



HAL
open science

Viscoplasticité et Hétérogénéités de déformation du monocristal de glace: expériences et simulations

Juliette Chevy

► **To cite this version:**

Juliette Chevy. Viscoplasticité et Hétérogénéités de déformation du monocristal de glace: expériences et simulations. Matériaux. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2008. Français. NNT: . tel-00396410

HAL Id: tel-00396410

<https://theses.hal.science/tel-00396410>

Submitted on 18 Jun 2009

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.

INSTITUT POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

□□□□□□□□□□

T H E S E

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'Institut polytechnique de Grenoble

Spécialité : « Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie »

préparée au Laboratoire de Glaciologie et Géophysique de l'Environnement

dans le cadre de l'**Ecole Doctorale** « *Ingénierie, Matériaux, Environnement, Energétique, Procédés, Production* »

présentée et soutenue publiquement

par

Juliette CHEVY

le 01 décembre 2008

***Viscoplasticité et Hétérogénéités de déformation du monocristal de glace:
expériences et simulations***

***Directeurs de thèse:
Paul DUVAL et Marc Fivel***

JURY

M. Claude FRESSENGEAS
M. Olivier CASTELNAU
M. Ladislav P. KUBIN
M. Paul DUVAL
M. Marc FIVEL
M. Pierre BASTIE
M. François LOUCHET

, Président
, Rapporteur
, Rapporteur
, Directeur de thèse
, Co-directeur de thèse
, Examineur
, Examineur

Remerciements

Avant de rentrer dans le vif du sujet, il m'est indispensable de remercier l'ensemble des personnes que j'ai pu côtoyer au cours de ces trois années de thèse et qui ont, de près ou de loin, contribué à l'aboutissement de ce projet.

Il s'agit bien évidemment de remercier tout d'abord l'ensemble des membres de mon jury pour avoir consacré de leur précieux temps à mon travail. Merci donc à Olivier Castelnau et Ladislav Kubin d'avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail. Leur expertise et le regard objectif, critique et constructif qu'ils ont porté sur cette étude ont permis de l'enrichir.

Mes remerciements s'adressent également à Pierre Bastie, dont l'intérêt et l'implication dans cette étude auront été déterminants. Sa convivialité, sa bonne humeur et son efficacité ont permis de réaliser les manip de diffraction X dans des conditions idéales.

J'adresse également de très sincères remerciements à Claude Fressengeas pour la collaboration fructueuse qu'il a été possible d'établir entre Metz et Grenoble. Merci pour le temps et la patience consacrés à m'initier au modèle continu et pour m'avoir guidée dans les méandres de la mécanique. Je lui suis également extrêmement reconnaissante pour son enthousiaste implication dans les autres aspects abordés dans ma thèse. Nos discussions et les moments passés ensemble à Metz, Grenoble, Chicago ou Urbana, devant un ordinateur, un café, en conférence ou en gribouillant sur un coin de nappe en papier dans un resto indien auront été extrêmement enrichissants et resteront des souvenirs impérissables !

Un grand merci à François Louchet pour le temps qu'il m'a accordé et nos longues discussions sur les mécanismes de glissement dévié et la vie des dislocations ! J'en profite également pour le remercier d'une manière plus générale pour m'avoir donné le goût, il y a plusieurs années maintenant, à la plasticité.

Et puis bien évidemment, un immense merci à mes 2 directeurs de thèse, qui m'ont permis d'aborder ce sujet par deux approches différentes et complémentaires. Merci à Paul Duval pour sa disponibilité au quotidien et son soutien depuis toutes ces années. Et merci à Marc Fivel pour m'avoir fait basculer du côté obscur de la force, celui de la simulation numérique. Il est extrêmement difficile d'exprimer en quelques lignes toute la reconnaissance que j'ai pour eux, j'ai pu apprécier leurs compétences scientifiques mais aussi leurs incontestables qualités humaines qui furent d'un grand secours dans les moments difficiles.

