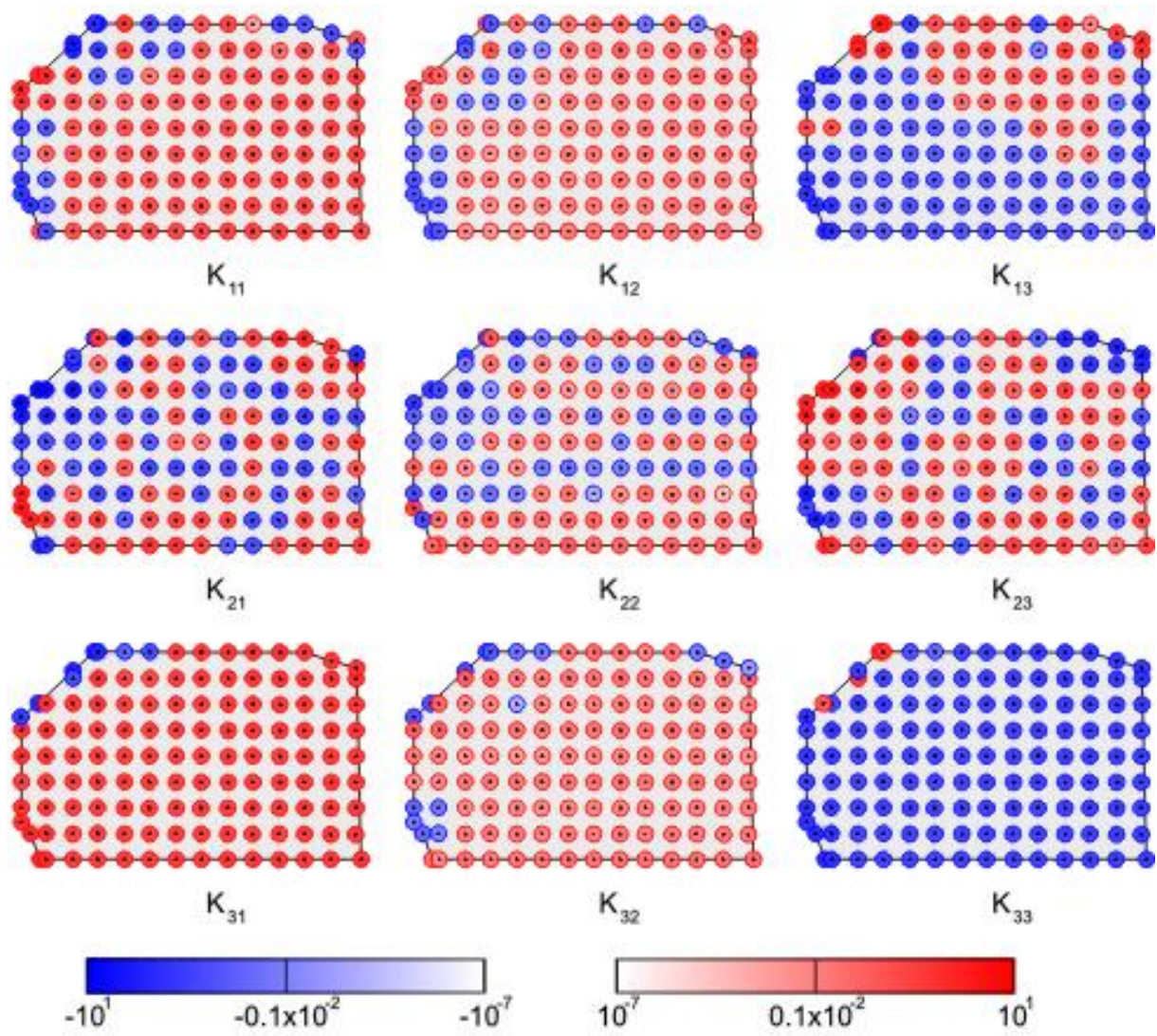


FIG. IV.31 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-1(α), grain A, à $t=3h01min$ et sous $\sigma=0.5MPa$. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

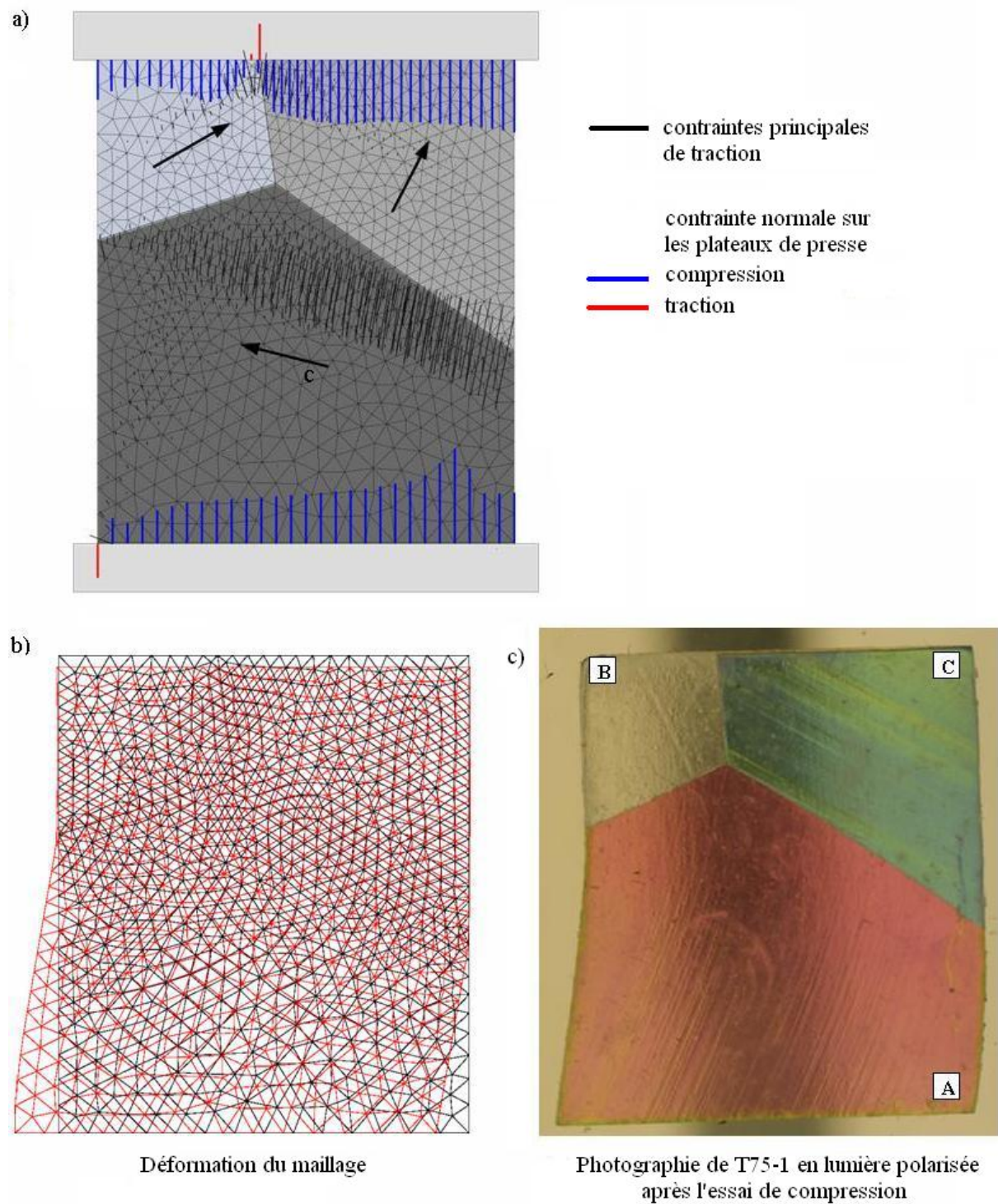


FIG. IV.32 – Simulation de la déformation du tricristal T75-1(α) par éléments finis (cf. Annexe VIII). a) maillage, contraintes normales calculées au contact plateaux/glace et contraintes principales de traction; b) déformée du maillage pour un Δt arbitraire (champ des vitesses); c) Observation de l'échantillon en lumière polarisée.

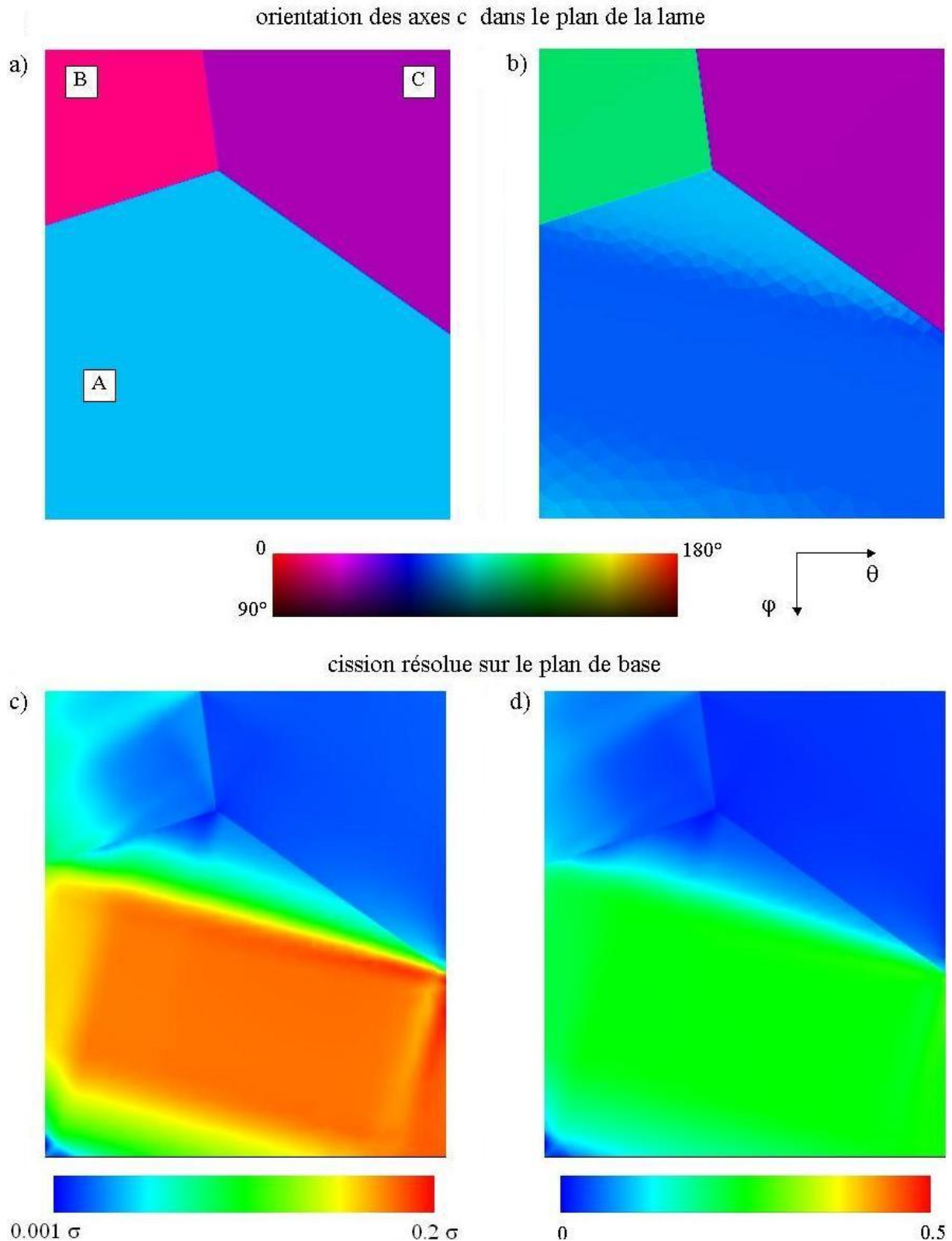


FIG. IV.33 – Simulation de la déformation du tricristal T75-1(α) par éléments finis (les angles θ et φ sont définis sur la Figure VIII.1). a) orientation initiale des axes c des grains. b) orientation des axes c après un Δt arbitraire (champ des vitesses de rotation des grains); c) cission résolue sur le plan de base (adimensionnelle, entre mini – maxi du champ de cission); d) cission résolue adimensionnelle entre 0 et 1/2. La cission est relative à la contrainte de compression moyenne exercée par le plateau de presse.

IV.2.3 Tricristaux T75-2(α) et T75-2(β)

Axe c du grain A à 75° de l'axe de compression, 15° hors du plan de l'échantillon.

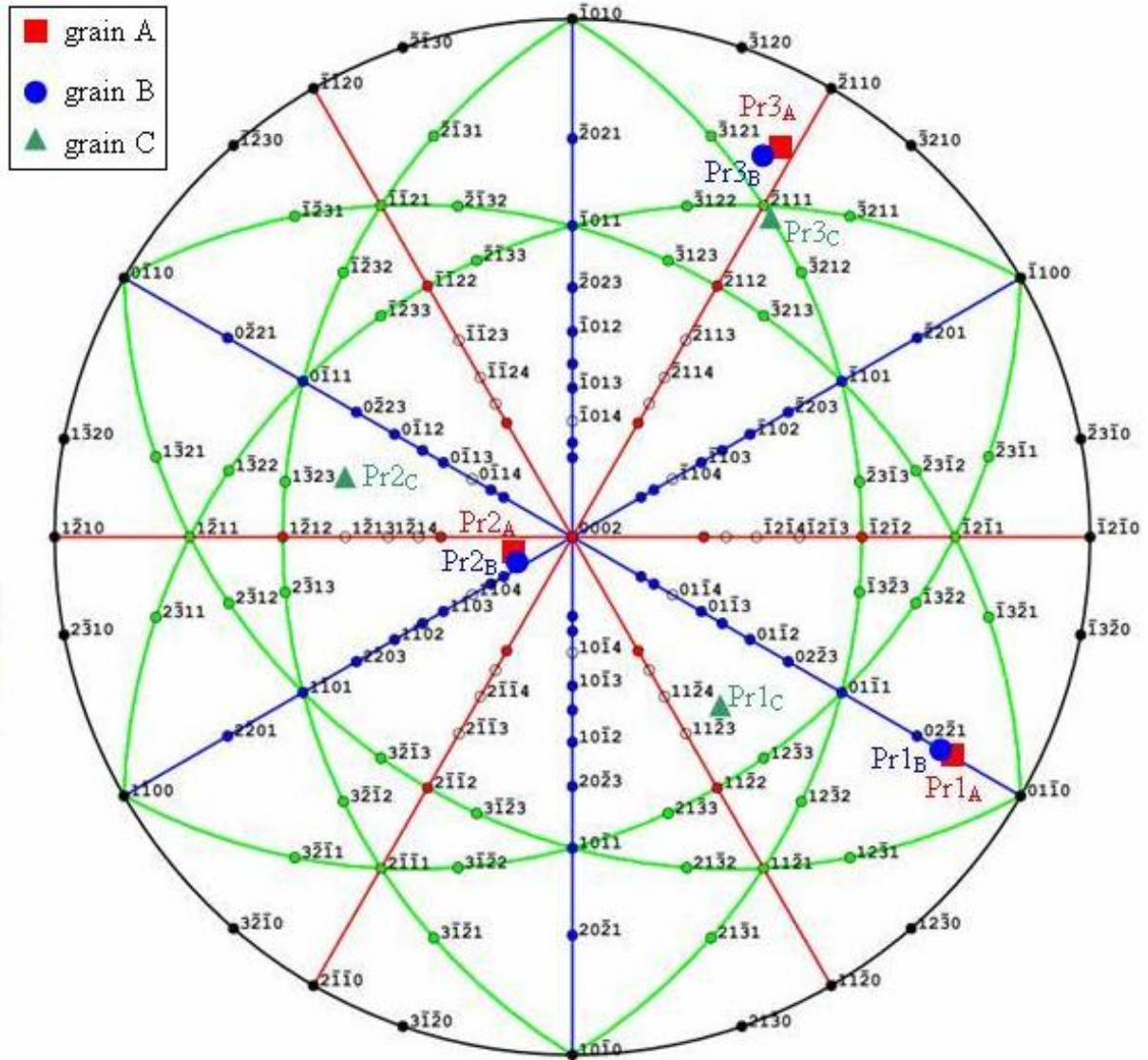


FIG. IV.34 – Figure de pôle pour T75-2(α). Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1) dans les repères respectifs des trois grains A, B, C.

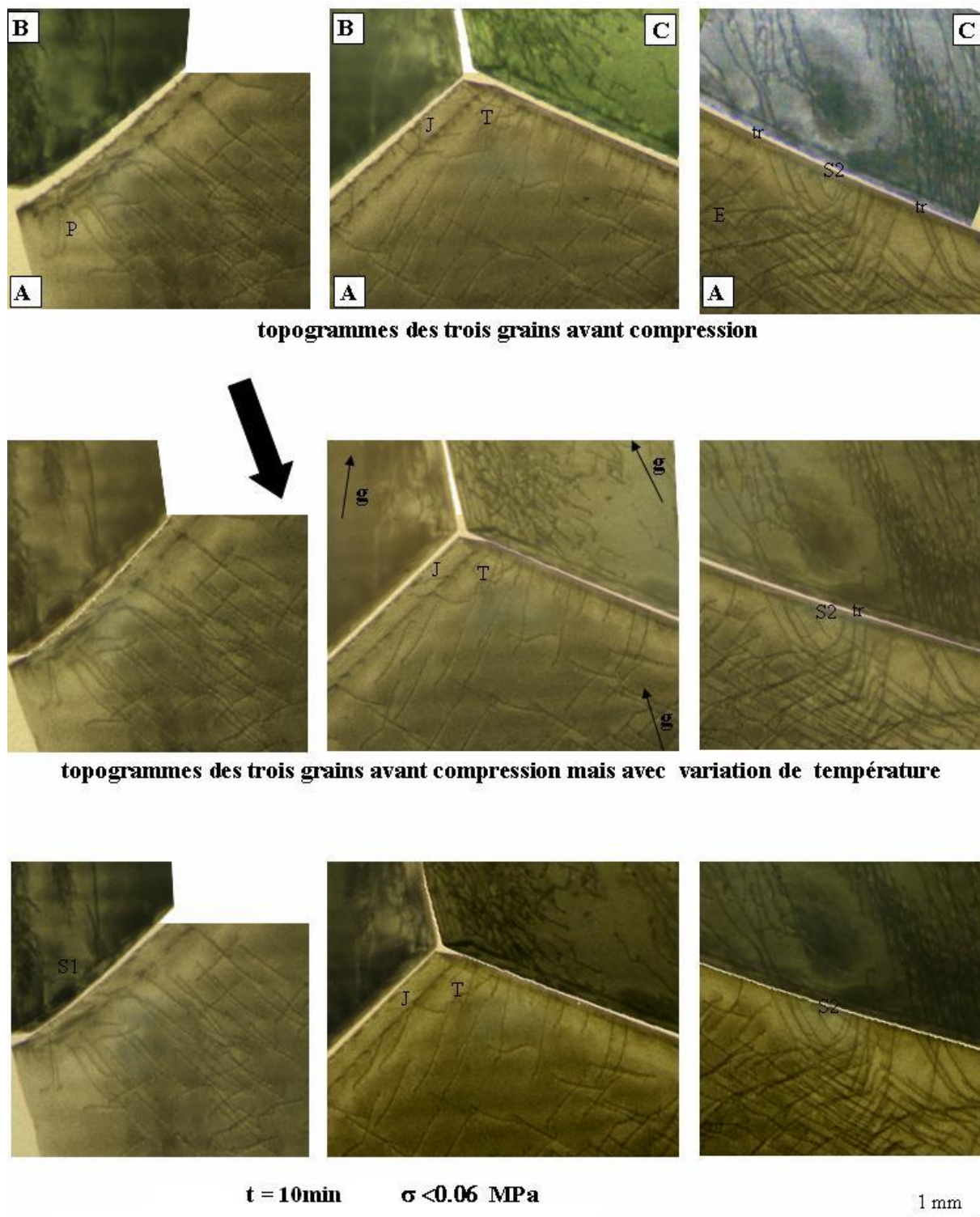


FIG. IV.35 – Topogrammes des plans cristallins des grains du tricristal T75-2(α) avant déformation et au début de la compression (grain A : topogramme du plan $(1\bar{1}00)$, grains B et C : nature des plans non déterminée).

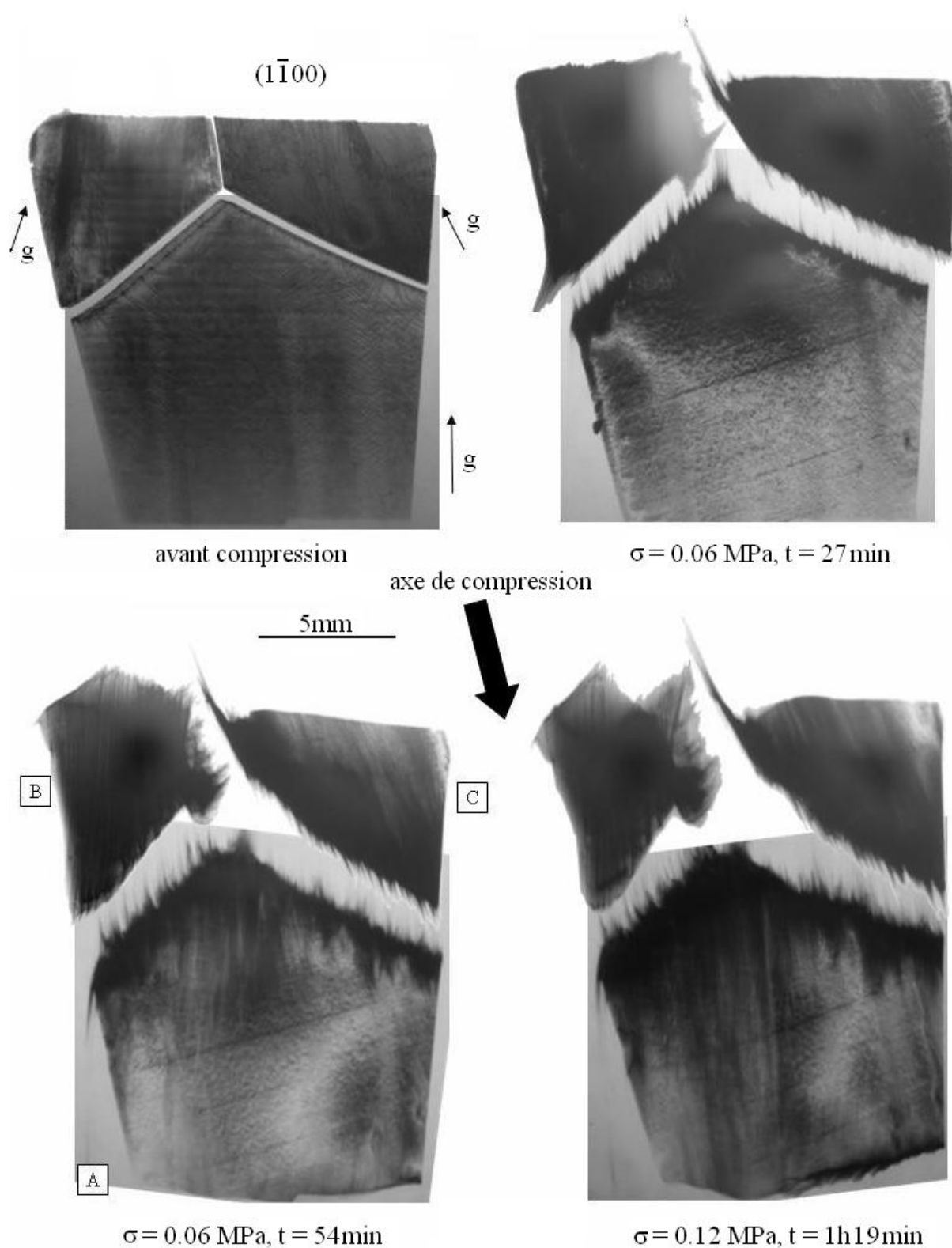


FIG. IV.36 – Topogrammes des plans cristallins des grains du tricristal T75-2(α), montrés sur la Fig. IV.35, en cours de déformation (grain A : topogramme du plan $(1\bar{1}00)$, grains B et C : nature des plans non déterminée).