Merci également à Jérôme Weiss, Micha Lebyodkin, Vincent Taupin, David Rodney, Armand Beaudoin, Armelle Philip, Maurine Montagnat, qui m'ont également consacré de leur temps et fait partagé leur expérience, tout comme l'a également fait Edgar Rauch qui en plus aura eu la gentillesse de partager son bureau avec moi ! Merci aussi à Charles Josserrond, Franck Pelloux, Alain Manouvrier, Jean-Philippe Balestrieri pour les manip ; Valérie Quatela, re-Charles, pour l'assistance informatique ainsi qu'à Claude Ghiotti- "Claudou"- et Claire Thomasson pour la résolution de tous ces horribles problèmes administratifs. Et

puis j'ai envie d'adresser un merci "communautaire" à l'ensemble des membres du GPM2, microcosme où il fait si bon vivre, mené d'une main de maître dans le sérieux et la bonne humeur par Jean-Jacques Blandin.

Merci encore à l'ensemble des thésards et post-docs du LGGE et du GPM2 avec qui j'ai pu passer des moments formidables intra- ou extra-labo : les vieux : Ludo, Seb, Ariane ; les un peu moins vieux : Ju, Jecifer, Sylvain, Tom, Alexis, Laetitia, Nico, Anne-So ; les contemporains : Alex, Jean-Philip-Philip, Charles, Rémi, Carine, Luis, Huyng-Jun, Tetsu, Raph, Béné, p'tit Pierre ; et enfin, les p'tits jeunes : Pierre, Jennifer, Laurent, Q, Antoine, Simon. Et puis une mention spéciale pour les copines, Hélène B. et mes deux frisées préférées : Laura et Hélène C.

Merci aussi aux grimpeux, ces individus drôles, caucasses et attachants avec qui j'ai pu passer de si bons moments en montagne et de belles aventoooooooooures au grand air : Ludal, Pierral, Roulia, Rémi, Céc, Alex, Pat, Bery, Richard, Laurent et bien sûr Ju, compagnon de cordée et de vie.

Enfin, ces remerciements ne pourraient se terminer sans remercier de tout mon coeur la famille : Kro, papa, maman, pour avoir toujours été là et pour leur soutien sans faille ; Anouk et Ju, pour le bonheur au quotidien.

Table des matières

I	Introduction	5
II	Revue bibliographique	9
II.1	Cristallographie et propriétés	9
II.1.1	Structure cristallographique	9
II.1.2	Biréfringence	11
II.2	Défauts	12
II.2.1	les défauts ponctuels	12
II.2.2	Les dislocations	13
II.2.2.1	Systèmes de glissement	13
II.2.2.2	Dislocations partielles et fautes d'empilement	15
II.2.2.3	Shuffle/glide set	16
II.2.2.4	Observations des dislocations	16
II.3	Comportement mécanique	19
II.3.1	Déformation de la glace monocristalline	20
II.3.2	Anisotropie plastique du monocristal de glace	22
II.3.3	Mouvement des dislocations à l'origine de l'anisotropie	23
II.3.3.1	Mécanismes de multiplication	23
II.3.3.2	Mobilité des dislocations	24
II.3.3.3	Du mouvement des dislocations au comportement macroscopique	26
II.4	Comportement collectif des dislocations	28
II.4.1	Problématique	28
II.4.2	Mise en évidence	30
II.4.3	Les apports de l'émission acoustique	34
II.4.3.1	Principe	34
II.4.3.2	Energie dissipée	35
II.4.3.3	Hétérogénéités temporelles	36
II.4.3.4	Hétérogénéités spatiales et corrélations spatio/temporelles	38
II.4.3.5	Paramètres influençant le caractère hétérogène de la plasticité.	39
II.4.4	Modélisation numérique	42
II.4.4.1	Dynamique des dislocations discrètes	42
II.4.4.2	Modèles à champs de phase	43
II.4.4.3	Modèles continus de dynamique des dislocations	44
II.4.5	Comportement collectif des dislocations : bilan	45
II.5	Conclusions	47

III Modélisation de la plasticité du monocristal de glace	49
III.1 Introduction à la torsion de la glace monocristalline	50
III.2 Fluage du monocristal de glace en torsion - Mise en oeuvre expérimentale . .	52
III.2.1 Obtention de monocristaux	52
III.2.2 Préparation des échantillons	53
III.2.3 Présentation du dispositif expérimental de torsion	55
III.2.4 Calcul de la masse à appliquer	57
III.3 Comportement en fluage de monocristaux de glace déformés en torsion . . .	58
III.3.1 Courbe de fluage caractéristique	58
III.3.1.1 Comportement caractéristique	58
III.3.1.2 Interprétation et discussion	60
III.3.2 Sources de dislocations	63
III.3.3 Energie d'activation apparente	64
III.3.4 Bilan	65
III.4 Les apports des simulations en dynamique des dislocations discrètes	67
III.4.1 Présentation du modèle	67
III.4.2 Adaptation du code à la glace déformée en torsion	69
III.4.2.1 Systèmes de glissement	69
III.4.2.2 Paramètres matériaux	69
III.4.2.3 Calcul de la déformation	70
III.4.2.4 Sources de dislocations	70
III.4.3 Dislocations basales et contraintes internes	71
III.4.3.1 Modèle physique de glissement dévié	73
III.4.3.2 Vitesse des dislocations vis prismatiques	78
III.4.3.3 Vitesse des dislocations vis basales	78
III.4.4 Mobilité des dislocations dans le code DDD	78
III.4.4.1 Algorithme à temps de résidence	79
III.4.4.2 Algorithme de glissement dévié	81
III.4.4.3 Adaptation des paramètres de simulation	82
III.4.4.4 Vitesses des dislocations coin	83
III.4.4.5 Configuration numérique	83
III.4.5 Fluage en torsion de la glace monocristalline simulé en DDD	84
III.4.5.1 Effet du glissement dévié sur les courbes $\gamma = f(t)$	84
III.4.5.2 Loi de fluage	84
III.4.6 Autres mécanismes de multiplication envisageables	85
III.4.6.1 Multiplication par intersection des arbres de la forêt	85
III.4.6.2 Montée des dislocations	86
III.4.7 Discussion et conclusions sur l'étude par DDD	90
III.5 Modèle basé sur la mécanique des champs de dislocations	92
III.5.1 Présentation du modèle	93
III.5.1.1 Dislocations géométriquement nécessaires et dislocations sta-	
tistiquement réparties	93
III.5.1.2 Distribution continue des dislocations	94
III.5.1.3 Vitesse de distorsion plastique	96
III.5.1.4 Transport des dislocations	97
III.5.1.5 En résumé	97

TABLE DES MATIÈRES

III.5.2	Simplification 1D	98
III.5.3	Applications à la simulation du fluage en torsion de la glace	100
III.5.3.1	Simulation en torsion simple	101
III.5.4	Torsion inverse et relaxation des contraintes internes	104
III.5.4.1	Effets de taille	105
III.5.4.2	Vieillessement	110
III.5.5	Conclusions sur la modélisation FDM	116
III.6	Conclusions du chapitre III	117
IV	Mise en évidence et caractérisation des hétérogénéités de déformation	119
IV.1	Introduction	119
IV.2	Analyse expérimentale de la distorsion du réseau cristallin	119
IV.2.1	Principe de la diffraction de rayons X durs	119
IV.2.2	Mise en évidence d'hétérogénéités de déformation	123
IV.2.2.1	Cristal non déformé	123
IV.2.2.2	Cristal déformé	124
IV.2.2.3	Hétérogénéité du signal	124
IV.2.3	Analyse des hétérogénéités	127
IV.2.3.1	Reconstruction du signal	127
IV.2.3.2	Echantillons analysés	127
IV.2.4	Discussion	137
IV.2.4.1	Interprétation	137
IV.2.4.2	Comparaison avec les résultats précédemment obtenus	138
IV.3	Analyse de la déformation obtenue en Dynamique des Dislocations Discrètes	139
IV.4	Analyse de l'intermittence	142
IV.4.1	Signal expérimental	142
IV.4.2	Signal obtenu en DDD	143
IV.5	Conclusions	145
V	Conclusions et perspectives	149
V.1	Conclusions	149
V.2	Perspectives	151

Chapitre I

Introduction

Lorsque l'on évoque l'intérêt scientifique d'étudier le comportement viscoplastique de la glace, il vient immédiatement à l'esprit l'application géophysique de ce genre de travaux. En effet, les calottes polaires jouent un rôle prépondérant dans l'équilibre climatique de la Terre et constituent d'énormes réservoirs d'eau douce. Les variations de leur volume régissent le niveau des mers et engendrent des modifications importantes de la circulation océanique. D'autre part, elles constituent des archives uniques pour l'étude du climat passé, par l'analyse des gaz et éléments que contient cette glace issue de la transformation de la neige tombée jusqu'il y a plus de 700 000 ans. La modélisation de l'écoulement des calottes polaires est donc indispensable d'une part pour comprendre et prévoir la réponse d'une calotte à un changement du climat et d'autre part, pour aider à retracer l'histoire thermomécanique de la glace extraite au cours des carottages et en proposer des datations. Pour cela, une approche multi-échelles est nécessaire puisque le comportement viscoplastique de ces immenses volumes de glace se révèle être dépendant du comportement mécanique de chaque cristal qui les constituent. En effet, le cristal de glace se déforme essentiellement par glissement de dislocations basales de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ et cette forte anisotropie va engendrer, à l'échelle du polycristal, l'apparition de textures (orientations cristallographiques privilégiées) avec la déformation. Cela, induit alors une anisotropie viscoplastique du polycristal qui influence l'écoulement de la glace et doit être prise en compte dans la modélisation du comportement de la calotte.