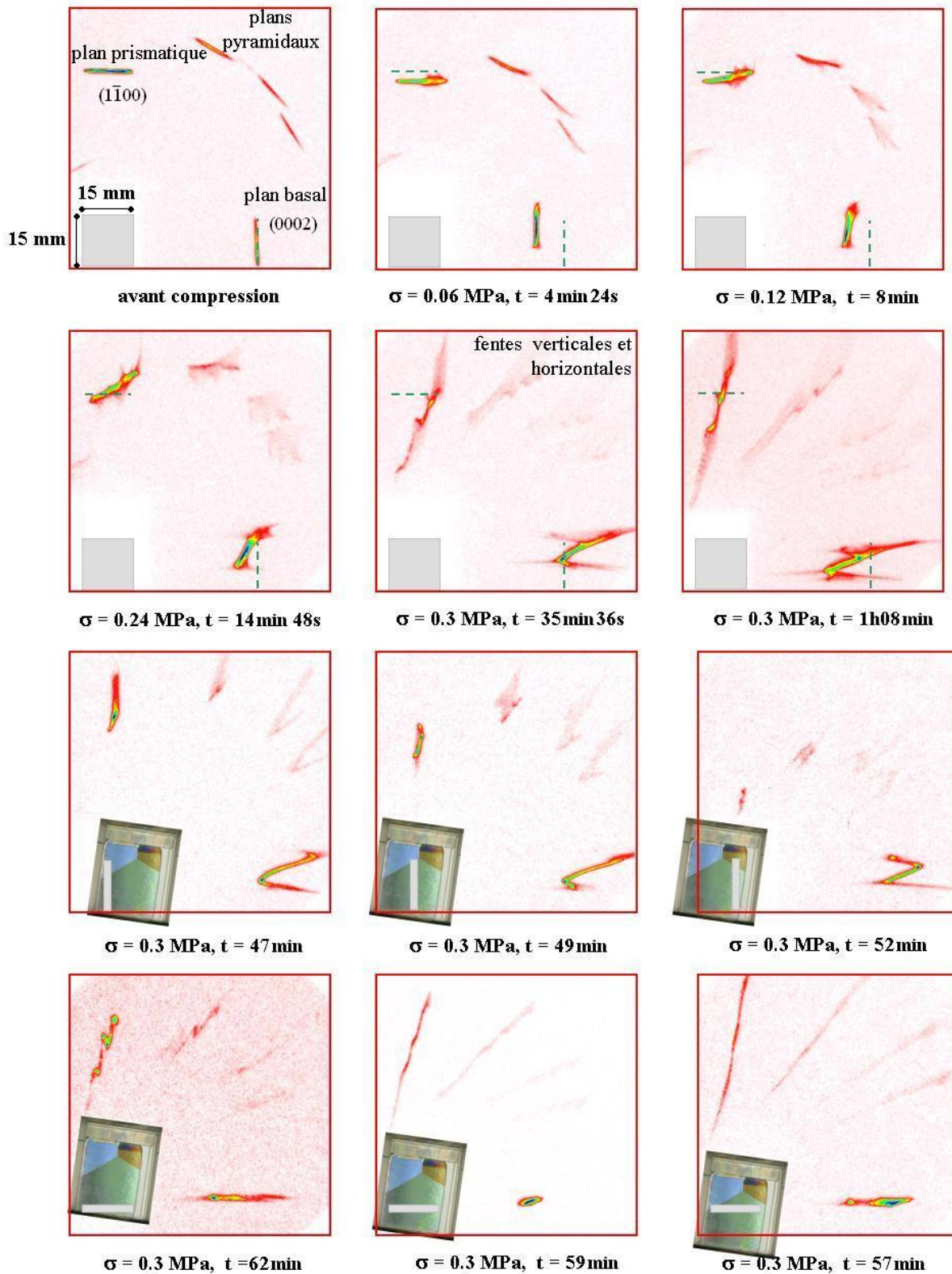


FIG. IV.37 – Evolution microstructurale du grain A du tricristal T75-2(β) observée en X-durs refocalisés. Cliché de diffraction à 5 taches permettant l'observation des plans d'axe de zone [11 $\bar{2}$ 0]. Les positions des fentes horizontale/verticale sont indiquées sur les 6 clichés en partie basse de la figure.

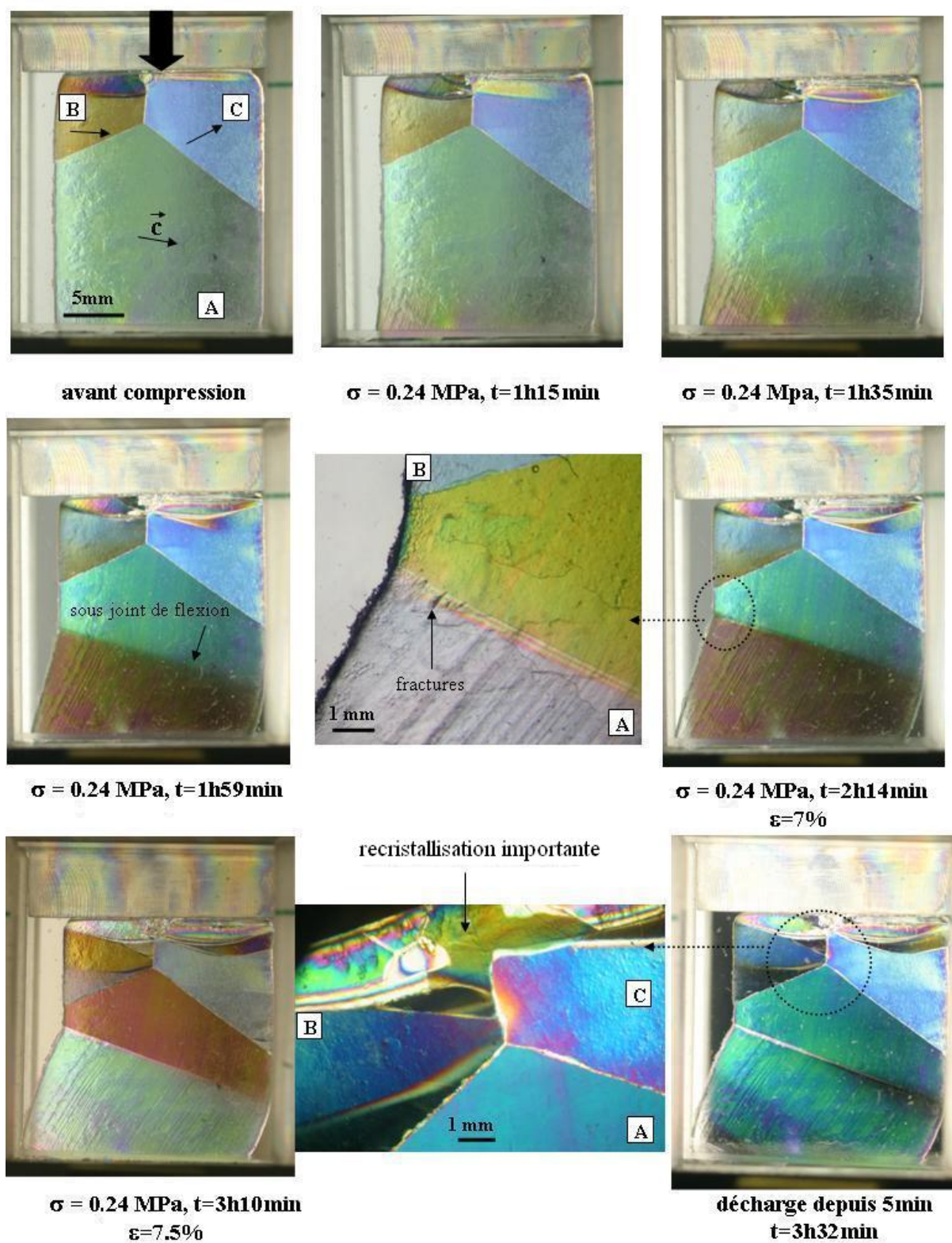


FIG. IV.38 – Suivi de la déformation du tricristal T75-2(β) en lumière polarisée (pré-déformé sous RX-refocalisés).

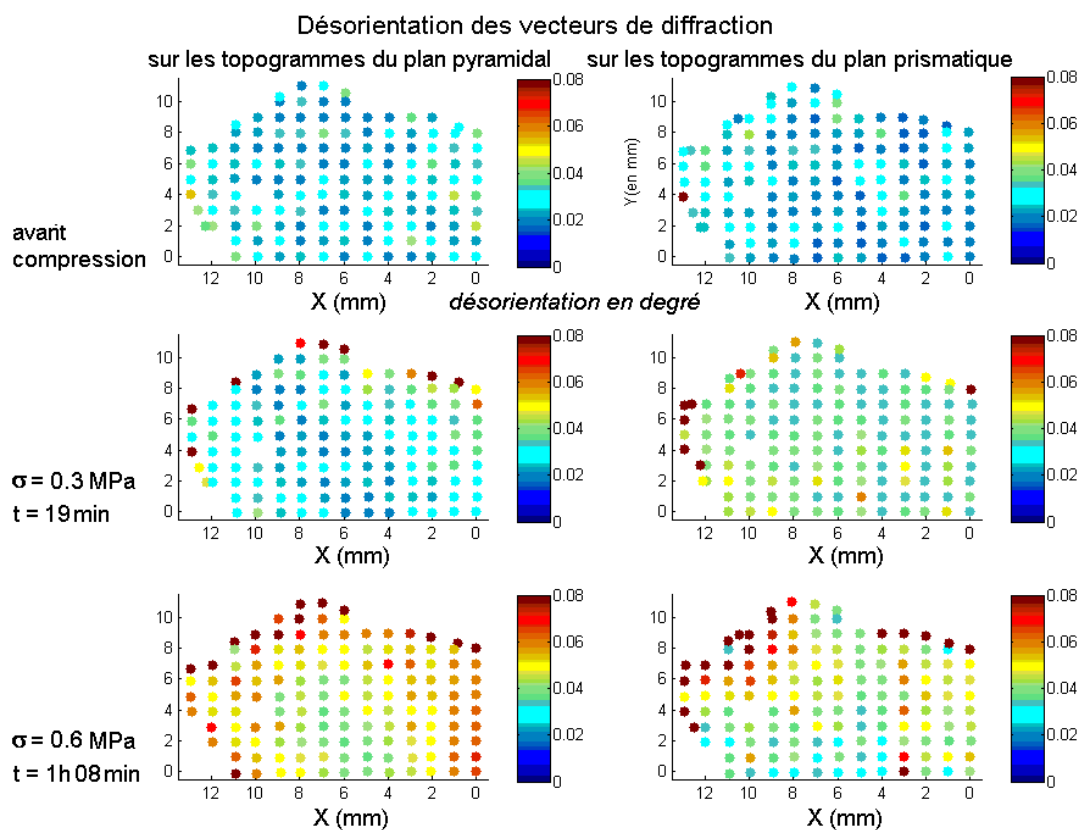


FIG. IV.39 – *Evolution de la désorientation angulaire des vecteurs de diffraction \mathbf{g} du tricristal T75-2(α), avant et après déformation. Les diagrammes de la colonne de gauche représentent l'évolution observée sur les topogrammes du plan pyramidal ($1\bar{1}02$). Les diagrammes de la colonne de droite représentent l'évolution observée sur les topogrammes du plan prismatique.*

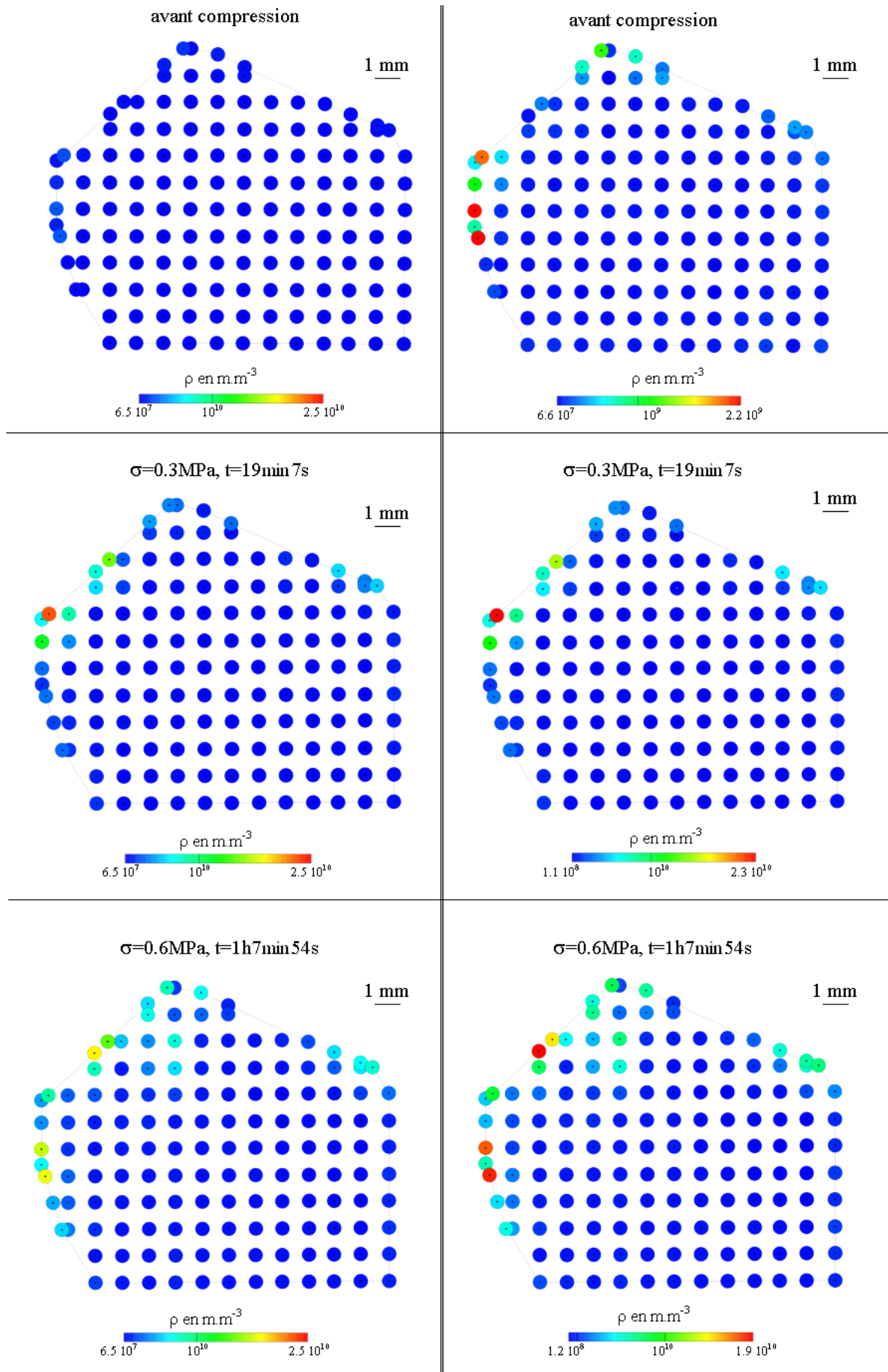


FIG. IV.40 – Evolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) calculée à partir des mesures de réticulographie (RX-synchrotron) du tricristal T75-2(α). Les 3 diagrammes de la colonne de gauche représentent l'évolution des GND avec un même code de couleur (comparables entre eux); les 3 diagrammes de la colonne de droite ont chacun leur propre code de couleur.

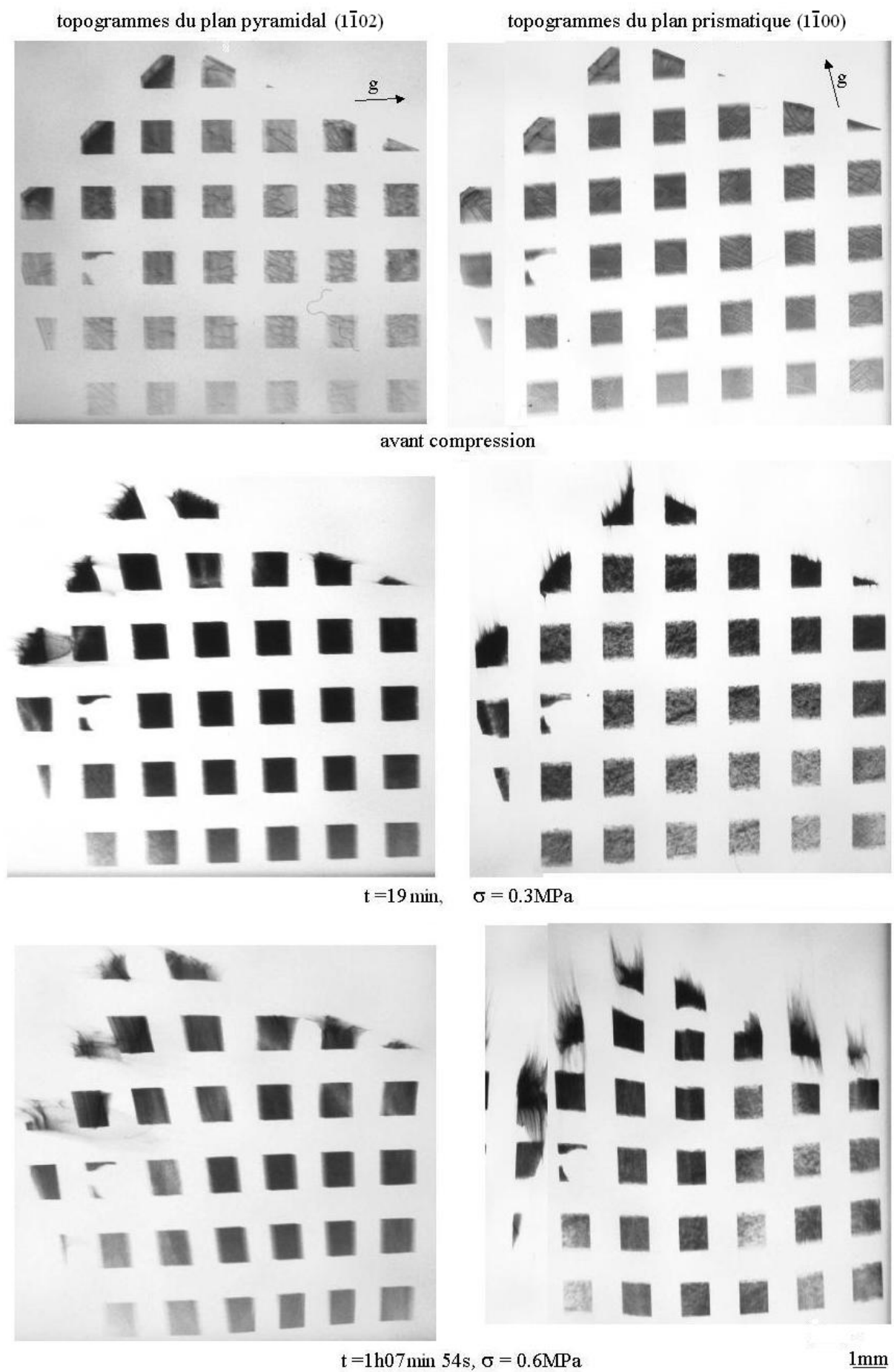


FIG. IV.41 – Topogrammes des plans pyramidal et prismatique du grain A du tricristal T75-2(α) observés en réticulographie (RX-synchrotron).

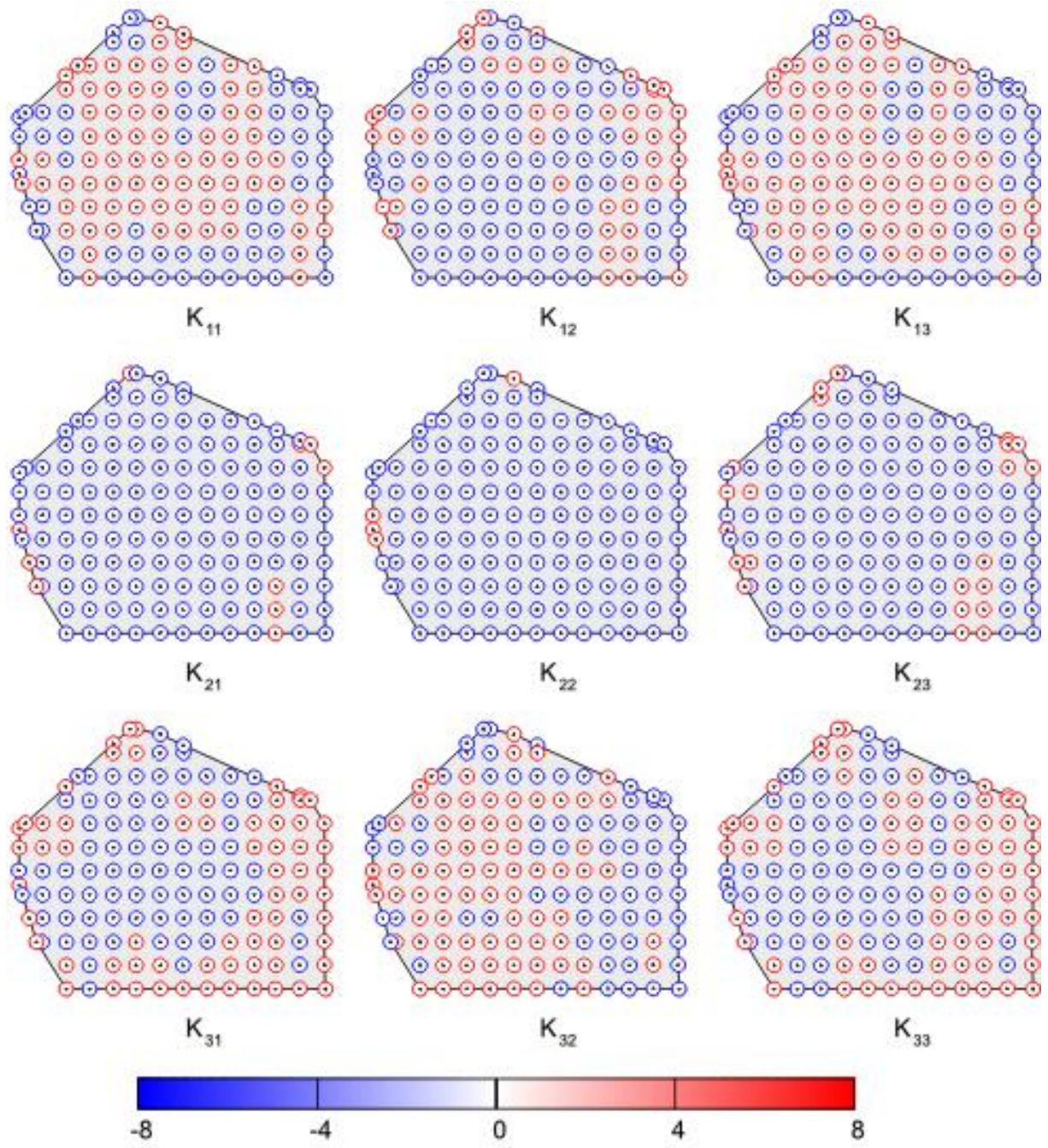


FIG. IV.42 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-2(\alpha)$, grain A, avant compression (échelle en m^{-1}).