Outre ce domaine d'application, l'étude de la viscoplasticité de la glace, et plus particulièrement du monocristal, trouve des applications dans le domaine de la mécanique des matériaux. La principale caractéristique du comportement mécanique du monocristal de glace est, comme nous l'avons déjà évoqué, sa très forte anisotropie viscoplastique. Cela permet de voir la glace comme un matériau modèle pour l'étude des mécanismes régissant la

plasticité des matériaux, dans la mesure où les interprétations sont plus aisées en raison du nombre limité de systèmes de glissement mis en jeu. Cette caractéristique est également un atout majeur pour la validation de modèles numériques.

La glace est également un matériau peu couteux qui peut être élaboré aisément suivant des microstructures contrôlées et variées. Ainsi, il est possible d'obtenir avec des dispositifs de croissance très simples, des monocristaux dont la densité de dislocations est inférieure à $10^7 m^{-2}$, des polycristaux isotropes avec une taille de grains pouvant aller du millimètre à quelques centimètres ou de la glace colonnaire, obtenue par refroidissement unidirectionnel et constituée de grains qui ont la propriété d'avoir l'axe c orthogonal à la direction de croissance. Sa transparence et sa propriété de biréfringence permettent de déterminer facilement et précisément l'orientation de l'axe c . La glace offre donc des facilités expérimentales incontestables qui peuvent être mises à profit pour la comparaison de résultats numériques et expérimentaux ou la comparaison avec d'autres matériaux ayant des propriétés proches de celles de la glace. Ces matériaux peuvent être proches par leur anisotropie (magnésium) ou leur structure (la structure en double couche des plans de base est comparable aux plans $\{111\}$ de la structure cubique-diamant des semi-conducteurs comme le silicium, le germanium...).

On peut aussi signaler que la déformation de la glace correspond la plupart du temps à une déformation à chaud, (même à -50°C , $\frac{T}{T_f} > 0.8$) et permet donc l'utilisation de sollicitations en fluage et l'étude de mécanismes thermiquement activés.

L'anisotropie de la glace poly- ou mono-cristalline trouvant son origine dans la dynamique des dislocations, nous nous placerons au cours de cette étude à l'échelle du monocristal. Plus précisément, nous abordons la viscoplasticité de la glace monocristalline par une étude expérimentale et numérique de la déformation en torsion de monocristaux de glace convenablement orientés.

Dans un premier chapitre, nous présenterons les principales caractéristiques du monocristal de glace et notamment les propriétés qui sont susceptibles de jouer un rôle dans la plasticité de ce matériau. Nous détaillerons la structure cristallographique de la glace et ses défauts : défauts ponctuels et dislocations. Nous insisterons ensuite sur les particularités de la déformation du cristal de glace et sa forte anisotropie. Nous verrons quelles dislocations sont mises en jeu dans les mécanismes de multiplication et leurs lois de vitesse. Nous verrons aussi que le passage du comportement individuel des dislocations au comportement macroscopique n'est pas trivial et que des phénomènes coopératifs entre dislocations entrent en jeu.

La forte anisotropie viscoplastique qui caractérise le comportement du monocristal de

glace nous amènera ensuite à choisir l'essai de torsion sur des monocristaux orientés de façon à avoir l'axe c colinéaire à l'axe de torsion pour étudier la contribution des différents systèmes de glissement à la déformation. Nous présenterons d'une part la mise en oeuvre expérimentale depuis la croissance des monocristaux jusqu'à l'interprétation des courbes de fluage et d'autre part l'approche numérique qui a été adoptée. Les simulations seront réalisées dans un premier temps grâce à un code de dynamique des dislocations discrètes (DDD) qui permettra de proposer un mécanisme de multiplication spécifique afin de reproduire les caractéristiques du fluage observé expérimentalement. Dans un second temps, nous utiliserons un modèle continu fondé sur une théorie mécanique des champs de dislocations qui offrira la possibilité de comprendre les phénomènes dominant la plasticité du monocristal de glace à l'échelle macroscopique.