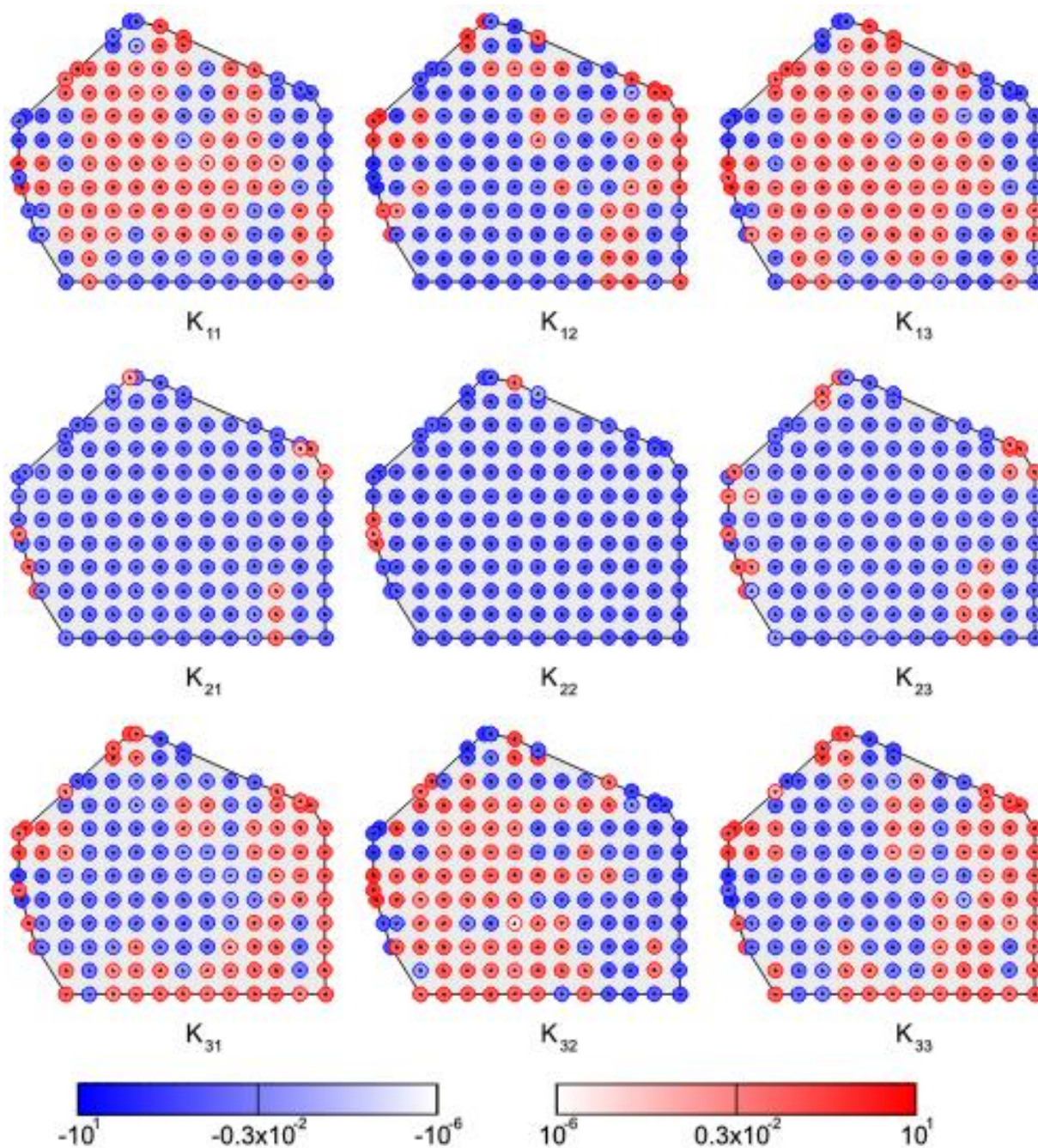


FIG. IV.43 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-2(\alpha)$, grain A, avant compression. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

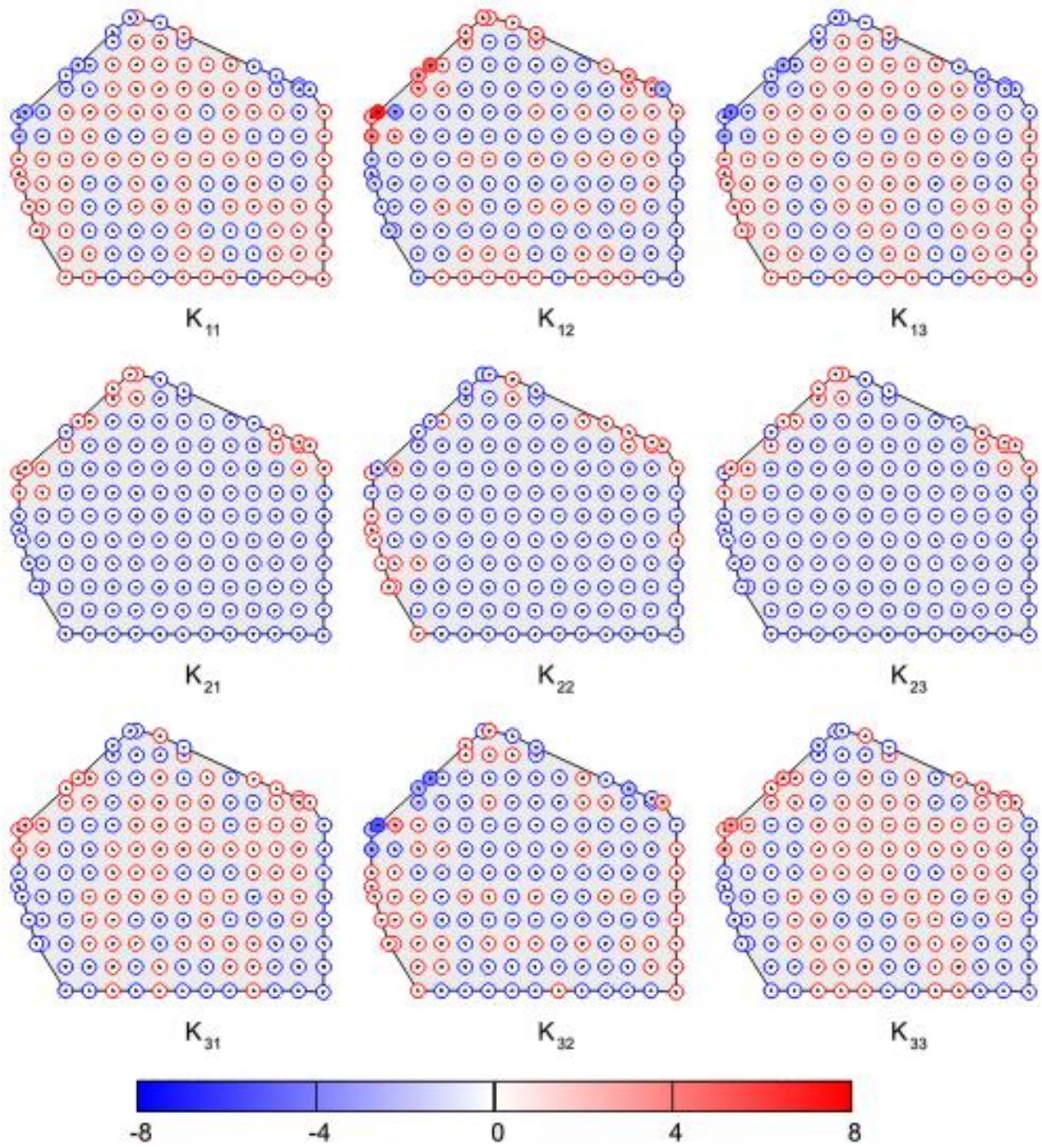


FIG. IV.44 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-2(\alpha)$, grain A, à $t=19\text{min}$ et sous $\sigma=0.3\text{MPa}$ (échelle en m^{-1}).

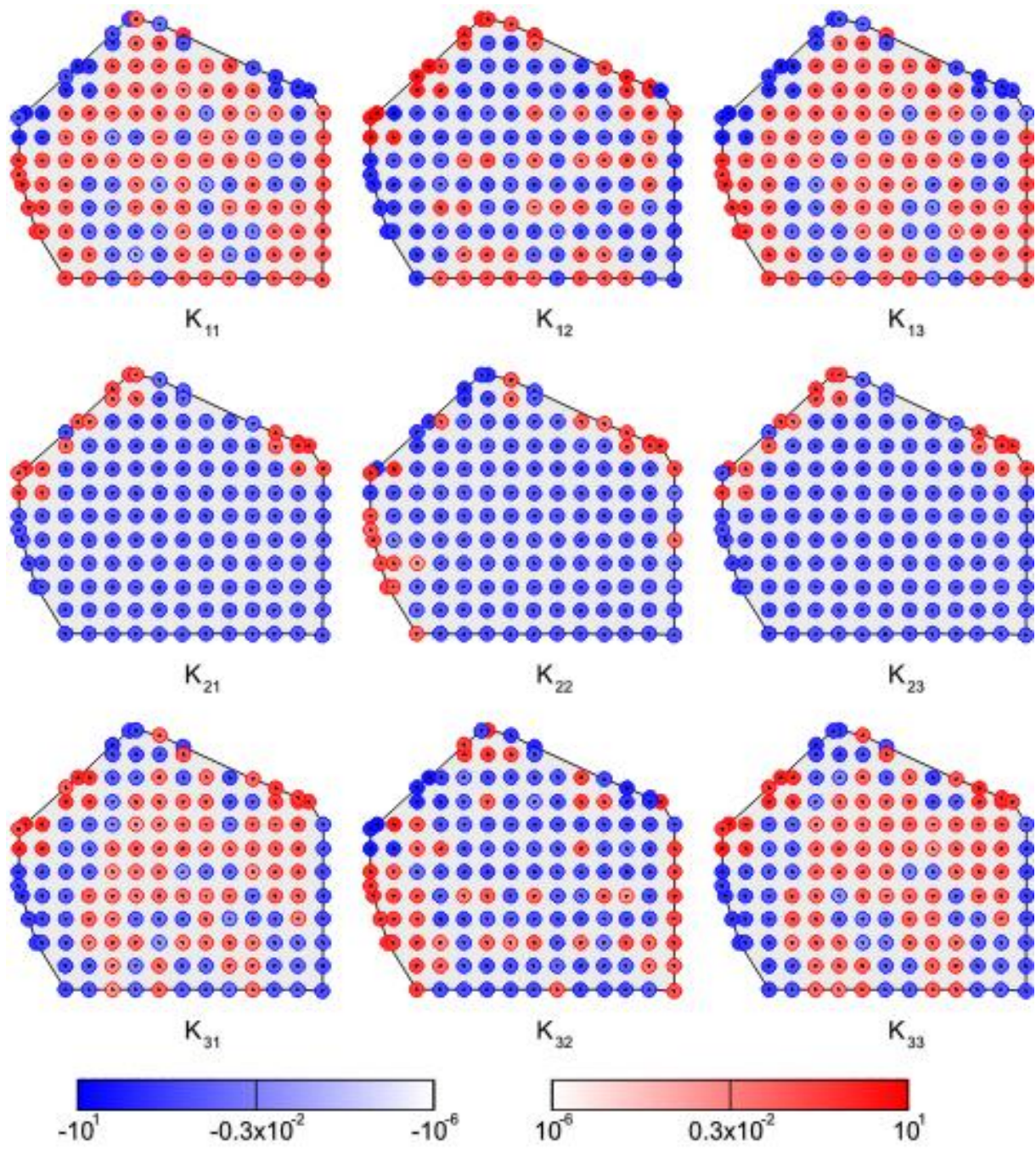


FIG. IV.45 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-2(α), grain A, à $t=19\text{min}$ et sous $\sigma=0.3\text{MPa}$. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

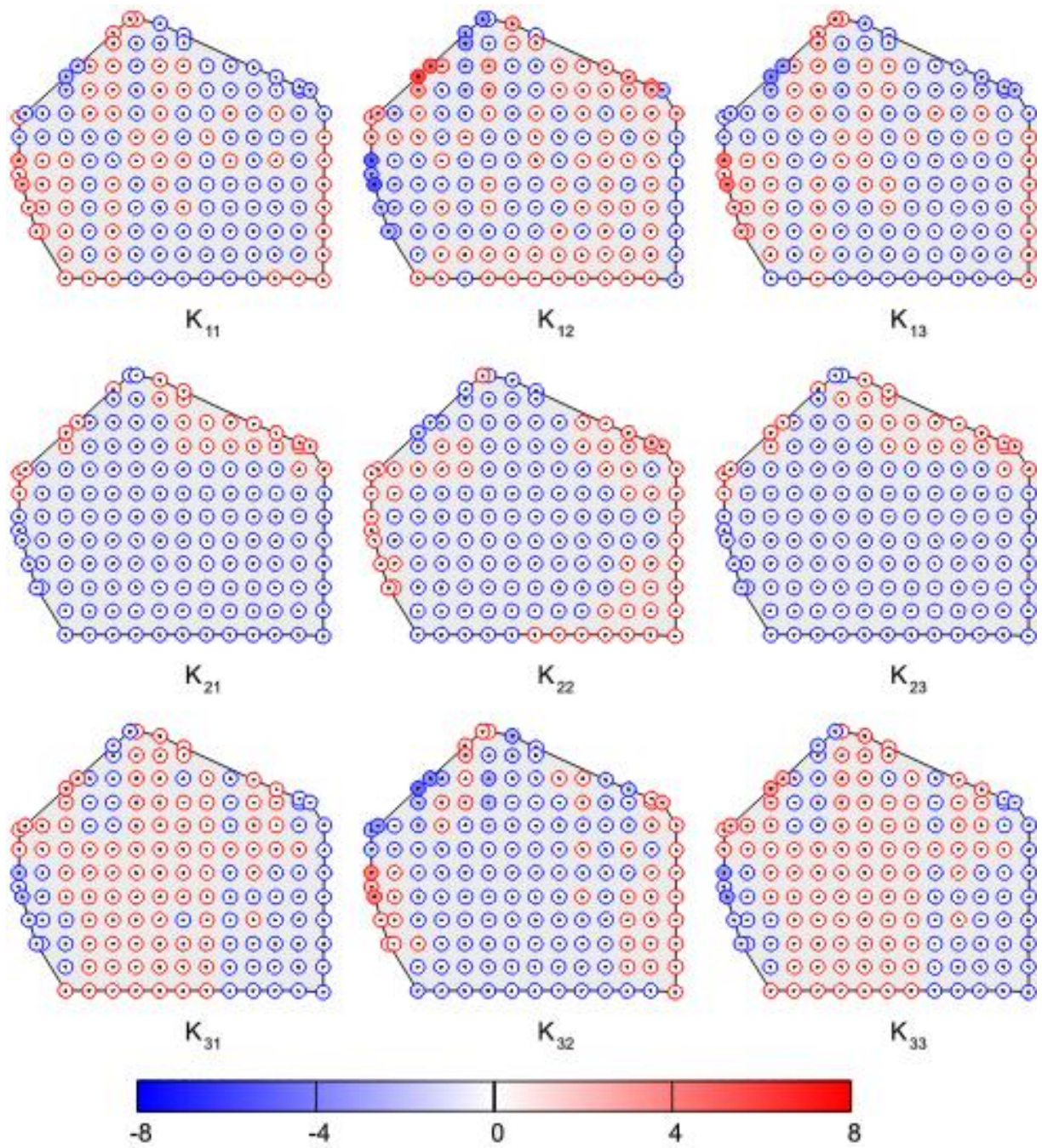


FIG. IV.46 – Composantes du tenseur de courbure κ pour $T75-2(\alpha)$, grain A, à $t=1h08min$ et sous $\sigma=0.6MPa$ (échelle en m^{-1}).

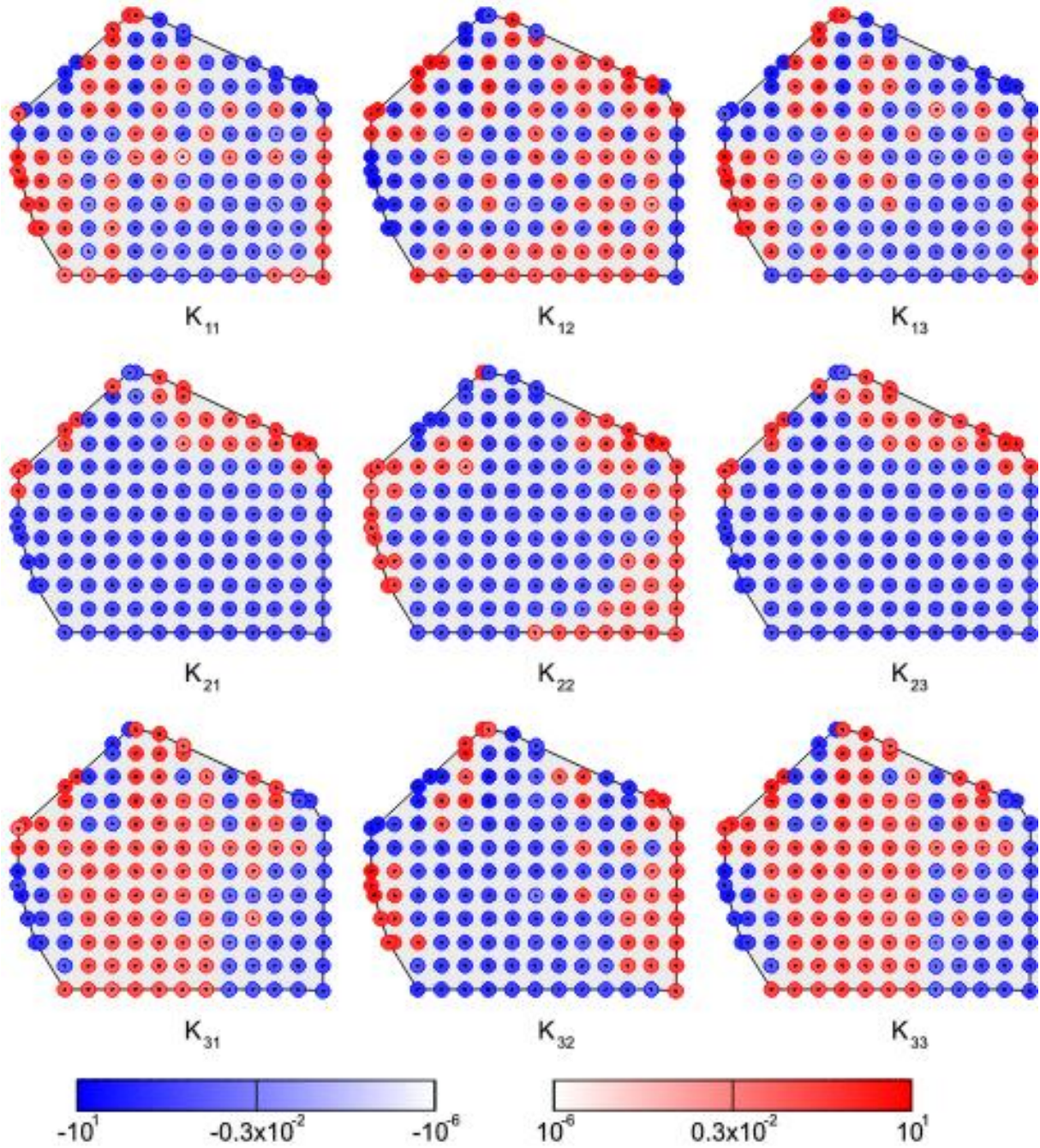


FIG. IV.47 – Composantes du tenseur de courbure κ pour T75-2(α), grain A, à $t=1h08min$ et sous $\sigma=0.6MPa$. Tracé du logarithme des valeurs absolues des composantes κ_{ij} avec couleur selon le signe de κ_{ij} ; l'échelle donne la courbure en m^{-1} (non le logarithme de la courbure).

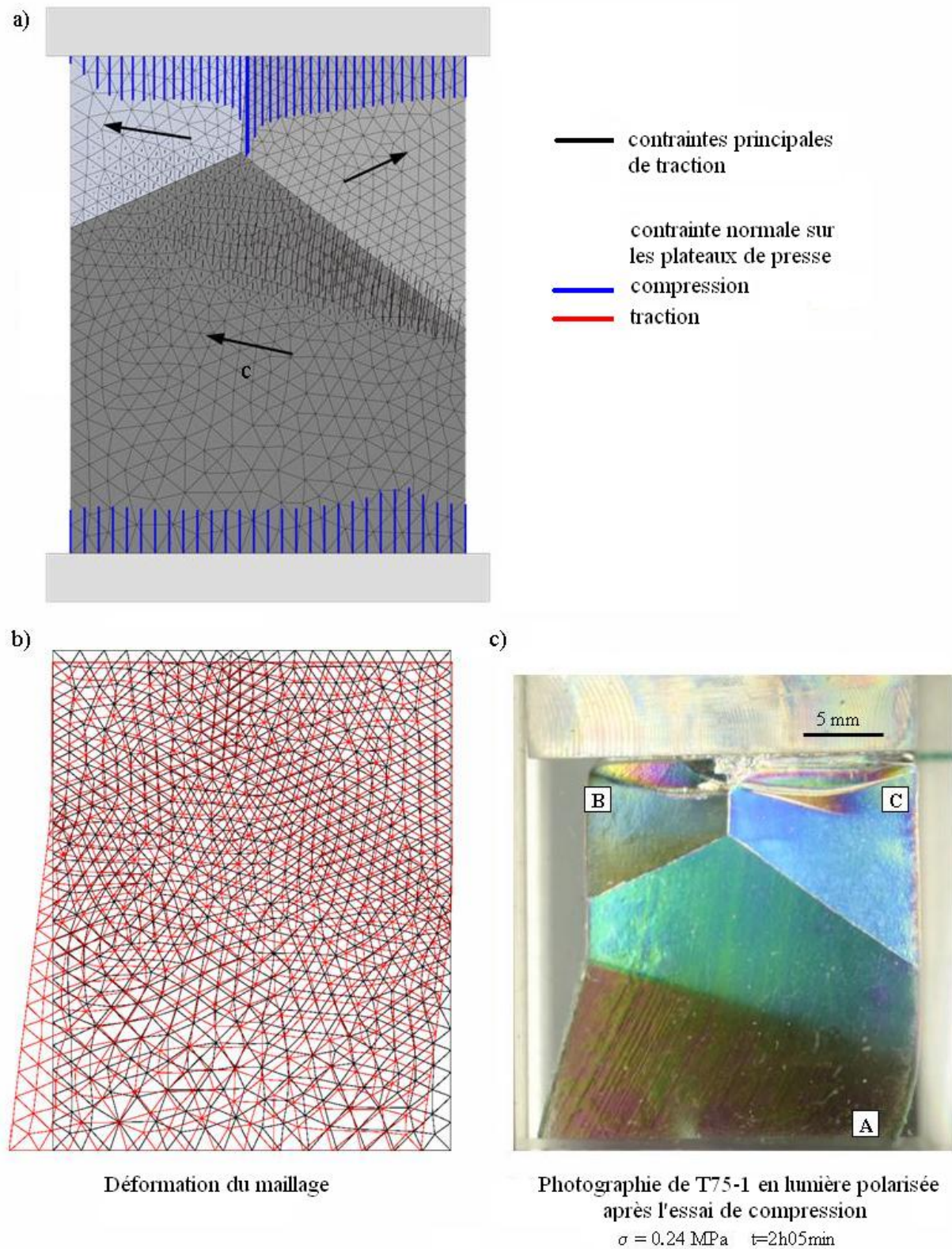


FIG. IV.48 – Simulation de la déformation du tricristal T75-2(α) par éléments finis (cf. Annexe VIII). a) maillage, contraintes normales calculées au contact plateaux/glace et contraintes principales de traction; b) déformée du maillage pour un Δt arbitraire (champ des vitesses); c) Observation de l'échantillon en lumière polarisée.

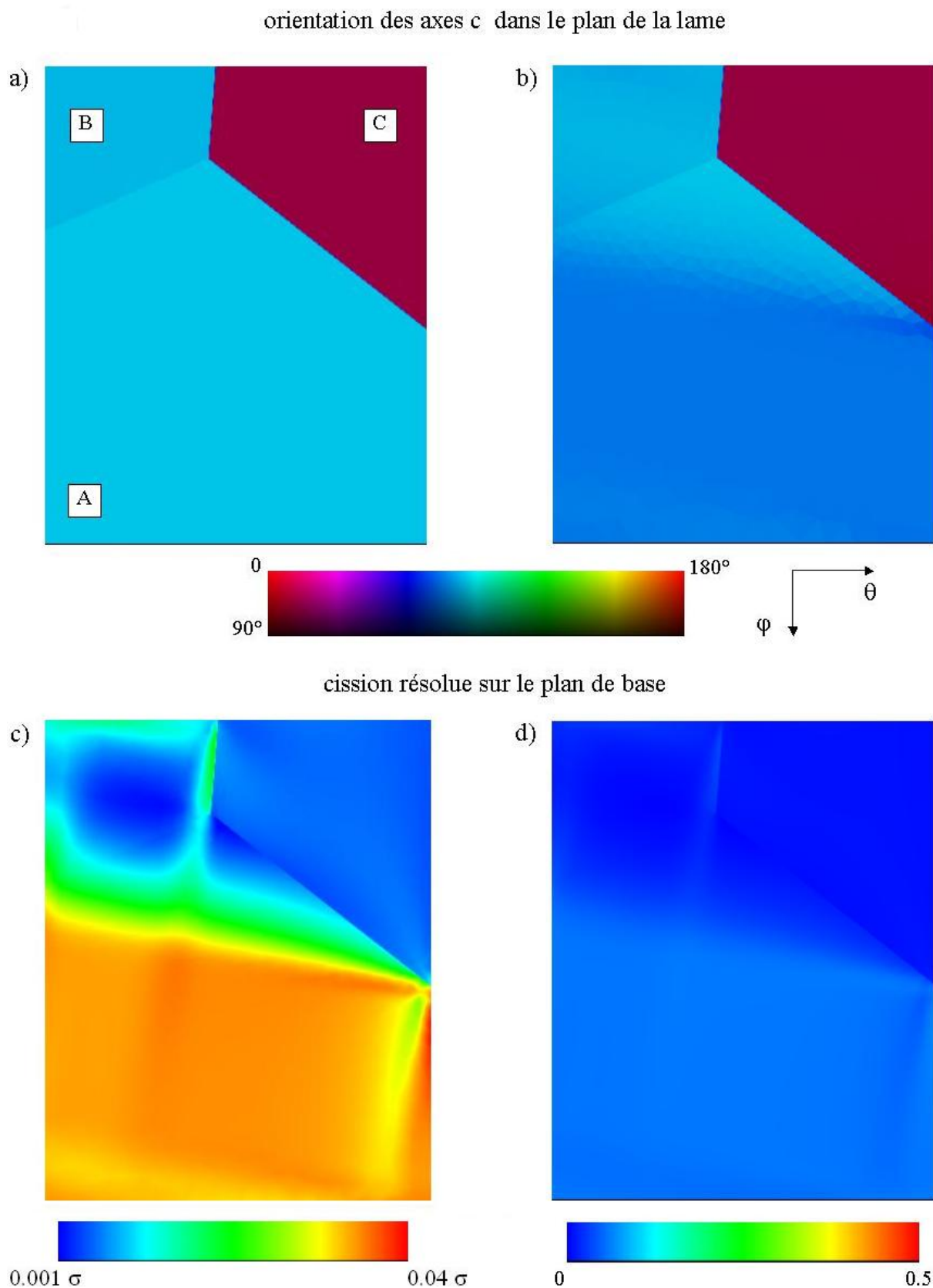


FIG. IV.49 – Simulation de la déformation du tricristal T75-2(α) par éléments finis (les angles θ et φ sont définis sur la Figure VIII.1). a) orientation initiale des axes c des grains. b) orientation des axes c après un Δt arbitraire (champ des vitesses de rotation des grains); c) cission résolue sur le plan de base (adimensionnelle, entre mini – maxi du champ de cission); d) cission résolue adimensionnelle entre 0 et 1/2. La cission est relative à la contrainte de compression moyenne exercée par le plateau de presse).

IV.2.4 Tricristal T18(α)

Axe c du grain A à environ 18° de l'axe de compression, 30° hors du plan de l'échantillon.

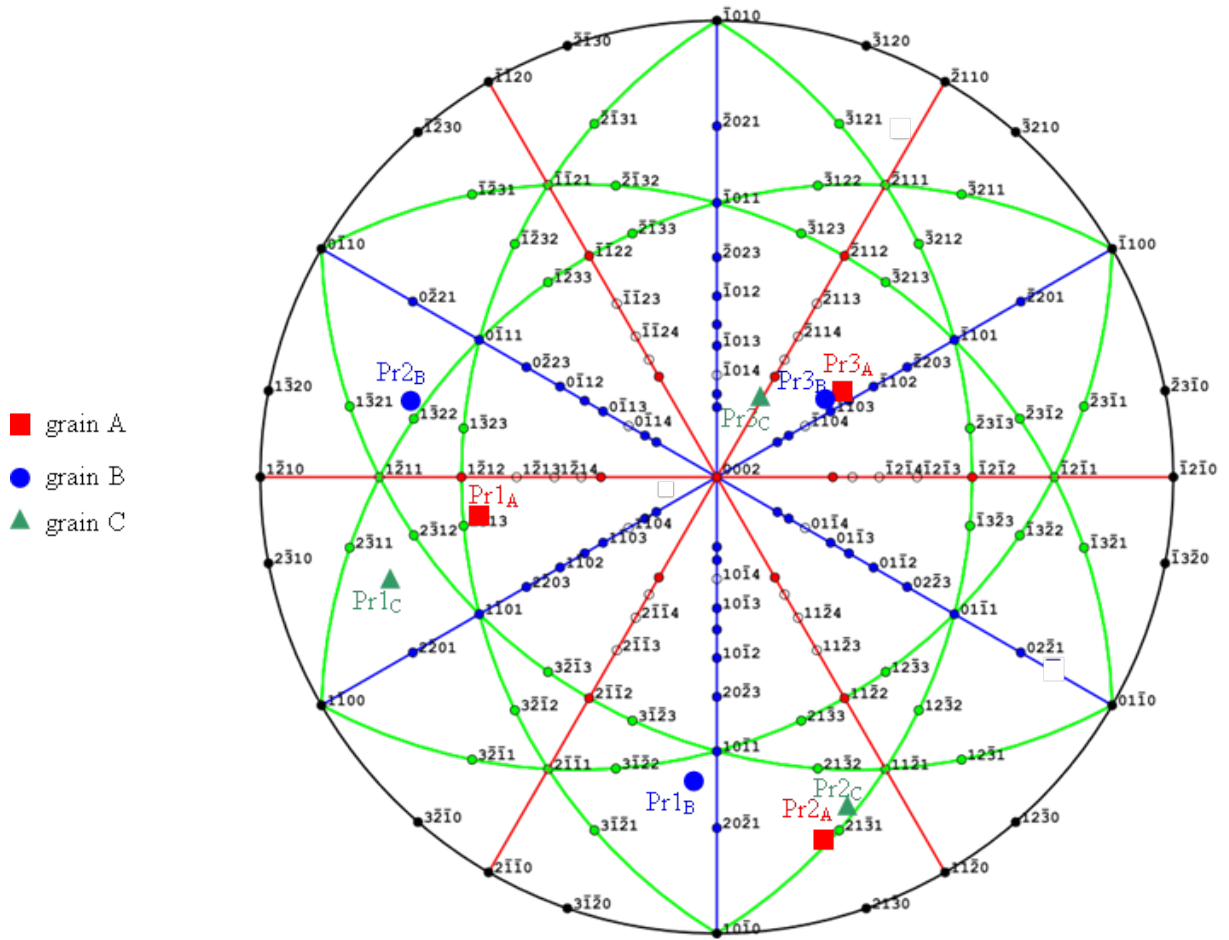


FIG. IV.50 – Figure de pôle pour T18(α). Les symboles ronds creux indiquent les plans qui ne diffractent pas. Pr1, Pr2, Pr3 sont les axes de la presse (cf. Fig. IV.1) dans les repères respectifs des trois grains A,B,C.

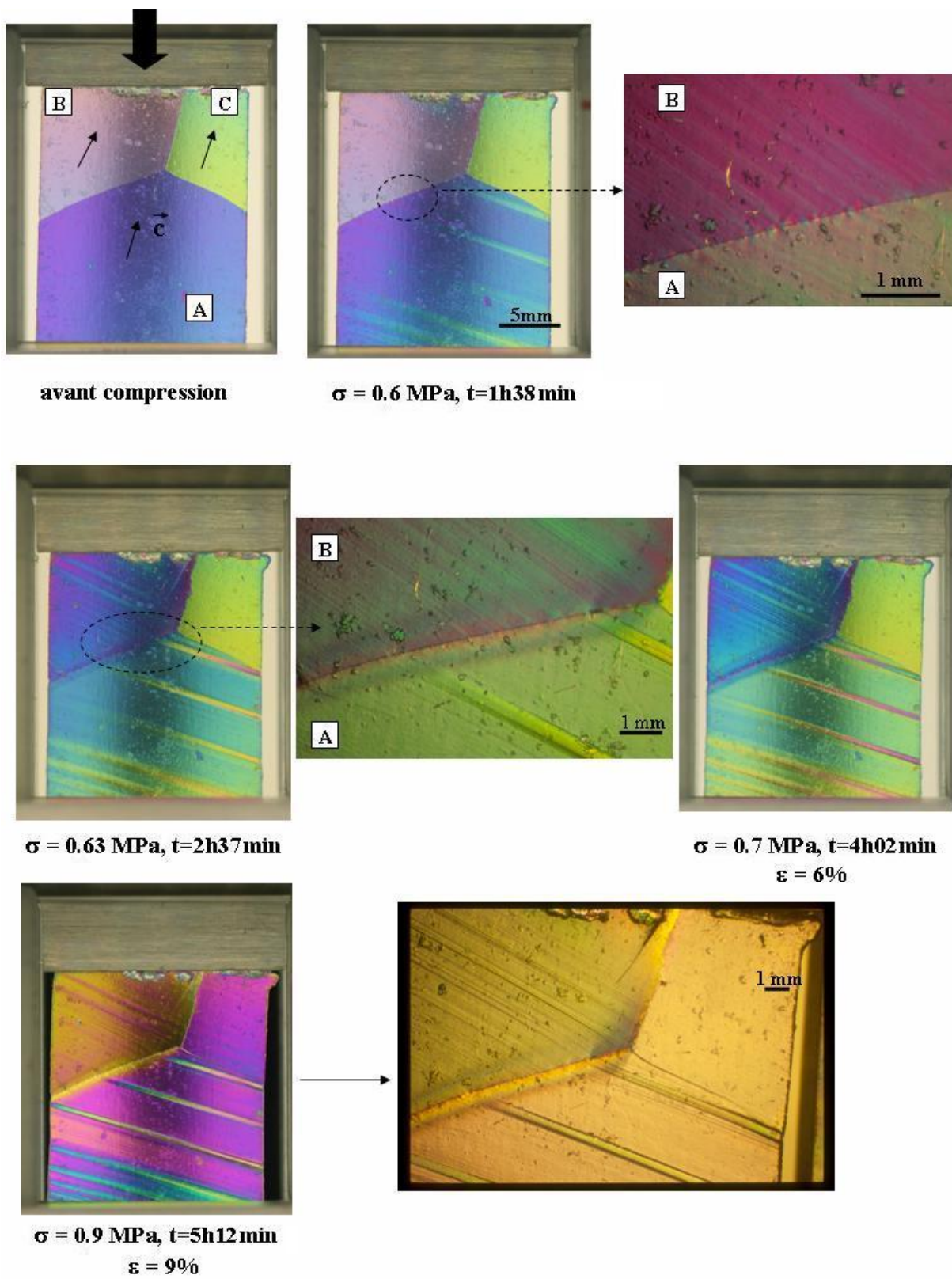


FIG. IV.51 – Suivi de la déformation du tricristal T18(α) en lumière polarisée.

IV.2.5 Tricristaux T15-1(α) et T15-1(β)

Axe c du grain A à 15° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

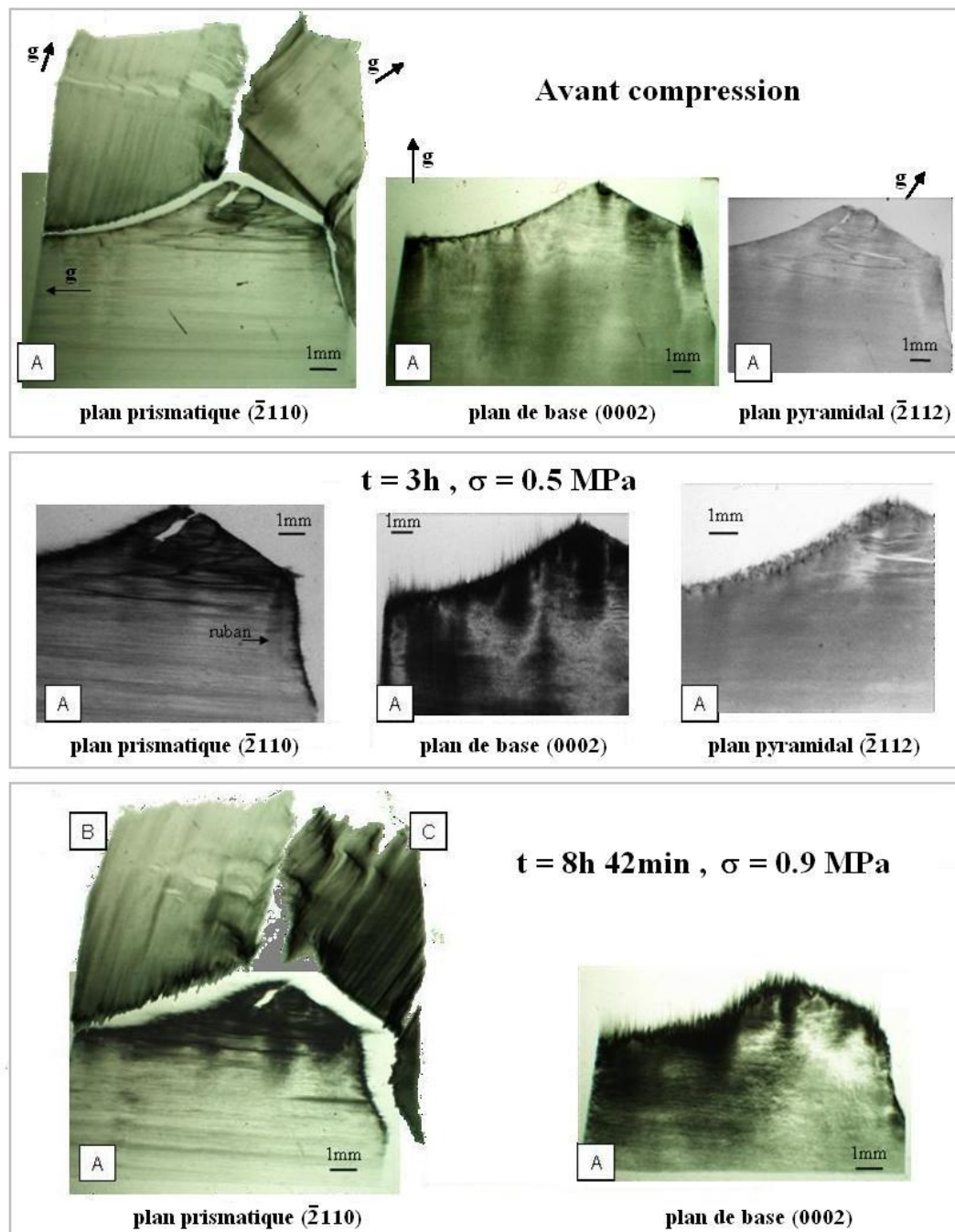


FIG. IV.52 – Topogrammes des plans cristallins des grains du tricristal T15-1(α) avant et après déformation (grains B et C : nature des plans non déterminée).

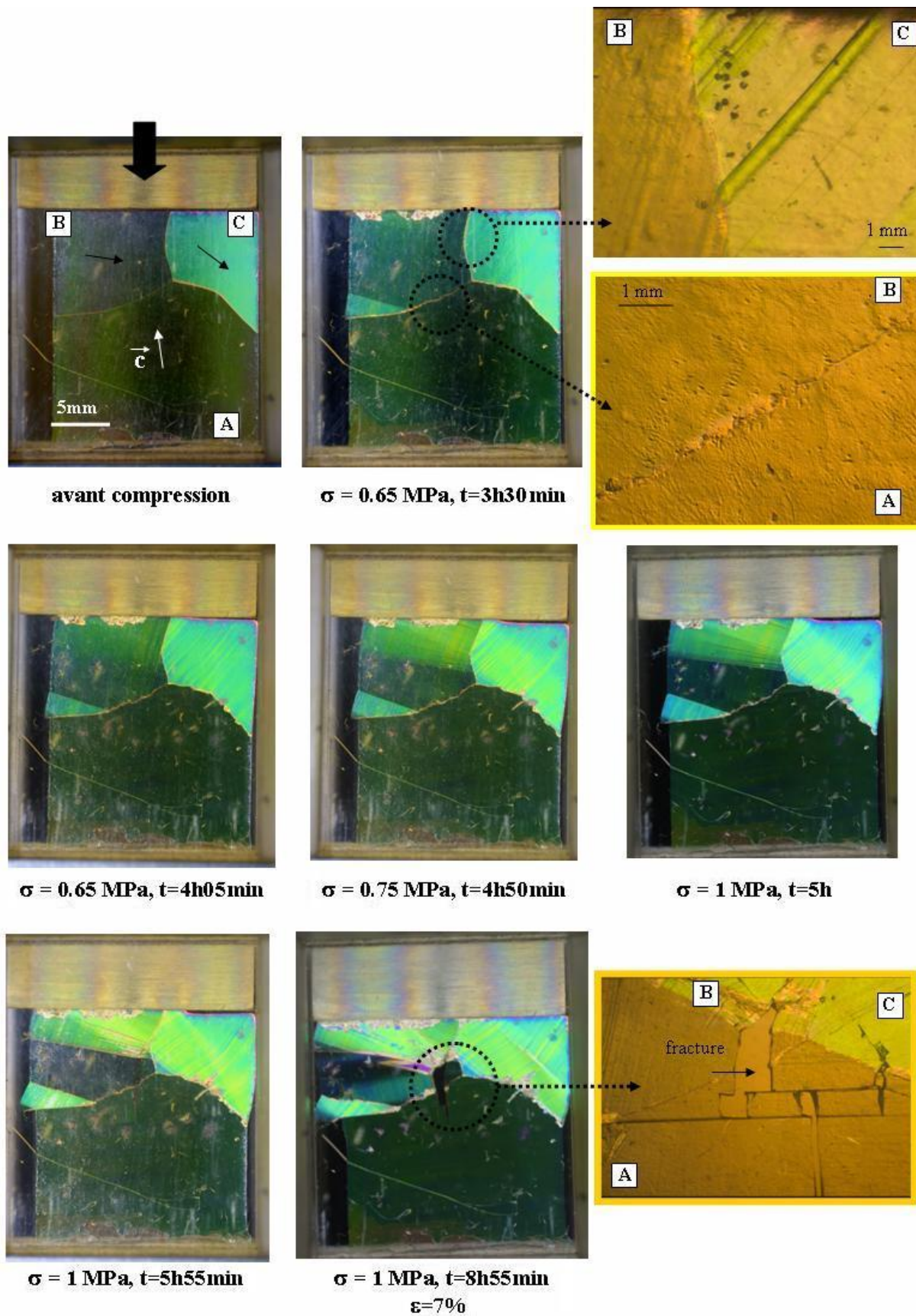


FIG. IV.53 – Suivi de la déformation du tricristal T15-1(β) en lumière polarisée.

IV.2.6 Tricristaux T15-2(α) et T15-2(β)

Axe c du grain A à 15° de l'axe de compression, dans le plan de l'échantillon.

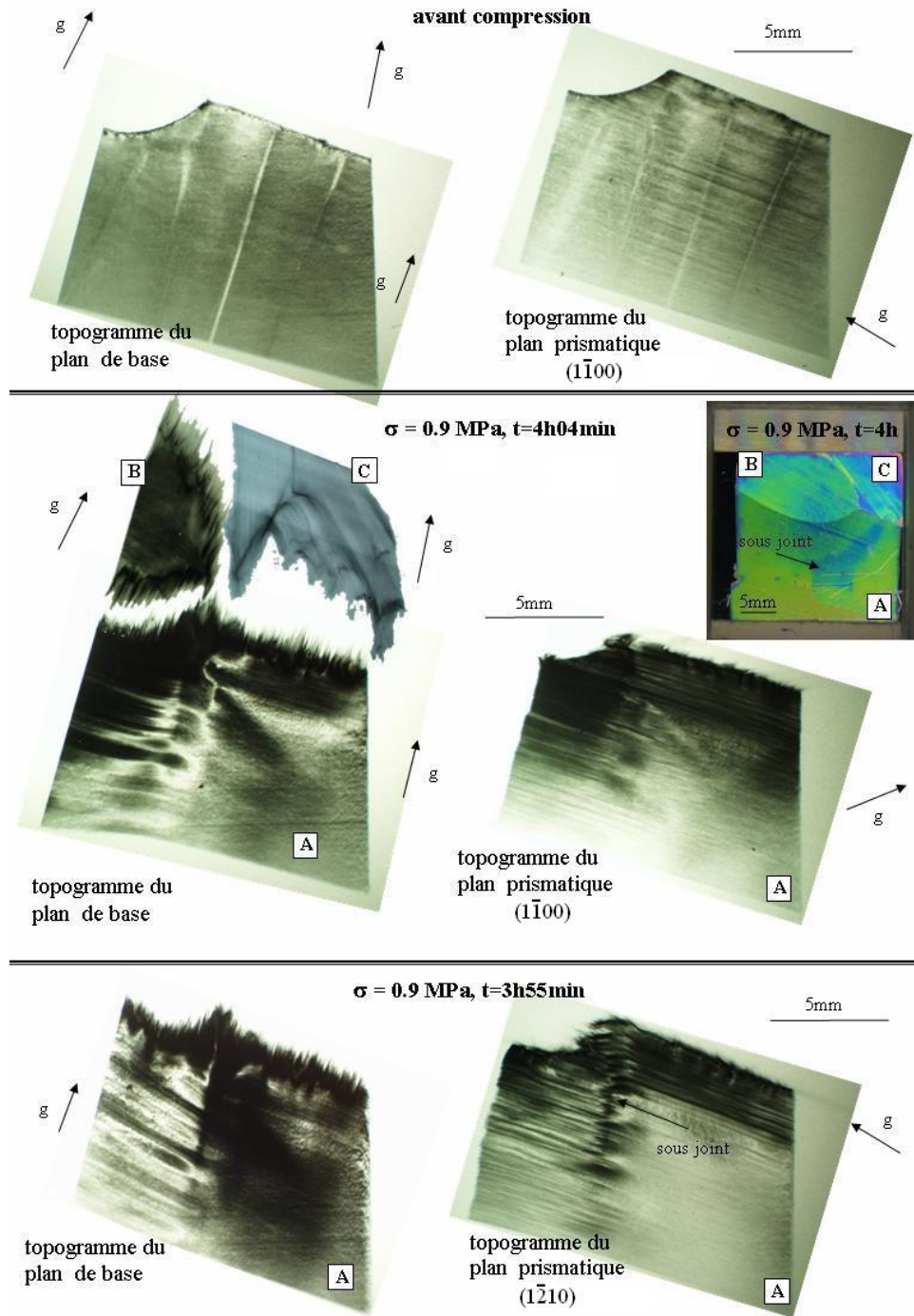


FIG. IV.54 – Topogrammes des plans cristallins des grains du tricristal T15-2(α) avant et en cours de déformation (grains B et C : nature des plans non déterminée). L'encart montre la déformation de T15-2(β) (clone) observé en lumière polarisée.