Le dernier chapitre sera consacré à la mise en évidence et l'analyse des hétérogénéités de déformation générées au cours de la déformation. Leur origine sera également discutée. Ceci sera fait à partir des résultats expérimentaux obtenus par diffraction de rayons X durs mais aussi à partir des microstructures de dislocations obtenues à l'issue des simulations DDD.

Enfin, nous conclurons et présenterons les perspectives qui s'ouvrent à l'issue de ce travail.

Chapitre II

Revue bibliographique

Ce chapitre a pour but de donner au lecteur une vue globale des propriétés du matériau glace, de ses principales caractéristiques physiques influençant sa plasticité qui permettront la compréhension des tenants et aboutissants de ce travail.

Nous verrons que le cristal de glace se distingue par sa forte anisotropie viscoplastique caractérisée par une déformation quasi exclusive par glissement de dislocations basales. Nous verrons également que la connaissance du comportement individuel des dislocations n'est pas suffisant et que l'étude de la plasticité de la glace passe par la prise en compte de la dynamique collective des dislocations. Ceci peut être mis en évidence et interprété grâce aux hétérogénéités spatiales et temporelles que ces mouvements coopératifs induisent. Cette problématique concerne l'ensemble des matériaux, au-delà du cas particulier de la glace. Néanmoins, ce matériau se révèle être un excellent matériau modèle tant pour la caractérisation expérimentale (notamment par émission acoustique), que pour la modélisation de ces phénomènes que la plasticité conventionnelle ne peut décrire.

II.1 Cristallographie et propriétés

II.1.1 Structure cristallographique

La glace est constituée de molécules d'eau, H_2O , dont la géométrie est représentée sur la figure II.1. Les 2 atomes d'hydrogène sont reliés à l'atome d'oxygène par des liaisons covalentes.

Comme on peut le constater sur la figure II.2, sous les conditions de pression terrestre, l'eau cristallise à 0°C (273K) de telle sorte que les atomes d'oxygène se structurent en un réseau hexagonal de type würtzite, caractérisé par un empilement de type ABBAABBA... et des paramètres de maille $a=4.52\text{\AA}$ et $c=7.36\text{\AA}$. Cette structure est usuellement appelée glace "Ih". Chaque atome d'oxygène est situé au centre d'un tétraèdre régulier constitué par les atomes d'oxygène plus proches voisins. Les molécules d'eau sont liées les unes aux autres par

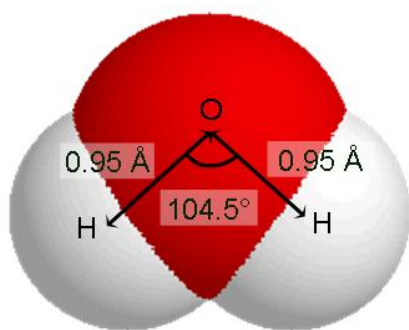


FIGURE II.1 – géométrie de la molécule d'eau.

des liaisons hydrogène, moins fortes que les liaisons covalentes. (figure II.3) Cela correspond à un empilement quasi-compact puisque le rapport $\frac{c}{a}$ vaut 1.629, proche de la valeur idéale de 1.633 pour un empilement compact de sphères. Paradoxalement, la maille cristalline est relativement lâche (compacité inférieure à 0.34), ce qui a pour conséquence que la densité de la glace (0.917) est inférieure à celle de l'eau .

On peut également noter que cette structure est proche de la structure cubique-diamant de certains semi-conducteurs tels que le Silicium ou le Germanium. Les plans de base de la glace peuvent être vus comme l'équivalent des plans $\{111\}$ de ce type de matériaux.

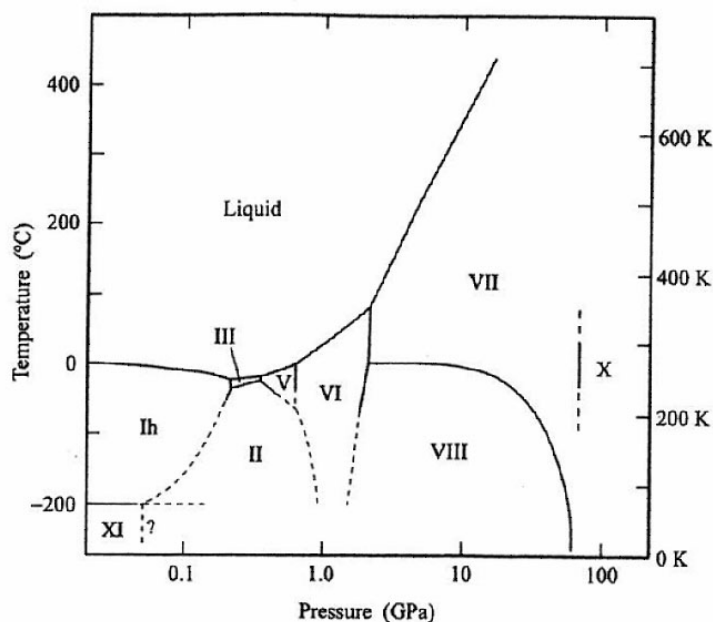


FIGURE II.2 – Diagramme de phase de la glace. (Petrenko et Whitworth (1999, P.253)).

Bien que la répartition des atomes d'hydrogène peut être qualifiée de désordonnée, il n'existe que six configurations (voir figure II.4) qui satisfont les règles explicitées par Pauling (1935) et connues sous le nom de "règles de Bernal-Fowler" (Bernal et Fowler (1933)), à savoir :

1. Un atome d'oxygène doit être entouré de deux atomes d'hydrogène afin de conserver

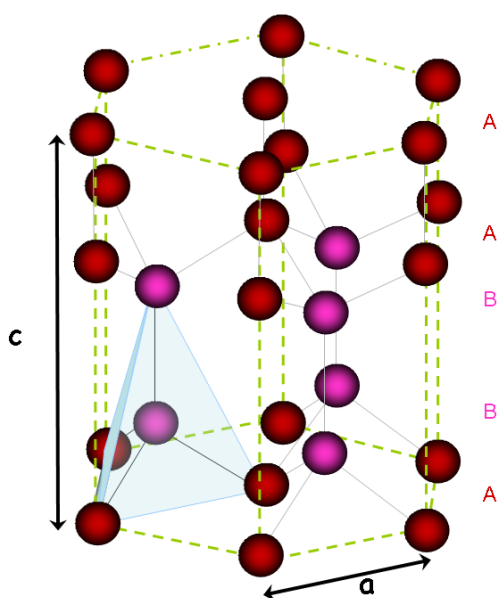


FIGURE II.3 – Représentation schématique de la structure cristalllographique de la glace. Seuls les atomes d’oxygène sont représentés ; la couleur de chaque atome correspond au plan de l’empilement auquel il appartient (A=rouge, B=rose). Un hexagone (trait pointillé) est tracé pour aider à la visualisation de la structure mais est sans rapport avec les liaisons hydrogène qui sont matérialisées par des lignes. On a également représenté à titre d’exemple, un tétraèdre dans lequel s’inscrit un atome d’oxygène.

la structure de la molécule d’eau.

- il ne peut y avoir qu’un seul atome d’hydrogène entre deux atomes d’oxygène.

L’orientation de chaque molécule est donc déterminée par les molécules voisines.



FIGURE II.4 – Les six configurations possibles respectant les règles de Bernal-Fowler (d’après Petrenko et Whitworth (1999)).

Remarque : Par la suite, nous utiliserons la notation de Bravais-Miller à 4 indices h,k,i,l pour désigner les plans $(hkil)$, familles de plans $\{hkil\}$ ainsi que les directions $[hkil]$ et familles de directions $\langle hkil \rangle$ cristalllographiques, qui permet que des plans ou des directions similaires aient des indices similaires. L’indice i est redondant puisque $i = -h-k$. La figure II.5 permet de visualiser cette géométrie.