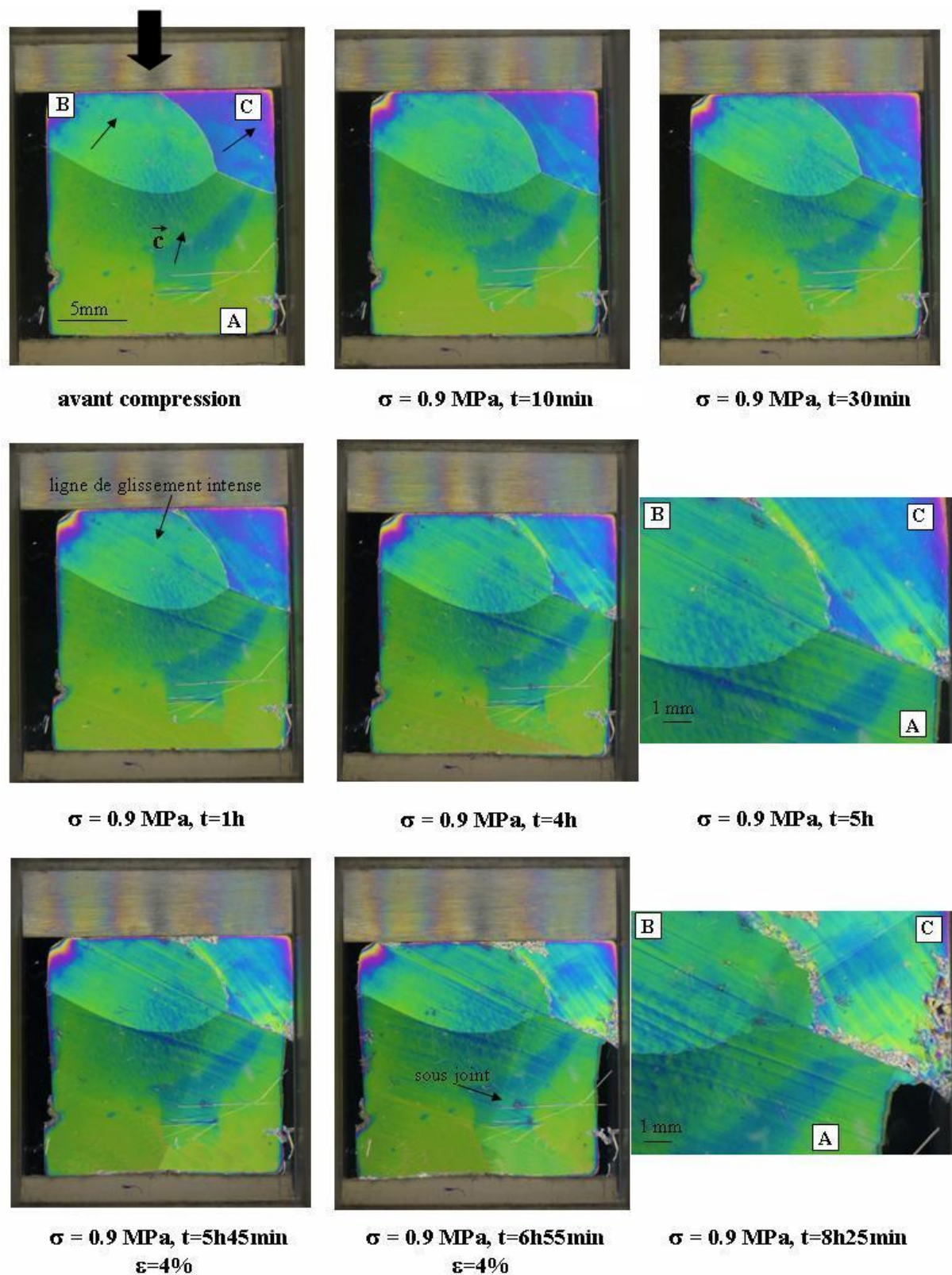
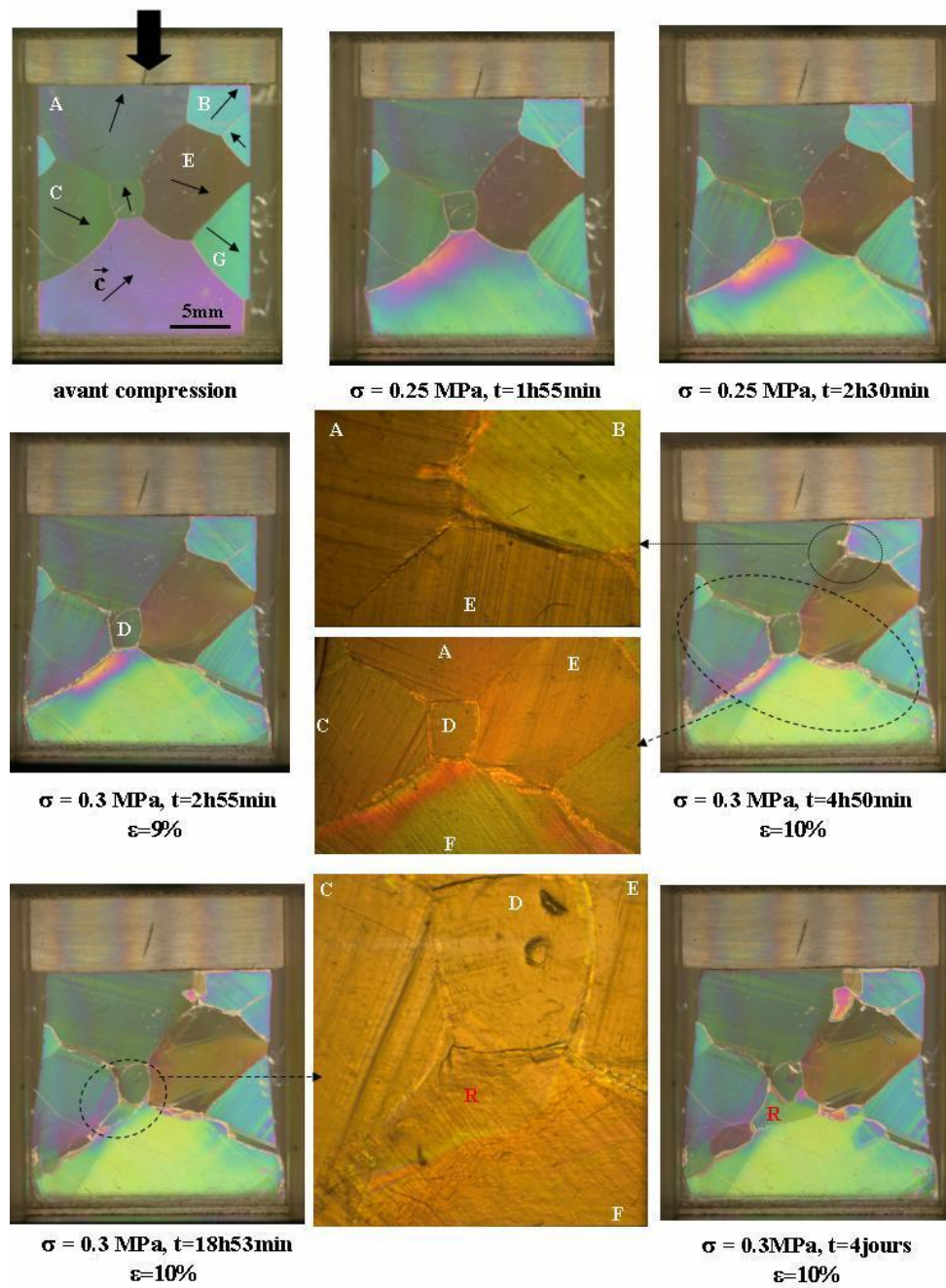


FIG. IV.55 – Suivi de la déformation du tricristal T15-2(β) en lumière polarisée. Un glissement intense sur le plan de base se produit près du joint de grains A-C.

IV.3 Compression d'un multicristal

FIG. IV.56 – Observation entre polariseurs croisés de la déformation d'un multicristal à -10°C .

Annexe V

Détermination des orientations cristallographiques

La majeure partie des cristaux utilisés dans cette étude ont été orientés à l'aide des clichés de diffraction obtenus à l'ILL par refocalisation des rayons X. Le repère lié à la salle est noté $\{\mathbf{S}_1, \mathbf{S}_2, \mathbf{S}_3\}$ (Fig. V.1) : \mathbf{S}_1 est parallèle au faisceau direct (horizontal), \mathbf{S}_3 est dirigé selon la verticale. L'ensemble des rotations du goniomètre permet de positionner l'axe c du cristal selon \mathbf{S}_3 ou selon \mathbf{S}_2 . Comme les angles de Bragg sont faibles dans les conditions de diffraction expérimentales, on peut avec une précision de quelques degrés, obtenir l'orientation des axes du cristal (a_1, a_2, c) par rapport à ceux du repère de la presse.

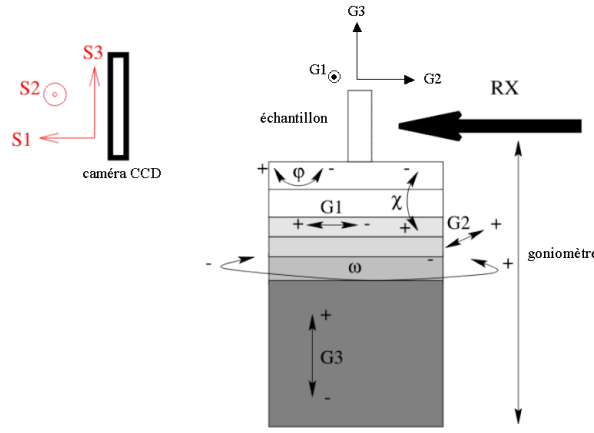


FIG. V.1 – Schéma du dispositif expérimental et différentes rotations du goniomètre.

V.1 Changement de base goniomètre/salle de mesure

On souhaite passer du repère $\{\mathbf{G}_1, \mathbf{G}_2, \mathbf{G}_3\}$ lié au goniomètre de l'ILL au repère $\{\mathbf{S}_1, \mathbf{S}_2, \mathbf{S}_3\}$ de la salle de mesure (Fig. V.1).

La matrice de changement de base \mathbf{R}^{GS} qui permet de passer du repère du goniomètre à celui rattaché à la salle est définie par

$$\mathbf{S}_i = R_{ij}^{GS} \mathbf{G}_j \quad (\text{V.1})$$

Son expression à partir des trois rotations ϕ, χ et ψ est

$$\mathbf{R}^{GS} = \begin{pmatrix} \cos \omega \cos \phi - \sin \omega \sin \chi \sin \phi & -\sin \omega \cos \chi & -\sin \phi \cos \omega - \sin \omega \sin \chi \cos \phi \\ \sin \omega \cos \phi + \cos \omega \sin \chi \sin \phi & \cos \omega \cos \chi & -\sin \omega \sin \phi + \cos \omega \sin \chi \cos \phi \\ \cos \chi \sin \phi & -\sin \chi & \cos \chi \cos \phi \end{pmatrix} \quad (\text{V.2})$$

V.2 Changement de base presse/goniomètre

Pour des raisons expérimentales, liées à l'encombrement de la cellule, aux orientations cristallographiques des grains et aux limites des rotations du goniomètre, il est nécessaire d'incliner la presse en chambre froide d'un angle α , généralement de l'ordre de 15° (Fig.

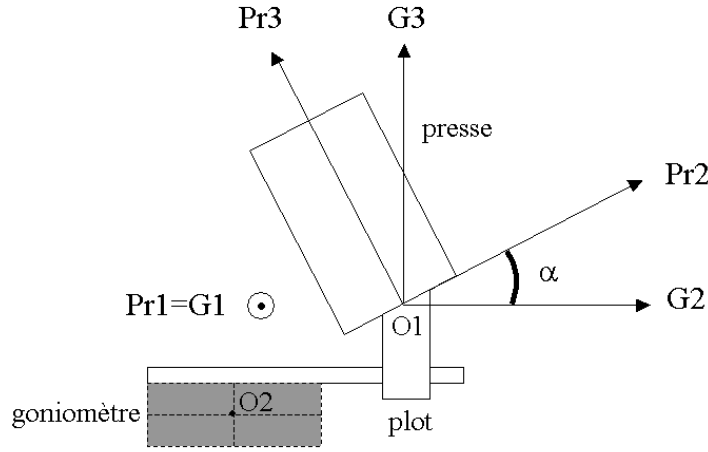


FIG. V.2 – *Changement de base repère lié au goniomètre – repère lié à la presse. La presse est inclinée d'un angle α autour de $Pr1$. En première approximation le centre du goniomètre $O2$ est supposé confondu avec celui de la presse $O1$.*

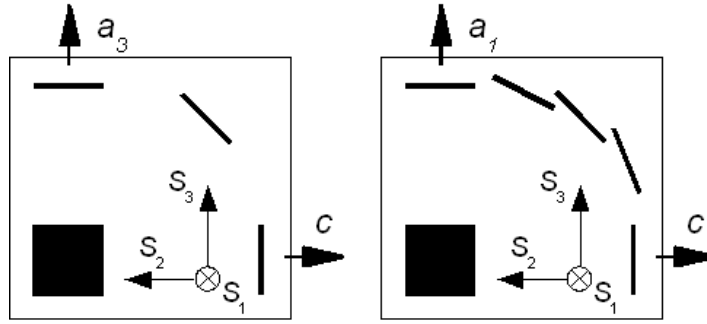


FIG. V.3 – *Diagrammes de diffraction à 3 et 5 taches. Cas de l'axe c horizontal.*

V.2). La matrice de changement de base \mathbf{R}^{PG} qui permet de passer du repère de la presse $\{\mathbf{Pr}_1, \mathbf{Pr}_2, \mathbf{Pr}_3\}$ à celui rattaché au goniomètre est définie par

$$\mathbf{G}_i = R_{ij}^{PG} \mathbf{Pr}_j \quad (\text{V.3})$$

En faisant l'hypothèse que le centre de rotation $O1$ est confondu avec $O2$ on a

$$\mathbf{R}^{PG} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \alpha & -\sin \alpha \\ 0 & \sin \alpha & \cos \alpha \end{pmatrix} \quad (\text{V.4})$$

V.3 Changement de base cristal–presse : cas de l'axe c horizontal

V.3.1 Les différentes configurations

La Figure V.3 montre les deux types de diagrammes de diffraction typiques obtenus lorsque l'axe c est horizontal et orienté parallèlement à l'axe de la salle \mathbf{S}_2 . Dans les conditions de diffraction présentée ici les angles de Bragg sont faibles et les deux familles de plans cristallographiques liées aux axes de zone $[10\bar{1}0]$ (cliché à 3 taches) ou $[11\bar{2}0]$ (cliché à 5 taches) peuvent être imagées (Fig V.3). La figure V.4 représente le plan de base de la glace et les différents axes utilisés par la suite. D'après cette figure, les axes a_1 , a_2 et a_3 et c de la structure hexagonale sont reliés aux axes $[10\bar{1}0]$ et $[\bar{2}110]$ par $\mathbf{S}_2 = -\mathbf{c}$ et $\mathbf{S}_3 = \mathbf{a}$.

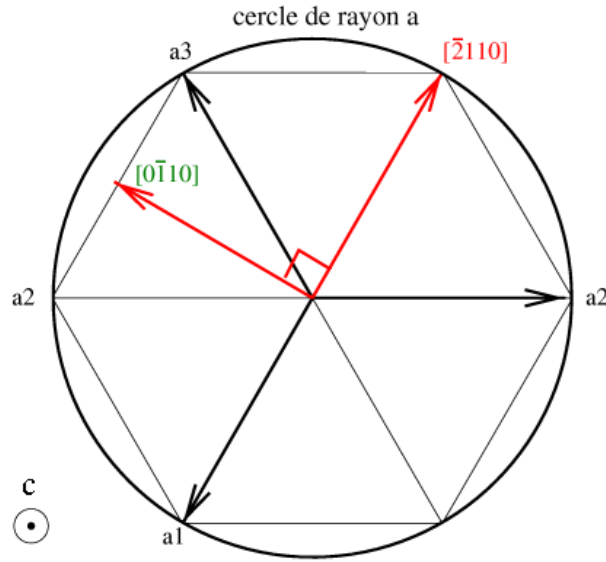


FIG. V.4 – Schéma du plan de base d'un cristal de glace.

V.3.2 Expression des changements de base

Le changement de base permettant de passer du repère du cristal au repère de la presse se calcule à partir des relations précédentes et des matrices V.4 et V.2.

Changement de base pour un cliché à 3 taches avec axe c horizontal.

Après calcul il vient

$$\begin{aligned}
 \mathbf{a}_1 = & (-\cos \chi \sin \varphi - 0.5(\cos \omega \cos \varphi - \sin \omega \sin \chi \sin \varphi)) \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (\sin \chi \cos \alpha - \sin \alpha \cos \chi \cos \varphi - 0.5(-\sin \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha)) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (-\sin \alpha \sin \chi - \cos \chi \cos \varphi \cos \alpha - 0.5(\sin \alpha \sin \omega \cos \chi - \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha)) \mathbf{Pr}_3 \\
 \mathbf{a}_2 = & (-\cos \omega \cos \varphi + \sin \omega \sin \chi \sin \varphi) \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (\sin \omega \cos \chi \cos \alpha + \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (-\sin \alpha \sin \omega \cos \chi + \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha) \mathbf{Pr}_3 \\
 \mathbf{c} = & (\sin \omega \cos \varphi + \cos \omega \sin \chi \sin \varphi) \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (\cos \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \omega \sin \varphi \sin \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (-\sin \alpha \cos \omega \cos \chi - \sin \omega \sin \varphi \cos \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha) \mathbf{Pr}_3
 \end{aligned} \tag{V.5}$$

Changement de base pour un cliché à 5 taches avec axe c horizontal.

Après calcul il vient

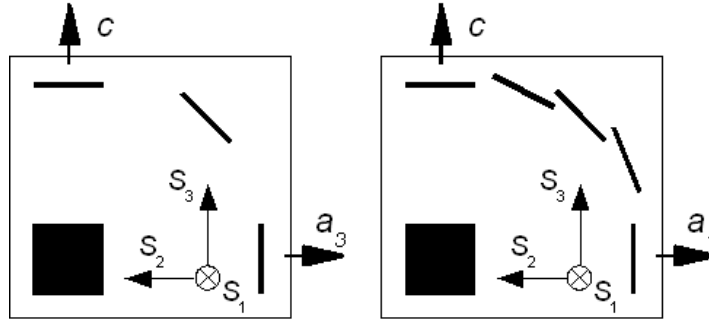


FIG. V.5 – Diagrammes de diffraction à 3 et 5 taches. Cas de l'axe c horizontal.

$$\begin{aligned}
 \mathbf{a}_1 = & (-\cos \omega \cos \varphi + \sin \omega \sin \chi \sin \varphi - 0.5 \cos \chi \sin \varphi) \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (\sin \omega \cos \chi \cos \alpha + \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha \\
 & - 0.5(-\sin \chi \cos \alpha + \sin \alpha \cos \chi \cos \varphi)) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (-\sin \alpha \sin \omega \cos \chi + \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha \\
 & - 0.5(\sin \alpha \sin \chi + \cos \chi \cos \varphi \cos \alpha)) \mathbf{Pr}_3 \\
 \mathbf{a}_2 = & \cos \chi \sin \varphi \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (-\sin \chi \cos \alpha + \sin \alpha \cos \chi \cos \varphi) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (\sin \alpha \sin \chi + \cos \chi \cos \varphi \cos \alpha) \mathbf{Pr}_3 \\
 \mathbf{c} = & (-\sin \omega \cos \varphi - \cos \omega \sin \chi \sin \varphi) \mathbf{Pr}_1 + \\
 & (-\cos \omega \cos \chi \cos \alpha + \sin \omega \sin \varphi \sin \alpha - \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha) \mathbf{Pr}_2 + \\
 & (\sin \alpha \cos \omega \cos \chi + \sin \omega \sin \varphi \cos \alpha - \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha) \mathbf{Pr}_3
 \end{aligned} \tag{V.6}$$

V.4 Changement de base cristal–presse : cas de l'axe c vertical

V.4.1 Les différentes configurations

La Figure V.5 montre les deux types de diagrammes de diffraction obtenus lorsque l'axe c est vertical et orienté parallèlement à l'axe de la salle \mathbf{S}_3 .

Comme précédemment, le changement de base permettant de passer du repère du cristal au repère de la presse se calcule à partir des relations précédentes et des matrices V.4 et V.2.

V.4.2 Expression des changements de base

Changement de base pour un cliché à 3 taches avec axe c vertical.

$$\begin{aligned}
\mathbf{a}_1 &= (\sin \omega \cos \varphi + \cos \omega \sin \chi \sin \varphi \\
&\quad - 0.5(\cos \omega \cos \varphi - \sin \omega \sin \chi \sin \varphi))\mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (\cos \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \omega \sin \varphi \sin \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha \\
&\quad - 0.5(-\sin \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha))\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (-\sin \alpha \cos \omega \cos \chi - \sin \omega \sin \varphi \cos \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha \\
&\quad - 0.5(\sin \alpha \sin \omega \cos \chi - \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha))\mathbf{Pr}_3 \\
\mathbf{a}_2 &= (\cos \omega \cos \varphi - \sin \omega \sin \chi \sin \varphi)\mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (-\sin \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha)\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (\sin \alpha \sin \omega \cos \chi - \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha - \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha)\mathbf{Pr}_3 \\
\mathbf{c} &= \cos \chi \sin \varphi \mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (-\sin \chi \cos \alpha + \sin \alpha \cos \chi \cos \varphi)\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (\sin \alpha \sin \chi + \cos \chi \cos \varphi \cos \alpha)\mathbf{Pr}_3
\end{aligned} \tag{V.7}$$

Changement de base pour un cliché à 5 taches avec axe c vertical.

$$\begin{aligned}
\mathbf{a}_1 &= (-\cos \omega \cos \varphi + \sin \omega \sin \chi \sin \varphi \\
&\quad + 0.5(\sin \omega \cos \varphi + \cos \omega \sin \chi \sin \varphi))\mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (\sin \omega \cos \chi \cos \alpha + \sin \varphi \cos \omega \sin \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha \\
&\quad + 0.5(\cos \omega \cos \chi \cos \alpha - \sin \omega \sin \varphi \sin \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha))\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (-\sin \alpha \sin \omega \cos \chi + \sin \varphi \cos \omega \cos \alpha + \sin \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha \\
&\quad + 0.5(-\sin \alpha \cos \omega \cos \chi - \sin \omega \sin \varphi \cos \alpha + \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha))\mathbf{Pr}_3 \\
\mathbf{a}_2 &= (-\sin \omega \cos \varphi - \cos \omega \sin \chi \sin \varphi)\mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (-\cos \omega \cos \chi \cos \alpha + \sin \omega \sin \varphi \sin \alpha - \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \sin \alpha)\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (\sin \alpha \cos \omega \cos \chi + \sin \omega \sin \varphi \cos \alpha - \cos \omega \sin \chi \cos \varphi \cos \alpha)\mathbf{Pr}_3 \\
\mathbf{c} &= \cos \chi \sin \varphi \mathbf{Pr}_1 + \\
&\quad (-\sin \chi \cos \alpha + \sin \alpha \cos \chi \cos \varphi)\mathbf{Pr}_2 + \\
&\quad (\sin \alpha \sin \chi + \cos \chi \cos \varphi \cos \alpha)\mathbf{Pr}_3
\end{aligned} \tag{V.8}$$

V.4.3 Mesure des orientations à la platine universelle

L'observation des lames minces de glace avec une platine universelle placée en chambre froide permet de mesurer l'orientation de l'axe c par rapport aux axes de la lame mince (Fig. V.6). Le repère de la lame mince et celui de la presse sont confondus.

Les vecteurs de base du repère presse sont

$$\mathbf{Pr}_1 = \sin \gamma \mathbf{c} \quad \mathbf{Pr}_2 = \cos \gamma \cos \psi \mathbf{c} \quad \mathbf{Pr}_3 = \cos \gamma \sin \psi \mathbf{c} \tag{V.9}$$

Pour estimer l'erreur de mesure on compare l'orientation de l'axe c mesurée avec la platine universelle à celle mesurée par diffraction aux X-durs refocalisés pour le grain A de l'échantillon T75-1(β).

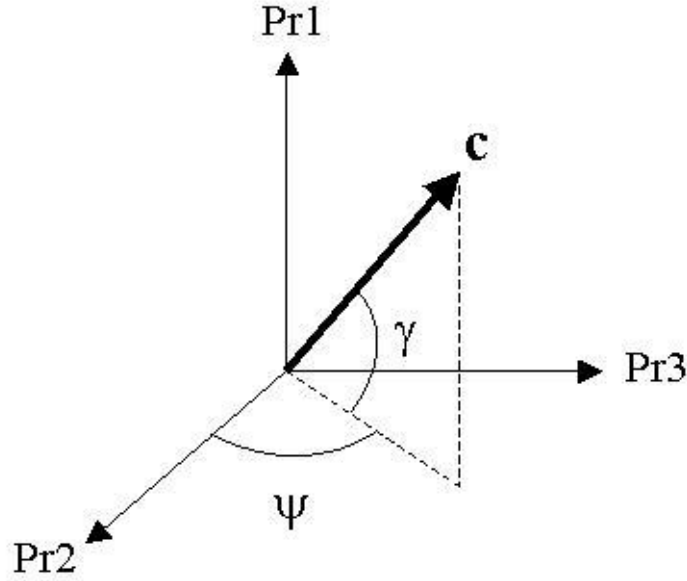


FIG. V.6 – Représentation de l'axe c dans le repère de la presse.

On note $\beta = (\frac{\pi}{2} - \psi)$ l'angle entre la projection de l'axe c dans le plan $(\mathbf{Pr}_2, \mathbf{Pr}_3)$ et l'axe de compression \mathbf{Pr}_3 . L'angle entre \mathbf{Pr}_1 et l'axe c est égal à $\frac{\pi}{2} - \gamma$.

La mesure à la platine universelle donne un axe c à environ 73° de l'axe de compression, contenu dans le plan de l'échantillon. Les angles du goniomètre relevés en X-durs refocalisés sont (Fig. V.1) : $\omega = -2.5^\circ$, $\varphi = -17.2^\circ$, $\chi = 5.5^\circ$ et l'inclinaison de la presse sur son support vaut $\alpha = 18^\circ$ (Fig. V.2).

D'après (V.9), on trouve avec la mesure à la platine universelle $\gamma = 0^\circ$ et $\beta = 73^\circ$ tandis que par diffraction X refocalisés et d'après (V.8), il vient $\gamma = 4^\circ$ et $\beta = 76.6^\circ$. Ce désaccord est dû essentiellement aux incertitudes liées à l'utilisation de la platine universelle. Il pourrait être amélioré en prenant en compte le décalage entre l'axe du support de presse et l'axe du goniomètre (Fig. V.2).