II.1.2 Biréfringence

Nous mentionnons ici une propriété optique de la glace liée à la symétrie du cristal par rapport à l’axe c , également appelé “axe optique”. Ce matériau possède 2 indices de réfraction différents suivant la polarisation du rayon lumineux qui le traverse. Cette caractéristique facilite la visualisation de la microstructure des polycristaux puisque lorsque l’on observe une lame mince entre deux polariseurs croisés, chaque grain apparaît avec une couleur liée

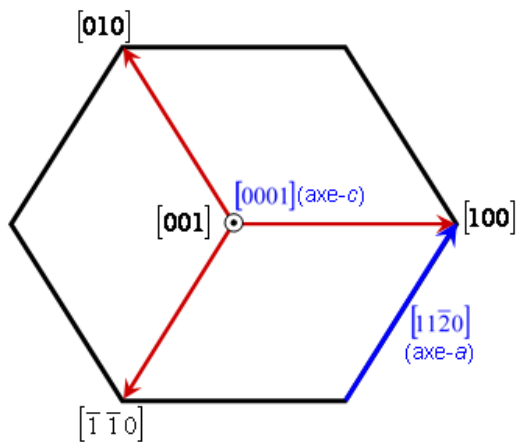


FIGURE II.5 – notation de Bravais-Miller pour la géométrie hexagonale.

à l'orientation de son axe c (figure II.6). Cela permet également de déterminer aisément l'orientation de l'axe c de chaque cristal avec une précision relativement bonne ($\pm 2^\circ$).

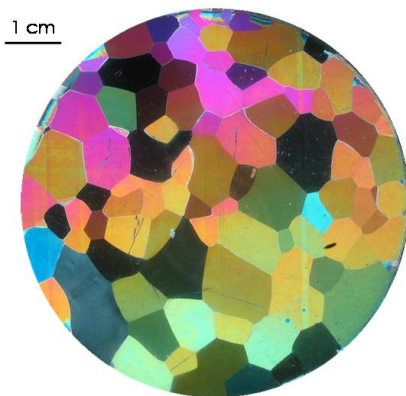


FIGURE II.6 – Lamme mince de glace polycristalline observée sous lumière polarisée.

II.2 Défauts

Le non-respect de l'ordre cristallographique présenté dans le paragraphe précédent génère des défauts que l'on peut classer de la manière suivante :

II.2.1 les défauts ponctuels

* Les défauts ponctuels protoniques

Ce type de défauts, spécifiques aux structures telles que celles de la glace, correspond à la violation des règles de Bernal-Fowler. Ce désordre protonique, illustré sur la figure II.7, peut se traduire par la présence soit de *défauts ioniques*, ions hydroxide OH^- et hydronium H_3O^+ , lorsque la première règle n'est pas respectée, soit de *défauts* dits *de Bjerrum* lorsque la deuxième est mise en défaut (Bjerrum (1951); Gränicher (1958)). On distinguera les défauts de Bjerrum de type L (de l'Allemand *leere* signifiant vide)

II.2. DÉFAUTS

lorsque l'on a une liaison entre deux atomes d'oxygène sans proton, et les défauts de Bjerrum de type D (pour *doppeltbesetzte*=doublement occupé) lorsque la liaison contient deux protons.

La présence de ces défauts faciliterait la mobilité des dislocations (Louchet (2004a)).

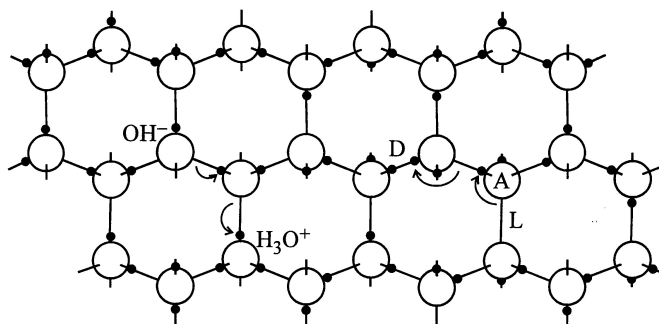


FIGURE II.7 – Défauts ponctuels protoniques (d'après Petrenko et Whitworth (1999)).

* Les défauts ponctuels moléculaires

Ce type de défauts, plus classique que le précédent, regroupe les *lacunes*, lorsqu'il manque une molécule d'eau dans un site du réseau et les *interstitiels* lorsqu'au contraire, une molécule s'introduit dans un espace offert par le réseau de liaisons hydrogène de la structure cristallographique. Il semble que ces derniers soient prépondérants devant les lacunes ($C_{interstitiels} = 2.8 \cdot 10^{-6}$ frac. mol., $C_{lacunes} > 10^{-8}$ frac. mol. à 0°C (Hondoh *et al.*, 1983)), ce qui n'est généralement pas le cas dans la plupart des métaux (Louchet, 2004a). Le coefficient de diffusion des interstitiels est $2 \cdot 10^{-9} m^2 s^{-1}$ à 256K (Hondoh *et al.*, 1991).