Annexe VI

Réticulométrie

VI.1 Tenseur densité de dislocations

Le tenseur densité de dislocations, ou tenseur de Nye, est défini comme (Sun et al., 2000)

$$\boldsymbol{\alpha} = \sum_1^N \rho^{(s)} \mathbf{b}^{(s)} \otimes \boldsymbol{\xi}^{(s)} . \quad (\alpha_{ij} = \sum_1^N \rho^{(s)} b_i^{(s)} \xi_j^{(s)}) , \quad (\text{VI.1})$$

où N est le nombre de dislocations de type (s) de vecteur de Burgers $\mathbf{b}^{(s)}$ et dont la ligne a pour vecteur unitaire $\boldsymbol{\xi}^{(s)}$.

Le sens physique des composantes de $\boldsymbol{\alpha}$ est illustré schématiquement sur la Figure VI.1.

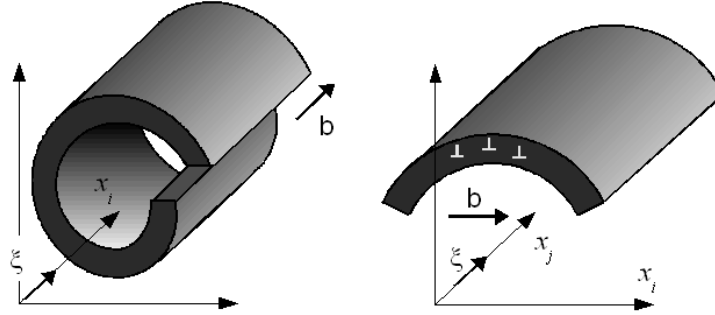


FIG. VI.1 – Composantes du tenseur de Nye.

VI.2 Relation entre $\boldsymbol{\alpha}$ et le gradient de déplacement

Les relations entre $\boldsymbol{\alpha}$ et la courbure du réseau, ou le gradient d'orientation cristalline, sont développées dans la littérature (voir, entre autres, Sun et al. (2000); Gurtin (2002); El-Dasher et al. (2003); Fivel et Forest (2004); Hartley and Mishin (2005)), avec souvent des notations contradictoires. Pour tenter d'en obtenir une vue cohérente nous les rappelons brièvement ici.

Par définition le gradient de transformation \mathbf{F} faisant passer de l'état initial \mathbf{X} à l'état déformé \mathbf{x} est tel que

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F}d\mathbf{X} . \quad (\text{VI.2})$$

Il est décomposé en une partie plastique et une partie élastique selon :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}^e \cdot \mathbf{F}^p . \quad (\text{VI.3})$$

La transformation plastique \mathbf{F}^p décrit le passage de l'état initial \mathbf{X} à une configuration intermédiaire "relâchée" \mathbf{x}^* dans laquelle l'élément de volume est libéré des contraintes appliquées, et pour laquelle on choisit comme orientation cristalline celle de l'état non déformé. La transformation élastique \mathbf{F}^e décrit le passage de la configuration intermédiaire \mathbf{x}^* à l'état actuel déformé \mathbf{x} .

Notant \mathbf{u} le champ de déplacement, le gradient de déplacement \mathbf{H} défini par

$$\mathbf{H} = \text{grad}(\mathbf{u}) = \nabla \mathbf{u} \quad (H_{ij} = u_{i,j}) , \quad (\text{VI.4})$$

est aussi décomposé en une partie élastique \mathbf{H}^e et une partie plastique \mathbf{H}^p .

Dans le cadre des petites déformations et rotations, on peut écrire pour le gradient de transformation et chacune de ses composantes

$$\mathbf{F} = \mathbf{I} + \mathbf{H} , \quad \mathbf{F}^e = \mathbf{I} + \mathbf{H}^e , \quad \mathbf{F}^p = \mathbf{I} + \mathbf{H}^p , \quad (\text{VI.5})$$

ce qui revient à adopter une décomposition additive pour le gradient de déplacement

$$\mathbf{H} = \mathbf{H}^e + \mathbf{H}^p . \quad (\text{VI.6})$$

D'autre part, l'hypothèse des petites déformations et rotations permet d'exprimer simplement les inverses de \mathbf{F}^e , \mathbf{F}^p et \mathbf{F} comme

$$\mathbf{F}^{e-1} = \mathbf{I} - \mathbf{H}^e , \quad \mathbf{F}^{p-1} = \mathbf{I} - \mathbf{H}^p , \quad \mathbf{F}^{-1} = \mathbf{I} - \mathbf{H} = \mathbf{I} - \mathbf{H}^e - \mathbf{H}^p . \quad (\text{VI.7})$$

Soit maintenant un circuit fermé Γ tracé dans la configuration intermédiaire et S une surface s'appuyant sur Γ . Ce circuit étant fermé on a

$$\oint_{\Gamma} \mathbf{t} d\Gamma = \oint_{\Gamma} d\mathbf{x}^* d\Gamma = 0, \quad (\text{VI.8})$$

où \mathbf{t} est le vecteur unitaire tangent à Γ ("condition de continuité").

Le vecteur de Burgers \mathbf{B} qui représente le défaut de fermeture dans la configuration initiale dû à la présence des dislocations est donné par l'intégrale sur le même contour Γ de $d\mathbf{X}$, soit

$$\mathbf{B} = \oint_{\Gamma} d\mathbf{X} d\Gamma = \oint_{\Gamma} \mathbf{F}^{p-1} d\mathbf{x}^* d\Gamma . \quad (\text{VI.9})$$

En tenant compte de (VI.7) et (VI.8) il vient

$$\mathbf{B} = \oint_{\Gamma} (\mathbf{I} - \mathbf{H}^p) d\mathbf{x}^* d\Gamma = - \oint_{\Gamma} \mathbf{H}^p d\mathbf{x}^* d\Gamma = - \oint_{\Gamma} \mathbf{H}^p \mathbf{t} d\Gamma . \quad (\text{VI.10})$$

En appliquant le théorème de Stokes à chaque composante de \mathbf{B} on obtient

$$\mathbf{B} = - \int_S \text{rot } \mathbf{H}^p \cdot \mathbf{n} dS , \quad (\text{VI.11})$$

où S est une surface de normale unitaire \mathbf{n} s'appuyant sur Γ , et la notation "rotationnel d'un tenseur" se développe comme

$$(\text{rot } \mathbf{H}^p)_{ij} = \epsilon_{jkl} H_{il,k}^p , \quad (\text{VI.12})$$

où ϵ_{ijk} est le symbole de Levi-Civita ($\epsilon_{ijk} = 0$, sauf $\epsilon_{123} = \epsilon_{231} = \epsilon_{312} = 1$ et $\epsilon_{132} = \epsilon_{213} = \epsilon_{321} = -1$).

Comme $\text{rot } \nabla \mathbf{u} = 0$ (ceci découle de l'application du théorème de Stokes à la circulation de $\nabla \mathbf{u}$ sur un circuit fermé qui est nulle, ou plus directement de (VI.12)), il vient d'après (VI.4) et (VI.6) :

$$\text{rot } \mathbf{H}^e + \text{rot } \mathbf{H}^p = 0 , \quad (\text{VI.13})$$

et par conséquent le vecteurs de Burgers (VI.11) peut aussi s'exprimer en fonction du gradient de déplacement élastique

$$\mathbf{B} = \int_S \text{rot } \mathbf{H}^e \cdot \mathbf{n} dS , \quad (\text{VI.14})$$

Le tenseur de Nye α est relié au vecteur de Burgers par la relation

$$d\mathbf{B} = \alpha \cdot \mathbf{n} dS, \quad (\text{VI.15})$$

où dS est une aire élémentaire de normale \mathbf{n} traversée par une distribution de lignes de dislocations. Pour une surface S s'appuyant le circuit Γ

$$\mathbf{B} = \int_S \alpha \cdot \mathbf{n} dS, \quad (\text{VI.16})$$

et d'après (VI.14)

$$\alpha = \text{rot } \mathbf{H}^e. \quad (\text{VI.17})$$

En exprimant \mathbf{H}^e comme la somme du tenseur des déformations infinitésimales ϵ^e et du tenseur des rotations infinitésimales ω^e il vient

$$\alpha = \text{rot } \epsilon^e + \text{rot } \omega^e. \quad (\text{VI.18})$$

Selon (VI.5), lors d'une transformation élastique infinitésimale un vecteur unitaire \mathbf{v}^* repérant une direction cristallographique est transformé par rotation (de corps solide) en \mathbf{v} unitaire tel que

$$\mathbf{v} = \mathbf{r} \cdot \mathbf{v}^*, \quad (\text{VI.19})$$

où la matrice de rotation \mathbf{r} est

$$\mathbf{r} = (\mathbf{I} + \omega^e). \quad (\text{VI.20})$$

En un point donné, l'orientation actuelle (état déformé) du réseau cristallin se déduit de celle dans l'état non déformé par la rotation \mathbf{r} .

Avec cette notation, et en utilisant (VI.12), les composantes du tenseur de Nye s'expriment comme

$$\alpha_{ij} = \epsilon_{jkl}(\epsilon_{il,k}^e + r_{il,k}). \quad (\text{VI.21})$$

Dans la suite nous négligeons le gradient de la déformation élastique $\epsilon_{il,k}^e$ de sorte que α est approché par

$$\alpha_{ij} = \epsilon_{jkl} r_{il,k}. \quad (\text{VI.22})$$

Dans la mesure où seule la courbure du réseau intervient on peut admettre que α est lié aux dislocations géométriquement nécessaires.

En principe, la mesure des rotations du réseau cristallin sur les clichés de diffraction permet d'accéder aux $r_{il,k}$ et donc aux 9 composantes de α .

Dans le cas particulier (académique) où le nombre N de types de dislocations ($\mathbf{b}^{(s)}, \xi^{(s)}$) dans (VI.1) est limité à 9, on peut en principe résoudre le système (VI.1) de 9 équations aux inconnues $\rho^{(s)}$. En pratique, si on choisit des familles de dislocations qui respectent la symétrie hexagonale (pour ne pas préjuger des dislocations mises en jeu), on obtient un système (VI.1) qui est singulier.

Dans le cas plus général où le nombre de dislocations est supérieur à 9 on ne peut espérer obtenir qu'une densité ($\sum_1^N \rho^{(s)}$) minimale en ayant recours à des méthodes d'optimisation (e.g., Sun et al. (2000); El-Dasher et al. (2003)).

En l'absence d'information sur la nature des dislocations mises en jeu nous nous contenterons ici d'une estimation de la densité de dislocations basée sur des considérations dimensionnelles :

$$\rho_{GN} = J_2(\alpha)/b, \quad (\text{VI.23})$$

où b est une longueur de vecteur de Burgers caractéristique (4.5\AA) et $J_2(\alpha) = \sqrt{\alpha_{ij}\alpha_{ij}}$ est le deuxième invariant de α qui caractérise son intensité. Les résultats pour les gros grains des deux tricristaux étudiés sont donnés dans les figures de l'Annexe IV.

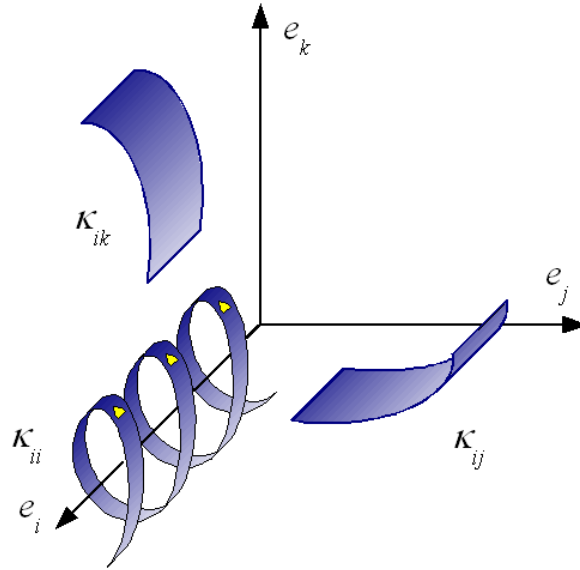


FIG. VI.2 – Composantes du tenseur de courbure.

VI.3 Relation entre α et le tenseur de courbure

Du point de vue du comportement mécanique, il est plus facile d'interpréter la distortion du réseau cristallin en termes de tenseur de courbure.

La rotation \mathbf{r} dans (VI.19) peut être représentée par une rotation autour d'un vecteur axial Φ tel que, pour tout vecteur \mathbf{v}

$$\Phi \times \mathbf{v} = \mathbf{r} \cdot \mathbf{v} , \quad (\text{VI.24})$$

soit en explicitant les composantes

$$\Phi_1 = -r_{23} \quad \Phi_2 = -r_{31} \quad \Phi_3 = -r_{12} . \quad (\text{VI.25})$$

De façon synthétique, en tenant compte du fait que \mathbf{r} est antisymétrique, les composantes de Φ s'écrivent

$$\Phi_i = -\frac{1}{2} \epsilon_{ikl} r_{kl} . \quad (\text{VI.26})$$

La courbure représente la variation spatiale de Φ . Elle est donc exprimée comme un tenseur κ dont les composantes sont les dérivées partielles de Φ

$$\kappa = \text{grad}(\Phi) = \nabla \Phi \quad (\kappa_{ij} = \Phi_{i,j}) . \quad (\text{VI.27})$$

La composante κ_{ii} , dérivée de Φ_i par rapport à x_i , représente une torsion autour de l'axe i et κ_{ij} représente une flexion du plan (i,j) autour de l'axe i (Fig. VI.2).

Compte tenu de (VI.26) les composantes de κ s'expriment en fonction de celles de \mathbf{r} comme

$$\kappa_{ij} = \Phi_{i,j} = -\frac{1}{2} \epsilon_{ikl} r_{kl,j} . \quad (\text{VI.28})$$

Cette relation présente des similarités avec celle des composantes du tenseur de Nye (VI.22). En développant les composantes de κ et α , on montre facilement que, parce que \mathbf{r} est antisymétrique,

$$\alpha_{ij} = -\kappa_{ji} + \kappa_{mm} \delta_{ij} \quad \Longleftrightarrow \quad \kappa_{ij} = -\alpha_{ji} + \frac{1}{2} \alpha_{mm} \delta_{ij} , \quad (\text{VI.29})$$

où κ_{mm} et α_{mm} sont les traces de κ et α , et δ_{ij} est le symbole de Kronecker.

Les composantes du tenseur de courbure calculées selon (VI.29) sont montrées sur les figures de l'Annexe IV.

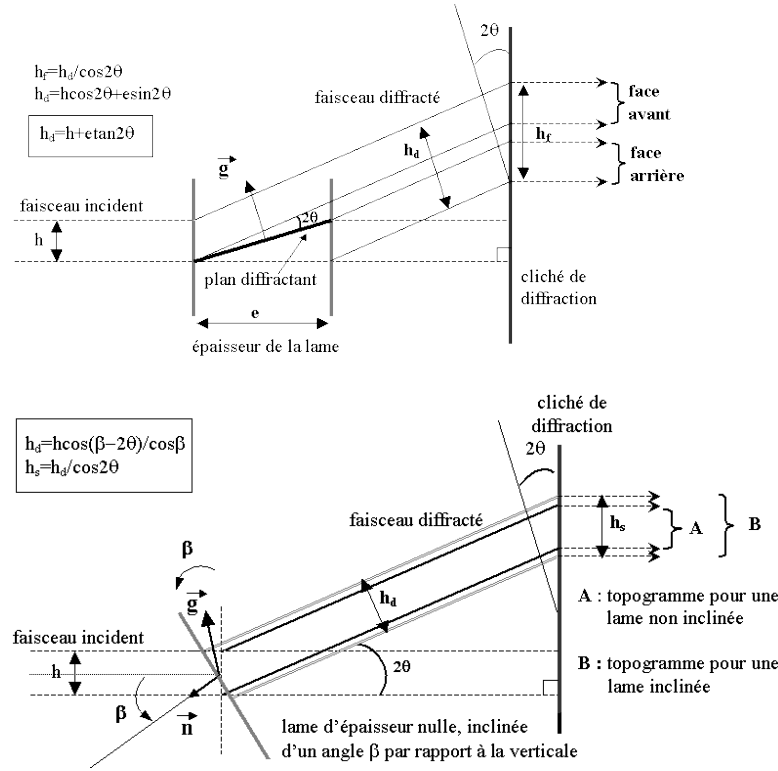


FIG. VI.3 – Coupe dans le plan des rayons incident et diffracté a) lame d'épaisseur e perpendiculaire au rayon incident, b) lame d'épaisseur nulle inclinée par rapport au faisceau incident.

VI.4 Effet de l'inclinaison et de l'épaisseur de la lame

Les lames de glace utilisées ont une épaisseur e de 1 ± 0.3 mm. Si les angles de Bragg ne sont pas faibles (dans nos expériences il reste inférieur à 6°), on ne peut alors négliger cette épaisseur car elle entraîne une superposition des rayons diffractés. De plus, lors des essais, les lames de glace ne sont pas, en général, perpendiculaires au faisceau incident. Cette inclinaison induit elle aussi une déformation des clichés diffractés qu'il faut prendre en compte (Fig. VI.3).

On définit deux faces pour la lame, une face dite "avant" par laquelle pénètre le faisceau incident et une face dite "arrière" qui regarde le film photosensible.

La face avant est définie sur la Figure VI.4 par le parallélogramme $A_s^+, B_s^+, C_s^+, D_s^+$, et la face arrière par $A_s^-, B_s^-, C_s^-, D_s^-$. La normale au plan de la lame est notée \mathbf{n} de composantes (n_x, n_y, n_z) dans le repère $(\mathbf{e}_x, \mathbf{e}_y, \mathbf{e}_z)$. Considérons un plan \mathcal{P} parallèle au plan moyen de la lame et distant de ce dernier de λe . Soit un point M_s du plan moyen et P sa projection parallèlement à \mathbf{n} sur \mathcal{P} . La projection de M_s sur le plan \mathcal{P} parallèlement à \mathbf{e}_z va quant à elle se retrouver en M_P .

On a donc :

$$\overrightarrow{M_s M_P} = \mu \mathbf{e}_z \quad \overrightarrow{M_s P} = \lambda e \mathbf{n} \quad \text{et} \quad \overrightarrow{M_P P} \cdot \mathbf{n} = 0, \quad (\text{VI.30})$$

soit

$$(\mu \mathbf{e}_z - \lambda e \mathbf{n}) \cdot \mathbf{n} = 0, \quad (\text{VI.31})$$

donc

$$\mu = \frac{\lambda e}{n_z}. \quad (\text{VI.32})$$

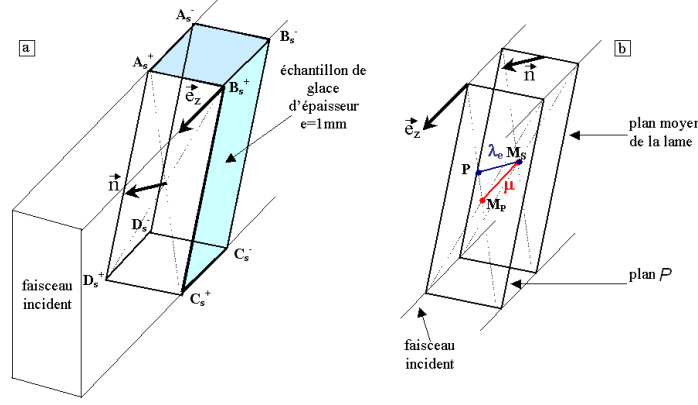


FIG. VI.4 – Section d'une lame d'épaisseur e , de normale \mathbf{n} , éclairée par un faisceau incident parallèle à \mathbf{e}_Z .

Soient M^* de coordonnées (X_s^*, Y_s^*, Z_s^*) un point particulier du plan moyen la lame et M_s de coordonnées (X_s, Y_s, Z_s) un point quelconque du plan moyen. L'équation du plan moyen de normale \mathbf{n} est

$$n_X(X_s - X_s^*) + n_Y(Y_s - Y_s^*) + n_Z(Z_s - Z_s^*) = 0. \quad (\text{VI.33})$$

Un rayon du faisceau incident passant par le point de coordonnées (X_i, Y_i) intercepte alors le plan moyen de la lame au point M_s de coordonnées telles que :

$$X_s = X_i, \quad Y_s = Y_i, \quad Z_s = Z_s^* - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z}. \quad (\text{VI.34})$$

Les coordonnées du point M_P sur le plan \mathcal{P} sont donc déduites de celles de M_s par

$$X_P = X_i, \quad Y_P = Y_i, \quad Z_P = \frac{\lambda e}{n_Z} + Z_s^* - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z}, \quad (\text{VI.35})$$

Les coordonnées de la projection M_f de M_P sur le film sont obtenues à l'aide de l'équation (3.9) :

$$\begin{aligned} X_f &= X_P + \left(\frac{\lambda e}{n_Z} + Z_s^* - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z} \right) \frac{2g_X g_Z}{1 - 2g_Z^2}, \\ Y_f &= Y_P + \left(\frac{\lambda e}{n_Z} + Z_s^* - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z} \right) \frac{2g_Y g_Z}{1 - 2g_Z^2}. \end{aligned} \quad (\text{VI.36})$$

En comparant l'équation (3.9) avec VI.36, il est possible d'étudier deux cas particuliers extrêmes :

- Si la lame est perpendiculaire au faisceau incident ($n_X = n_Y = 0, n_Z = 1$) alors les images des faces (avant - arrière) se superposent, décalées l'une de l'autre de :

$$\Delta X = e \frac{2g_X g_Z}{1 - 2g_Z^2}, \quad \Delta Y = e \frac{2g_Y g_Z}{1 - 2g_Z^2}. \quad (\text{VI.37})$$

- Si la lame est inclinée, avec une épaisseur nulle ($e=0$), alors les images sont modifiées par :

$$\Delta X = - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z} \frac{2g_X g_Z}{1 - 2g_Z^2}, \quad \Delta Y = - \frac{n_X(X_i - X_s^*) + n_Y(Y_i - Y_s^*)}{n_Z} \frac{2g_Y g_Z}{1 - 2g_Z^2} \quad (\text{VI.38})$$

En pratique, pour les mesures de réticulographie, il convient de toujours mesurer les coordonnées des points d'une même face (au moins pour les échantillons non déformés) et de tenir compte de l'inclinaison de la lame.

Annexe VII

Quelques remarques sur la diffraction

VII.1 Configurations couramment observées

Les plans cristallographiques ayant une rangée d'atomes en commun, leur axe de zone, sont diffractés selon un cône dont l'axe est l'axe de zone et dont une génératrice est le rayon incident. Les schémas de la figure VII.1 représentent les deux axes de zones qui génèrent les deux types de cônes de diffraction habituellement obtenus en lumière polychromatique.

Dans le cas de l'axe de zone $[10\bar{1}0]$, en raison des conditions d'extinction seuls trois topogrammes des plans cristallins sont visibles très nettement en diffraction : ce sont les plans (0002) , $(1\bar{2}10)$ et $(1\bar{2}12)$. Dans ce cas on dit pour faire court que l'on a un "topogramme à 3 taches".

Dans le cas de l'axe de zone $[11\bar{2}0]$, les plans diffractés de façon très nette sont plus nombreux : ce sont les plans (0002) , $(1\bar{1}00)$, $(1\bar{1}01)$, $(1\bar{1}02)$ et $(1\bar{1}03)$. On a alors un "topogramme à 5 taches".

Une rotation de 30° autour de l'axe c est nécessaire pour passer de l'axe de zone $[10\bar{1}0]$ à l'axe de zone $[11\bar{2}0]$.

L'intensité diffractée par un plan cristallographique est dépendante, entre autres, de la densité d'atomes d'oxygène par unité de surface se trouvant dans ce plan. Plus cette densité est faible, plus l'intensité est faible et moins le topogramme est visible sur le cliché de diffraction pour un temps donné d'exposition. Par exemple, pour l'axe de zone $[1\bar{1}00]$ les topogrammes des plans pyramidaux de fort indices de Miller, faiblement denses, ne sont pas utilisables pour des temps d'exposition raisonnables car ils sont trop peu visibles sur le cliché de diffraction.

VII.2 Détermination du vecteur de Burgers en RX polychromatiques

D'après les conditions d'extinction des dislocations (relation (2.5) du Chapitre 2 toutes les dislocations de vecteurs de Burgers $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ (vis et coin, basales ou pas) sont visibles dans le topogramme du plan $(11\bar{2}0)$. En revanche, dans le topogramme du plan $(1\bar{1}00)$, seules les dislocations (vis et coin, basales ou pas) de vecteur de Burgers \vec{a}_1 et \vec{a}_2 sont visibles, ainsi que les coins non basales de vecteur de Burgers \vec{a}_3 . De même les dislocations (vis et coin basales) de vecteur de Burgers \vec{a}_2 ne sont pas visibles dans le topogramme

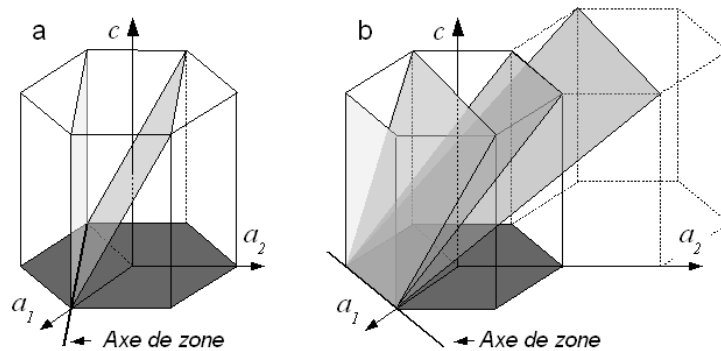


FIG. VII.1 – Les deux axes de zone courants pour la glace Ih : a) $[10\bar{1}0]$ qui donne un "topogramme à 3 taches" ; et b) $[11\bar{2}0]$ qui donne un "topogramme à 5 taches".

du plan $(10\bar{1}0)$. Par conséquent, en analysant les topogrammes $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}0)$ et $(1\bar{1}00)$, la condition d'extinction permet de déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations présentes dans deux topogrammes et absentes dans le troisième. Par exemple, pour des dislocations vis basales invisibles sur le plan de base, Higashi (1988) a utilisé les trois plans prismatiques de la famille $\{10\bar{1}0\}$ pour déterminer entièrement les vecteurs de Burgers de ces dislocations.

Simple dans le principe, cette technique s'est avérée parfois difficilement applicable lors de nos expériences :

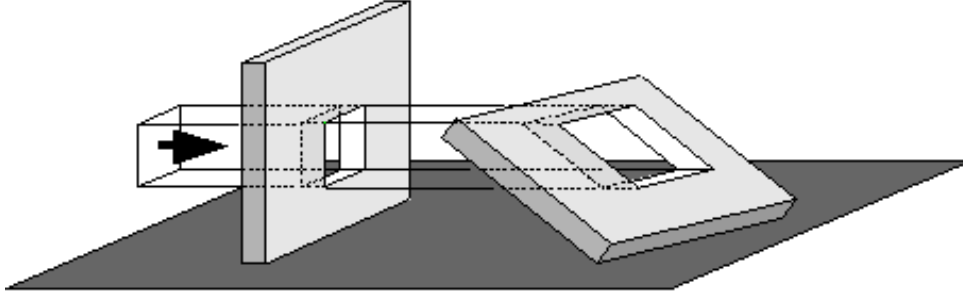


FIG. VII.2 – Variation du volume éclairé par le faisceau incident lorsque l'échantillon initialement perpendiculaire au faisceau incident est basculé dans une position de diffraction.

- L'échantillon est une lame de dimensions $17 \times 21 \text{ mm}^2$ d'épaisseur 1mm. Selon son orientation par rapport au faisceau incident, le volume éclairé permettant l'observation d'une famille de plans cristallins peut conduire à un topogramme de petite taille intégrant une épaisseur importante de cristal, ce qui rend son interprétation difficile (Fig. VII.2).

- Certaines rotations sont impossibles à cause du dispositif lié à la cellule réfrigérée, au système de compression dont certaines parties sont non transparentes aux rayons X, et aux rotations limitées du goniomètre.

- Le temps de ligne à l'ESRF est limité et l'orientation correcte du cristal pour observer une famille de plans diffractants peut être très longue.

- Enfin, lorsque plusieurs topogrammes de plans cristallins différents sont accessibles, il peut arriver que les extinctions et non-extinctions des dislocations sur les différents topogrammes soient incompatibles, ne permettant pas la détermination de leurs vecteurs de Burgers.

Quelques exemples concrets illustrent ces difficultés rencontrées. L'observation des topogrammes du cliché de diffraction du grain principal A du tricristal $T10(\alpha)$ à la loupe binoculaire révèle la présence de dislocations identifiables individuellement en raison de

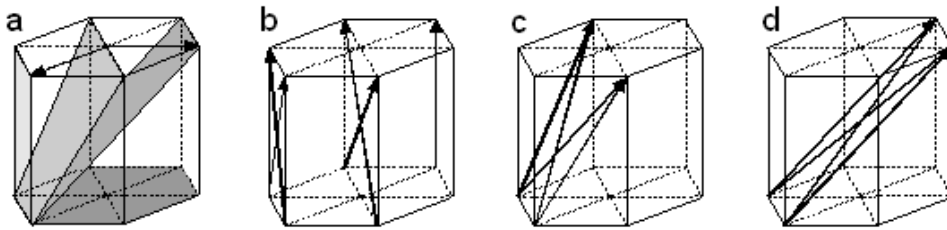


FIG. VII.3 – Vecteurs de Burgers des dislocations observées sur les topogrammes (0002) , $(1\bar{1}00)$, $(1\bar{1}01)$ et $(1\bar{1}02)$ du tricristal $T10(\alpha)$: a) $[2\bar{1}\bar{1}0]$ et $[\bar{1}2\bar{1}0]$; b) $[\bar{1}\bar{1}23]$, $[1\bar{1}2\bar{3}]$, $[\bar{2}2\bar{4}3]$, $[22\bar{4}3]$ et $[0001]$; c) $[\bar{1}2\bar{1}3]$, $[\bar{2}113]$, $[01\bar{1}1]$ et $[\bar{1}011]$; d) $[\bar{1}2\bar{1}6]$, $[\bar{2}116]$, $[\bar{1}101]$ et $[0\bar{1}11]$. D'après Guillotin (2005)

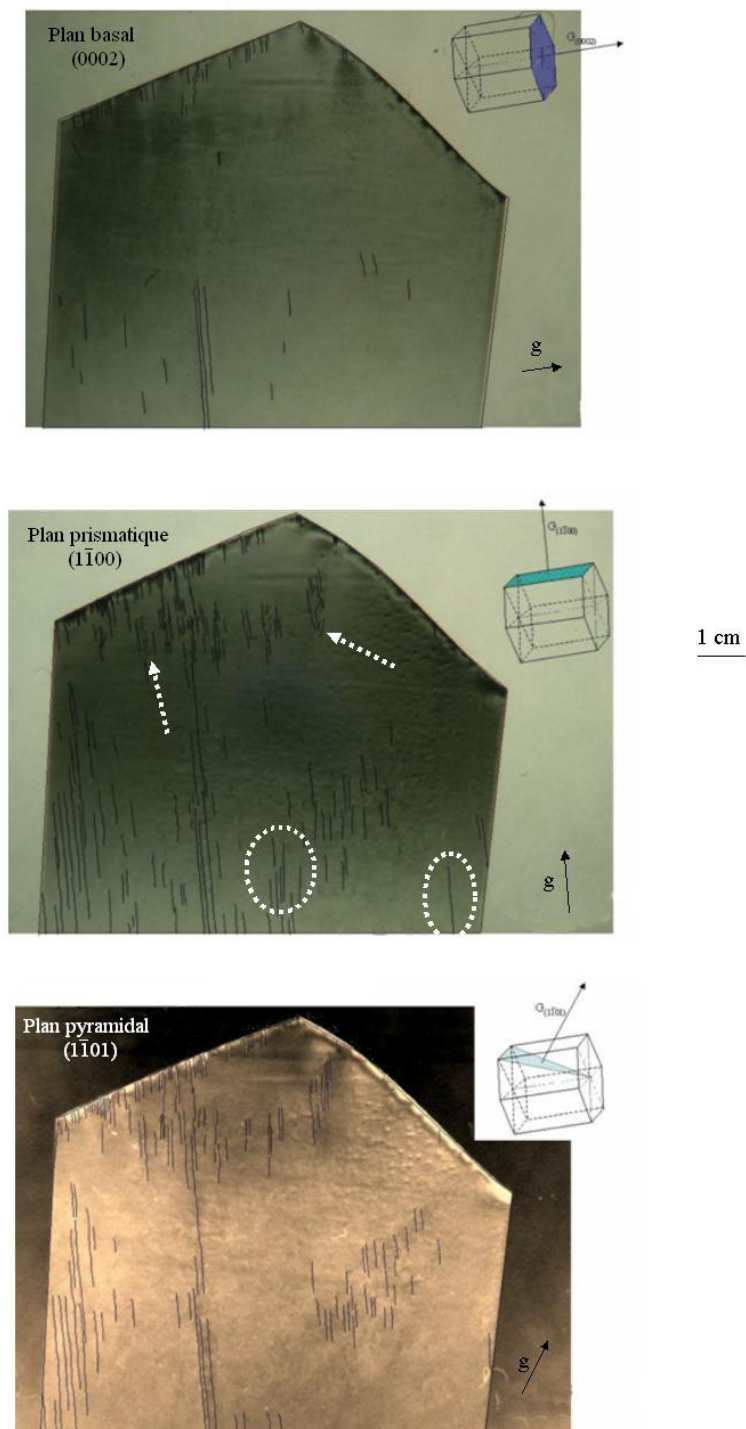


FIG. VII.4 – Topogrammes de trois plans cristallins du tricristal T10(α). Les dislocations ont été surlignées pour plus de clarté. Les zones en pointillé indiquent les dislocations dont la détermination du vecteur de Burgers pose problème.

leur faible nombre (Fig. VII.4). En combinant les conditions d'extinction, il a été possible de déterminer le vecteur de Burgers de la majeure partie des dislocations (Guillotin, 2005) (cf. Fig. VII.3). Cependant, quelques dislocations posent problème. Les dislocations entourées en pointillées sur le topogramme du plan prismatique ($1\bar{1}00$) de la Figure VII.4 sont absentes des topogrammes du plan pyramidal ($1\bar{1}01$) et du plan basal (0002), ce qui signifie que leur vecteur de Burgers, contenu dans ces deux plans, est $(1/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Pour être visibles sur le topogramme du plan ($1\bar{1}00$) la seule possibilité serait que ce soient des coins non basales. Dans ce cas, étant invisibles sur (0002) et ($1\bar{1}01$) leur lignes devraient être normales à la fois au plan basal et au plan pyramidal, ce qui est impossible.

Pour les cristaux à forte anisotropie élastique, il n'est pas facile de décider si une dislocation est "peu visible" ou éteinte. Très peu d'informations sont données dans la littérature concernant les intensités des contrastes, et il semble que seules des simulations permettraient de trancher (Tanner, 1976).

Des difficultés similaires existent aussi pour des défauts plus macroscopiques (à l'échelle du grain). Par exemple, dans le monocristal montré sur la Figure 5.4 (Chapitre 5.4), une structure en forme de ruban est visible sur les topogrammes des plans pyramidaux ($\bar{1}011$) et ($\bar{2}021$) et reste invisible à la fois sur les topogrammes des plans prismatiques ($\bar{1}010$), ($\bar{1}\bar{1}20$), ($\bar{2}110$), et pyramidaux ($\bar{1}\bar{1}22$) et ($\bar{2}112$).

La Figure VII.5 illustre les différences observées entre des familles d'axe de zone $[11\bar{2}0]$ et $[10\bar{1}0]$. Les figures b) et d) montrent les topogrammes du même plan de base dans les deux cas. Dans le cas b) (axe de zone $[10\bar{1}0]$) le plan de base est exempt de défauts ce qui semble indiquer que la majorité des dislocations observées dans les autres topogrammes est basale. Par contre, dans le cas d) (axe de zone $[11\bar{2}0]$) on observe dans le plan de base d'importants défauts plans (ressemblant à des fautes d'empilement) qui partent du joint de grains et s'arrêtent au sein du cristal.

Une explication possible, mais non confirmée, serait que les contrastes observés sont liés aux variations locales du vecteur de diffraction \mathbf{g} . Dans le cas b) \mathbf{g} resterait dans un plan perpendiculaire au faisceau incident, ce qui donnerait des contrastes très faibles entre un point du cristal et un autre (à la limite, si on imagine une flexion des plans de base autour d'un axe parallèle au faisceau incident, il n'y a pas de contraste mais simplement un élargissement ou un rétrécissement de la tache diffractée). Dans le cas d) l'orientation du cristal par rapport au faisceau incident serait telle que la variation locale de \mathbf{g} a une composante dans le plan faisceau incident – \mathbf{g} moyen, avec pour conséquence l'apparition de contraste. Pour confirmer ou infirmer cette hypothèse il serait nécessaire de connaître le gradient de \mathbf{g} sur les zones du cristal concernées.

VII.3 Effets de surface

Dès la mise sous charge des échantillons, les topogrammes présentent une hétérogénéité des contrastes qui peut être reliée à des effets de surface (Hondoh, communication verbale).

Ainsi la figure VII.6 montre qu'après application de la charge, l'ensemble du topogramme d'un plan prismatique présente des ondulations de courte longueur d'onde (genre "peau d'orange") qui dissimulent les contrastes dus aux distorsions. Ce phénomène est d'origine élastique puisque le seul moyen de l'éviter (ou de le réduire) est de décharger l'échantillon (comparer les deux topogrammes e) et f) du bas de la Figure VII.6). Ce problème de surface empêche également l'observation de l'évolution des dislocations individuelles. La Figure VII.7 montre en effet un topogramme inexploitable en terme de dislocations individuelles puisqu'il est sombre lors de la sollicitation. Par contre, lorsque la charge est retirée, les dislocations individuelles sont visibles.

En comparant le comportement de monocristaux soumis à des polissages mécanique et

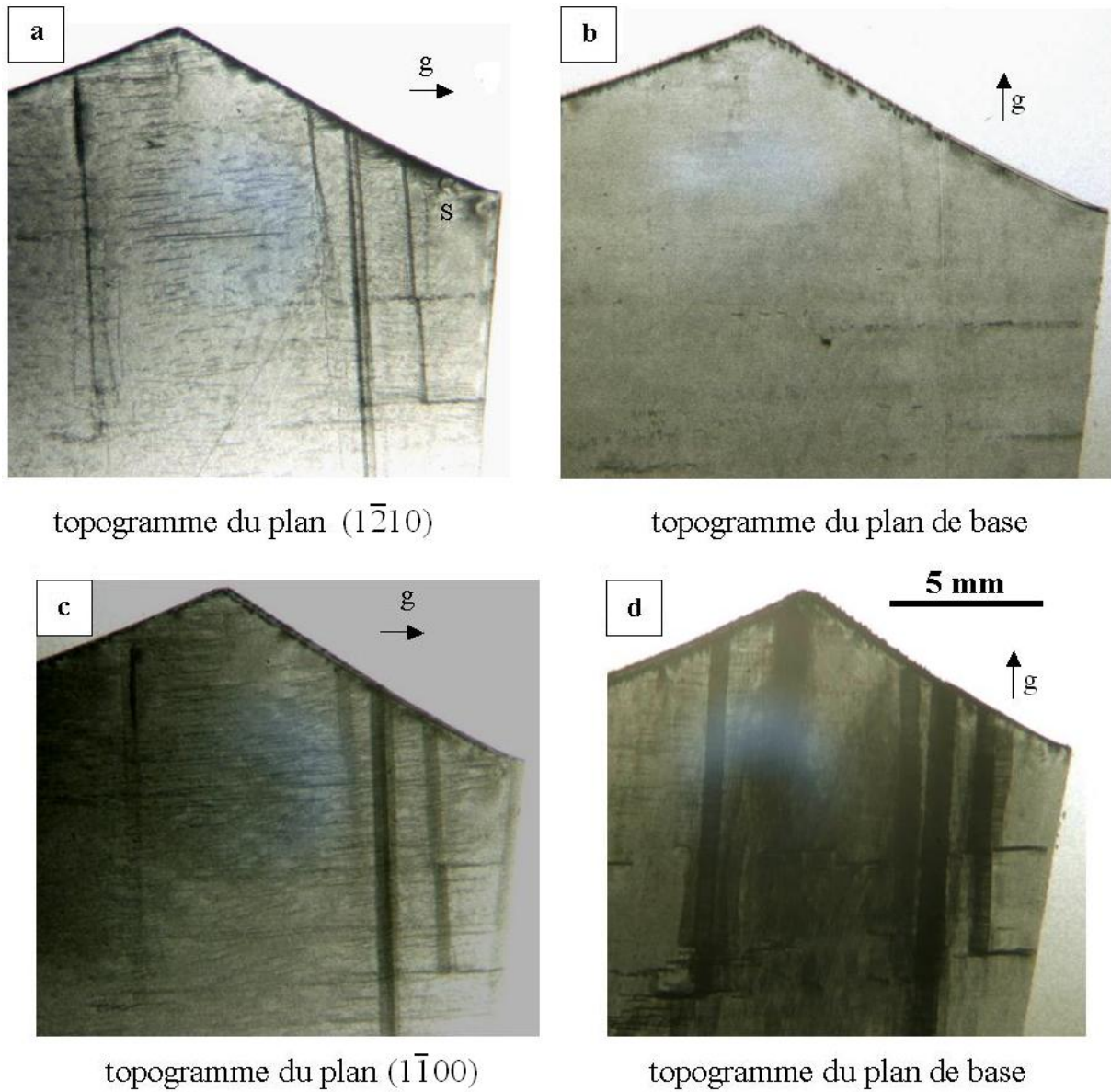


FIG. VII.5 – Comparaison de différents topogrammes du tricristal $T7(\alpha)$ avant compression. Les topogrammes a) et b) ont pour axe de zone $[10\bar{1}0]$, les topogrammes c) et d) ont pour axe de zone $[11\bar{2}0]$. Noter les différences de contraste sur le plan de base ainsi que la densité de dislocations plus importante sur le topogramme du plan $(1\bar{1}00)$.

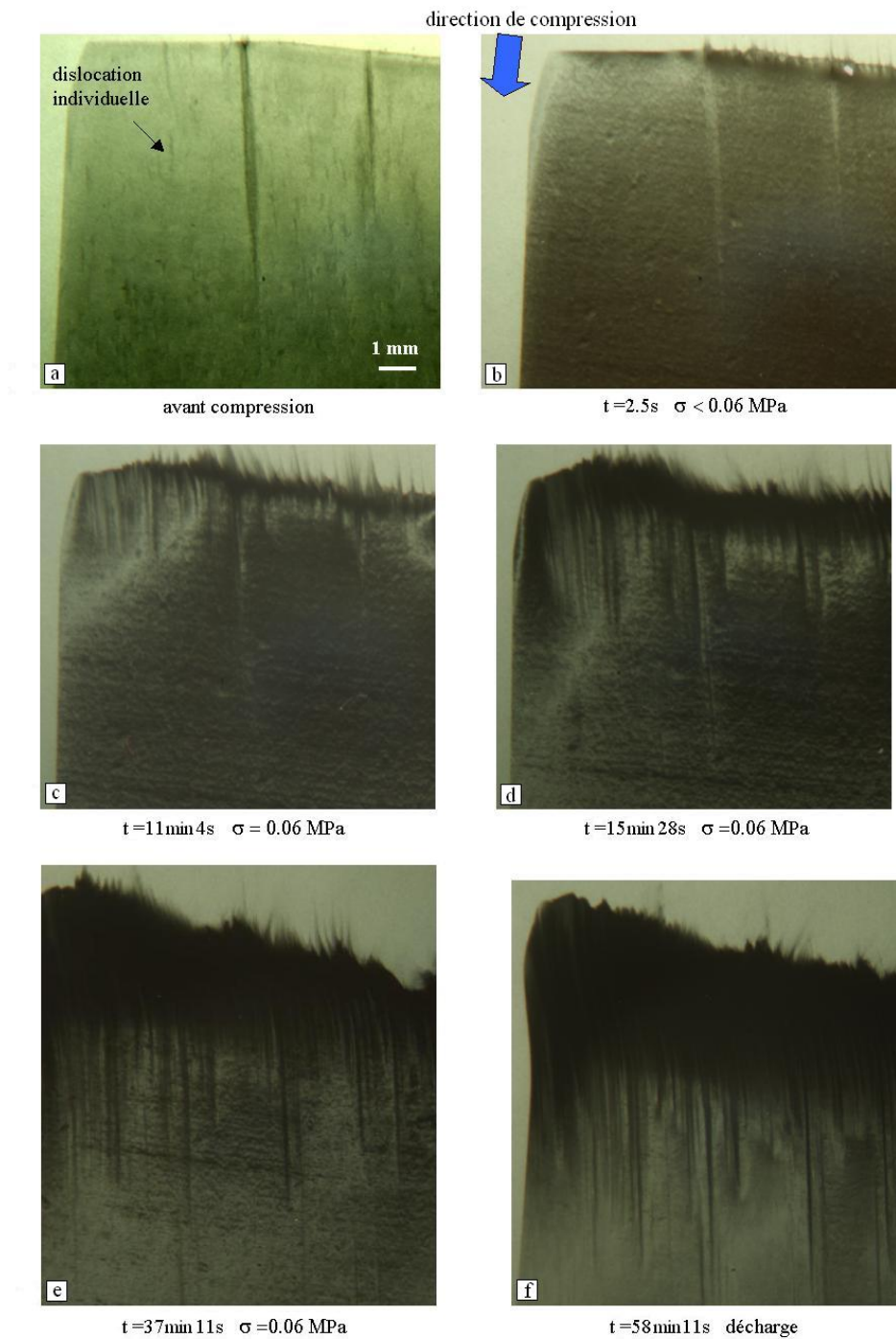
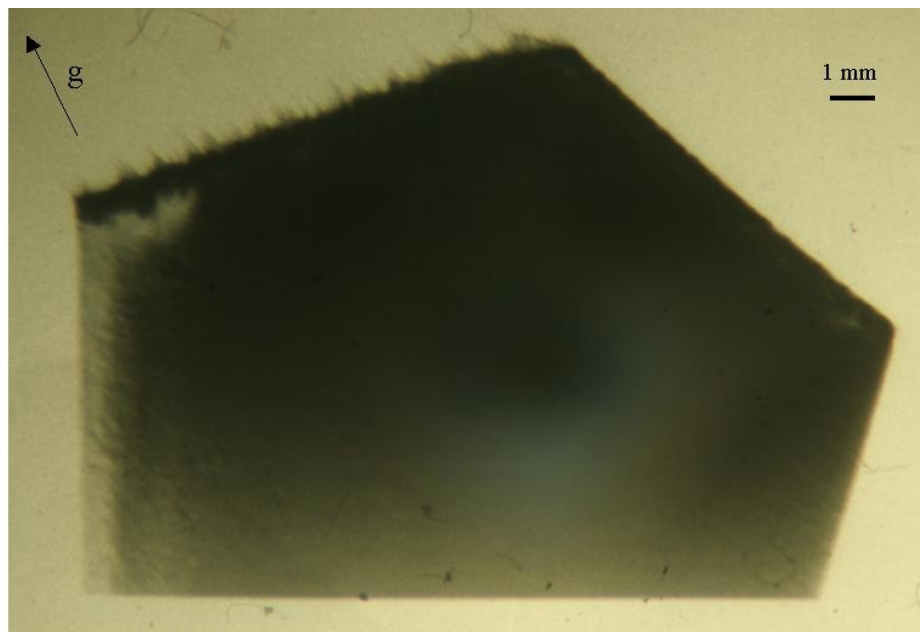
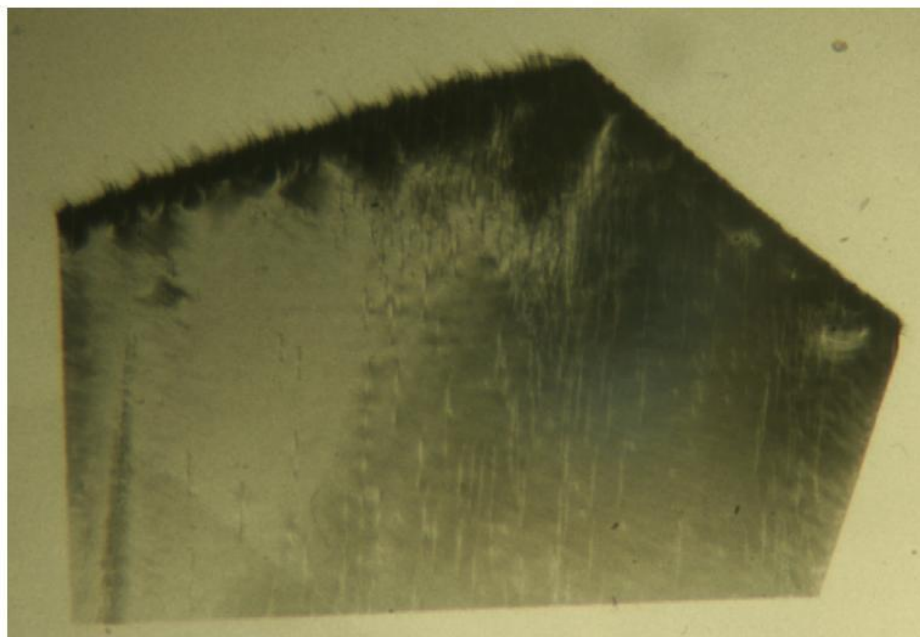


FIG. VII.6 – Observation des effets de surface sur le topogramme du plan prismatique (11 $\bar{2}$ 0).



$t = 2\text{h}16\text{min}7\text{s}$ $\sigma = 0.5\text{MPa}$



$t = 2\text{h}17\text{min}39\text{s}$ $\sigma = 0\text{MPa}$

FIG. VII.7 – *Effet d'une décharge de l'échantillon : les dislocations individuelles deviennent visibles après suppression de la charge.*

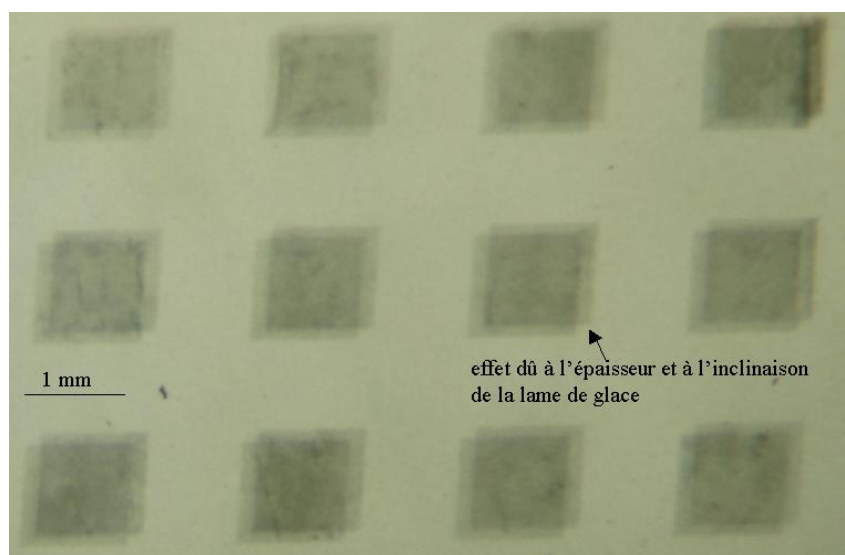


FIG. VII.8 – Grossissement du topogramme d'un plan pyramidal d'un monocristal éclairé à l'aide d'une grille. On distingue le décalage des projections des faces avant et arrière dû au fait que l'échantillon est relativement épais et n'est pas perpendiculaire au faisceau incident (cf. Annexe VI).

chimique (polissage à l'alcool) Muguruma (1969) a montré qu'une surface de glace usinée est une source importante de dislocations (sur une profondeur variant entre 20 et 100 μm). Cependant le fait que l'obscurcissement des topogrammes disparaît quand l'échantillon est déchargé ferait plutôt penser à des contrastes dus à des distorsions locales de la surface au voisinage des défauts d'usinage qui jouent le rôle de concentrateurs de contrainte (même dans si la surface n'est pas rayée, le passage de la fraise provoque un micro-écaillage de la surface).

Afin de mieux suivre l'évolution des dislocations en cours de sollicitation, nous avons régulièrement supprimé la charge avant la prise d'un cliché de diffraction, la contrainte étant ensuite réappliquée sur l'échantillon. Cependant en procédant ainsi les conditions de l'essai mécanique sont très différentes de celles d'un essai réalisé en fluage (charge constante).

VII.4 Netteté et contraste des topogrammes

La Figure VII.8 illustre un problème important lié à l'épaisseur du cristal et à son inclinaison dans l'espace. Cette figure représente une partie du topogramme d'un plan pyramidal illuminé par des micro-faisceaux de section carrée (réticulographie). Le topogramme est flou au niveau des bords de chaque carré (genre d'effet 3D). Dans le cas de la réticulométrie, ceci peut être extrêmement gênant car les coins des carrés sont difficilement repérables conduisant ainsi à des erreurs dans la détermination des distorsions.

Les topogrammes des plans pyramidaux à forts indices de Miller sont souvent flous, même si la qualité du cristal est bonne. A cause de la faible densité d'atomes concernés l'intensité diffractée est faible et entre en compétition avec la diffusion ambiante, rendant difficile une analyse des contrastes. Un tel exemple est visible sur le topogramme $(3\bar{2}\bar{1}2)$ du grain B du tricristal T7(α) dont la figure VII.9 présente une partie agrandie.

Les lignes observées sur les topogrammes ne sont pas directement les dislocations mais une représentation de l'hétérogénéité de la diffraction liée à la distorsion cristalline locale causée par les dislocations. Lors de nos essais, elles apparaissent soit sous forme

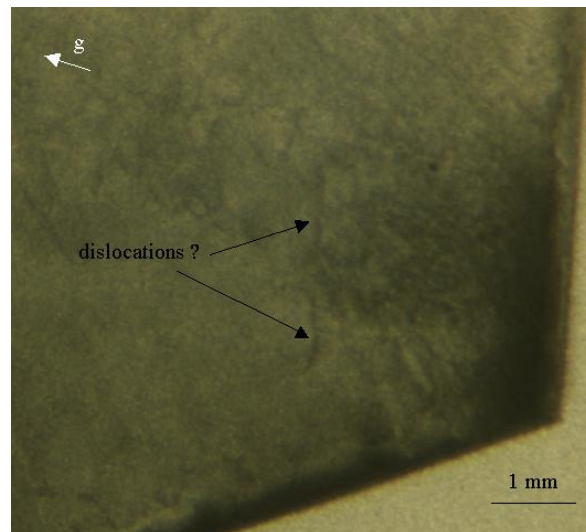


FIG. VII.9 – Topogramme du plan $(3\bar{2}\bar{1}2)$ du grain B du tricristal T7(α). Le topogramme est flou et on distingue mal les dislocations individuelles.

de lignes noires, soit sous forme de lignes blanches. La Figure IV.16 (Annexe IV) montre un exemple d'évolution de la couleur des dislocations dans un topogramme lors d'une compression. Avant compression les lignes de dislocations sont noires mais après deux heures de compression ces mêmes lignes apparaissent blanches. Ces contrastes différents sont expliqués par le passage du domaine où la théorie cinématique s'applique à celui où les effets dynamiques deviennent prépondérant (Tanner et al., 2000; Authier et al., 1996).

VII.5 Contraintes expérimentales

VII.5.1 Faisceau polychromatique – faisceau monochromatique

L'utilisation des faisceaux polychromatique et monochromatique apporte des informations complémentaires. Le faisceau polychromatique permet d'imager plusieurs plans cristallins d'un même grain et parfois plusieurs grains à la fois. Le faisceau monochromatique permet d'éviter les superpositions des rayons diffractés au niveau d'un défaut et ainsi de mieux caractériser ce défaut. Malheureusement, il est difficile de suivre l'évolution de la microstructure en cours de déformation avec un faisceau monochromatique puisque l'évolution de la distorsion cristallographique conduit rapidement au fait que la tache diffractée observée ne reste plus en incidence de Bragg (Fig. VII.10). L'idéal serait de pouvoir facilement et rapidement passer d'un faisceau à l'autre (ce qui n'est pour l'instant pas possible à ID19).

VII.5.2 Evolution de la microstructure et temps d'exposition

Le temps d'exposition nécessaire à l'obtention d'un cliché varie entre 0.5 et 2 secondes avec un faisceau polychromatique d'intensité entre 50 et 100mA et entre 10 et 20 secondes pour un faisceau monochromatique d'intensité avoisinant les 20mA. De plus, le développement des clichés demande un minimum de 8 minutes. Pendant ce temps, la microstructure évolue en cours de sollicitation et réagit en temps réel sur la charge appliquée ou bien sur un quelconque problème technique est impensable. L'idéal serait de suivre l'évolution de la déformation à l'aide d'une caméra numérique. Pour l'instant la résolution d'un tel appareil ne permet l'observation que d'un seul topogramme ce qui limite l'intérêt de l'utilisation d'un faisceau polychromatique.

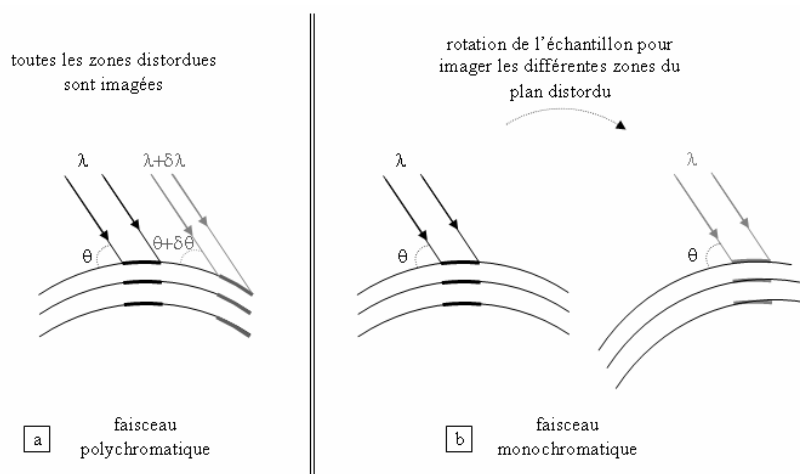


FIG. VII.10 – Schématisation de la flexion d'un plan diffractant a) en lumière polychromatique b) et en lumière monochromatique. En lumière polychromatique tout le plan est observable car il existe toujours une longueur d'onde en incidence de Bragg. En lumière monochromatique seule une partie du plan diffracte : celle qui correspond à la longueur d'onde choisie. Il faut alors effectuer une rotation de l'échantillon pour faire diffracter une autre zone.

VII.6 Curiosités

Nous rapportons ici deux observations isolées obtenues au hasard des manipulations.

VII.6.1 Recristallisation dynamique

La figure VII.11 montre un cas intéressant observé en topographie X. Ce tricristal avait déjà été observé sous rayons X et présentait une bonne qualité cristalline (Fig. VII.11 a). Malheureusement un problème dans la chaîne de stockage (variation de température) a détérioré sa qualité cristallographique : les dislocations ne sont plus visibles individuellement. Cependant un phénomène intéressant apparaît au niveau du point triple (Fig. VII.11 b) : une forte désorientation cristallographique fait diffracter la pointe du grain étudié séparément du reste du grain. On a là une illustration microstructurale de la recristallisation qui résulte des concentrations de contrainte au point triple. Malheureusement cet échantillon n'a pu être comprimé et nous n'avons donc pas pu suivre l'évolution du nouveau grain créé.

VII.6.2 Boucle hélicoïdale

Des dislocations en forme de longue spirale (boucles hélicoïdales) on été observées dans des cristaux de glace thermiquement activés pour être dans des conditions de montée de dislocations (Hull, 1975, page 79). Lorsqu'une dislocation avec une composante vis est bloquée à ses deux extrémités elle peut changer de plans de glissement et se courber. L'hélice consiste essentiellement en une dislocation vis parallèle à l'axe de l'hélice et un ensemble de boucles prismatiques. Liu et al. (1992a) ont aussi observé une dislocation en forme de boucle hélicoïdale pendant un refroidissement lent de -10 à -20°C . Cette boucle était composée de dipôles de dislocations coins générés par une dislocation vis basale préexistante de même vecteur de Burgers $[\bar{2}110]$.

Lors d'une de nos expériences en lumière monochromatique, une boucle hélicoïdale traversant quasiment toute la longueur du grain a été mise en évidence (Fig. VII.12). Cette boucle ne se déplace pas pendant un essai de compression. Elle est néanmoins à

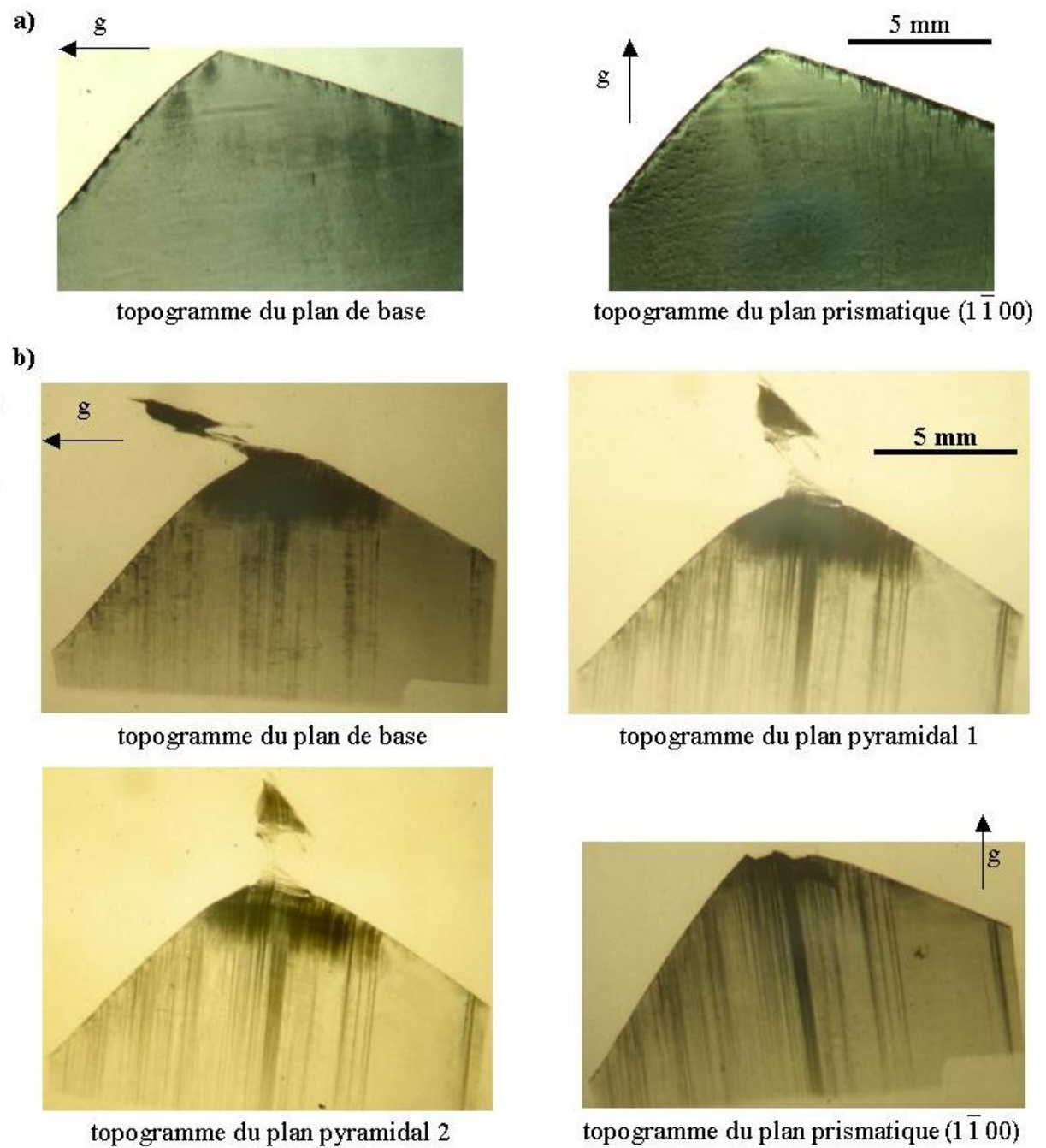


FIG. VII.11 – Topogrammes des plans cristallins du grain A du tricristal T75-4(α) a) Observation datée de Mars 2005 (non comprimé). b) Observation datée de Août 2005

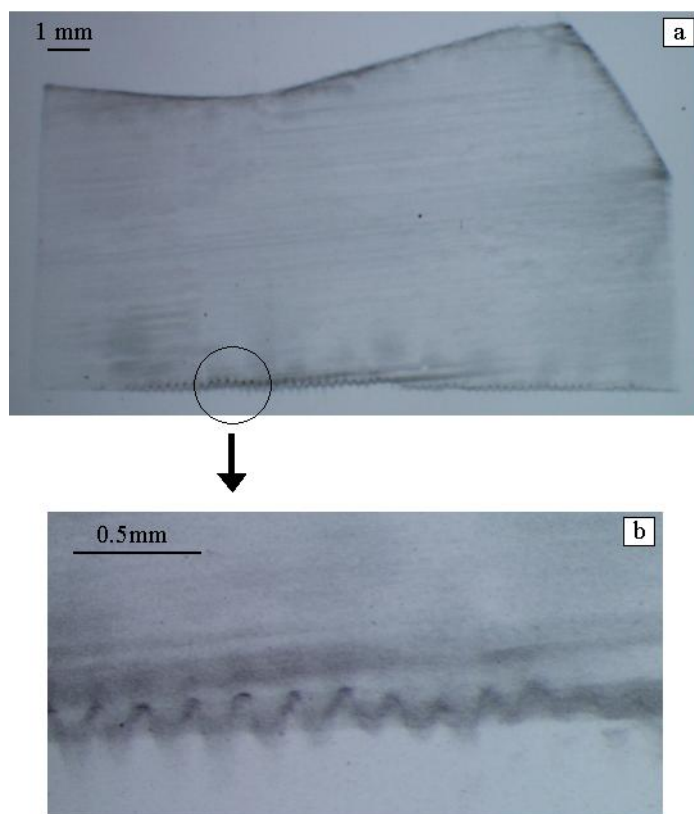


FIG. VII.12 – Boucle hélicoïdale dans le topogramme du plan prismatique $(11\bar{2}0)$ d'un bicristal (B15) observé en lumière monochromatique. a) image de l'ensemble du topogramme ; b) agrandissement d'une partie de la boucle.

l'origine d'une forte désorientation cristallographique puisque la partie du topogramme la contenant disparaît rapidement en cours d'essai.

Annexe VIII

Simulation des essais par éléments finis

Les essais de compression réalisés sur des tricristaux de glace conduisent à des champs de déformation hétérogènes au sein de l'éprouvette. Une estimation du champ des contraintes dans l'échantillon nécessite une simulation numérique qui a été effectuée par éléments finis.

VIII.1 Loi de comportement viscoplastique adoptée

Chaque grain est considéré comme un milieu continu orthotrope de révolution dont le plan d'isotropie est son plan de base (Mansuy et al., 2002). Ceci est justifié théoriquement par Kamb (1961) pour un exposant n de sensibilité à la contrainte compris entre 1 et 4, du fait qu'aucun seuil de plasticité n'est observable pour la glace. Dans les axes de symétrie matérielle du grain, avec l'axe x_3 pris selon l'axe c , la loi visqueuse non linéaire adoptée s'écrit :

$$\begin{aligned} s_{11} - s_{22} &= 2\eta_{12}^*(d_{11} - d_{22}) & s_{33} &= 2\eta_{12}^* \frac{4\alpha-1}{3} d_{33} \\ s_{23} &= 2\eta_{12}^* \beta d_{23} & s_{31} &= 2\eta_{12}^* \beta d_{31} & s_{12} &= 2\eta_{12}^* d_{12} \end{aligned} \quad (\text{VIII.1})$$

où

- \mathbf{s} est le déviateur des contraintes,
 - \mathbf{d} la vitesse de déformation,
 - η_{12}^* est la viscosité en cisaillement dans le plan d'isotropie (x_1, x_2) (plan de base)
 - α est le rapport de la viscosité axiale (selon x_3) à η_{12}^* ,
 - β est le rapport de la viscosité en cisaillement parallèlement au plan de base à η_{12}^* .
- α et β sont deux paramètres ajustables qui caractérisent l'anisotropie du grain. η_{12}^* dépend de la température et de l'état de contrainte déviatoire (ou de vitesse de déformation). Elle est exprimée en fonction des vitesses de déformation comme

$$\eta_{12}^* = A^{-1/n} \dot{\gamma}_{\diamond}^{(1-n)/n} \quad (\text{VIII.2})$$

où A dépend de la température et $\dot{\gamma}_{\diamond}$ est un invariant par rotation autour de l'axe c des vitesses de déformation (il n'est pas invariant par changement de repère quelconque).

$\dot{\gamma}_{\diamond}$ est exprimé comme

$$\dot{\gamma}_{\diamond}^2 = \frac{4\alpha-1}{3} \dot{\gamma}_{ax}^2 + \dot{\gamma}_{\perp}^2 + \beta \dot{\gamma}_{\parallel}^2 \quad (\text{VIII.3})$$

avec

$$\dot{\gamma}_{ax}^2 = 3d_{33}^2, \quad \dot{\gamma}_{\perp}^2 = (d_{11} - d_{22})^2 + 4d_{12}^2, \quad \dot{\gamma}_{\parallel}^2 = 4(d_{23}^2 + d_{31}^2) \quad (\text{VIII.4})$$

Pour le monocristal de glace la valeur conventionnelle de l'exposant n est 2 (Duval et al., 1983). En l'absence de données sur l'accommodation de la déformation autrement que par glissement basal, nous avons adopté la valeur $\alpha = 1$ et pour tenir compte du glissement basal prépondérant $\beta = 0.01$.

VIII.2 Paramètres et conditions aux limites du calcul

La loi de comportement (VIII.1) est implémentée dans un code aux éléments finis 2D en formulation vitesse-pression avec une interpolation quadratique de la vitesse et linéaire de la pression (Meyssonnier, 1989). Chaque grain est décomposé en plusieurs éléments triangulaires à 6 nœuds.

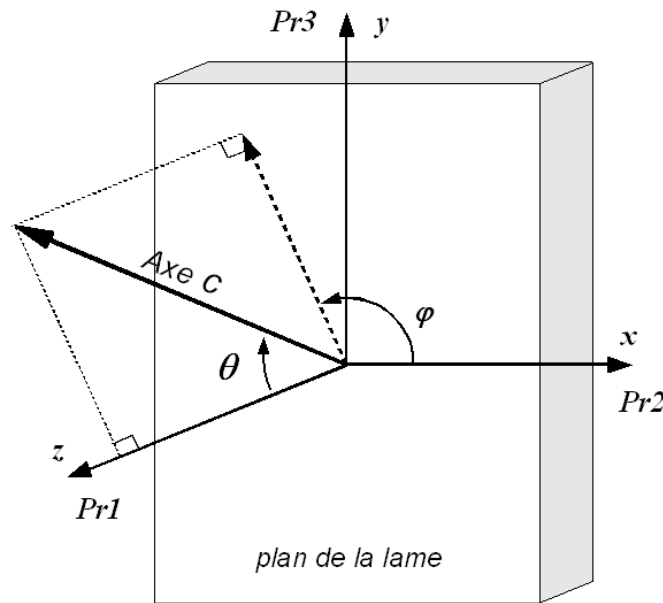


FIG. VIII.1 – Repère utilisé dans les calculs aux éléments finis pour le repérage des axes c .

L'axe c d'un grain est repéré par sa longitude φ et sa colatitude θ (Fig. VIII.1).

Les conditions aux limites sont choisies pour approcher au mieux les conditions expérimentales. La déformation est supposée plane, les tranches latérales sont des surfaces libres, la compression est simulée en imposant une vitesse constante égale à 1 (adimensionnelle) sur la tranche supérieure de la lame de glace (ce qui correspond à un couteau d'application de la charge rigide) et on suppose le frottement nul entre la glace et les poutres haute et basse de la presse.

Le calcul fournit le champ des vitesses et des pressions et tous les champs qui en dérivent, notamment le champ des contraintes, de cisssion résolue sur les plans de base et de vitesse de rotation des plans de base.

Pour les simulations présentées dans l'annexe IV, l'évolution des orientations cristallographiques et la déformation du maillage sont déterminés après un pas de temps fictif (aux fins d'illustration). L'hétérogénéité de la déformation qui résulte de l'anisotropie des grains et des conditions aux limites non compatibles est illustrée par le champ des cisssions résolues, mais aussi par la répartition des contraintes normales sur les poutres de la presse et par le fait qu'il existe dans l'échantillon soumis à une compression des zones dans lesquelles les contraintes principales sont des contraintes de traction.