II.2.2 Les dislocations

II.2.2.1 Systèmes de glissement

D'une manière générale, la déformation d'un cristal se fait suivant des systèmes de glissement particuliers. Un système de glissement est défini par un plan de glissement (ou la normale à celui-ci) ainsi que par un vecteur de Burgers. Les plans de glissement les plus probables étant les plans cristallographiques les plus denses, les systèmes de glissement envisageables dans la glace sont ceux représentés sur la figure II.8 (d'après (Hondoh, 2000, p.8)).

Afin d'estimer a priori quels peuvent être les systèmes de glissement qui seront majoritairement activés, on peut calculer l'énergie de ligne d'une dislocation (Friedel (1964, p.22), Hirth et Lothe (1982, p.63)) :

$$E_d = \frac{\mu b^2}{4\pi K} \ln \frac{R}{r_0} \quad (\text{II.1})$$

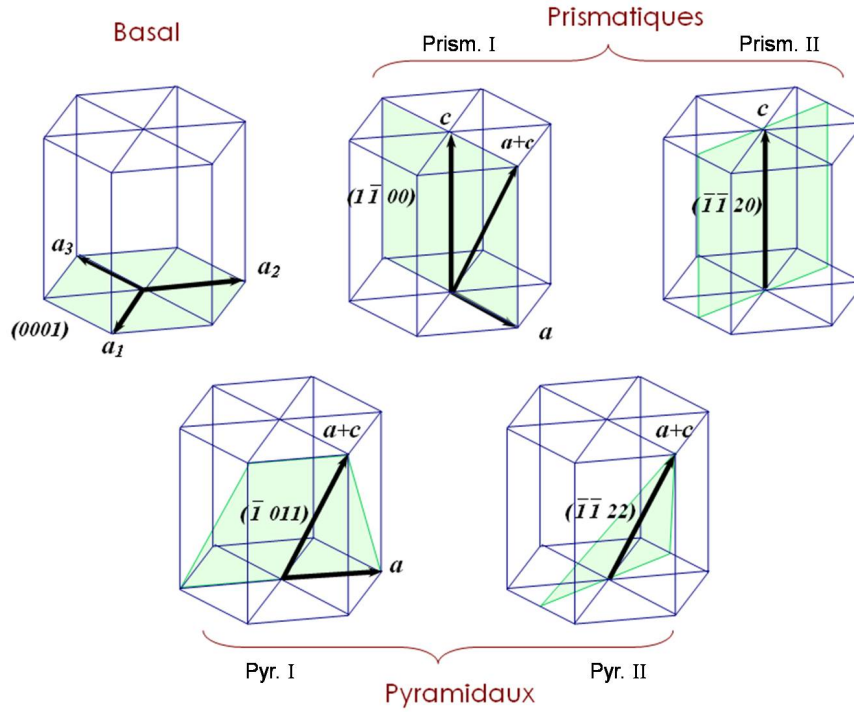


FIGURE II.8 – les systèmes de glissement envisageables dans la glace

où μ est le module de cisaillement ; b , la norme du vecteur de Burgers ; $K=1$ pour les dislocations vis et $1 - \nu$ pour les dislocations coin ; r_0 et R représentent respectivement le rayon de coeur de la dislocation et le rayon extérieur d'un cylindre imaginaire entourant la dislocation et représentant le domaine perturbé par la présence de la dislocation. En pratique, il est difficile d'estimer ces deux derniers paramètres, on a donc regroupé dans le tableau II.1 l'ensemble des valeurs du rapport $\frac{\mu b^2}{4\pi K}$ pour les différents systèmes de glissement. Nous noterons que dans le cas de la glace, le module de cisaillement μ est très faible, comparé à celui de la plupart des matériaux. En effet, $\mu=3.42\text{GPa}$ (Petrenko et Whitworth, 1999, p.39) alors que, à titre d'exemple, pour un acier de type 316L, $\mu=80\text{GPa}$.

\mathbf{b}	$\ \mathbf{b}\ (\text{Å})$	plan de glissement	$\frac{\mu b^2}{4\pi K}$	
			$(10^{-11} \text{Jm}^{-1})$	
			vis	coin
$\mathbf{a} = \frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	4.52	$(0001)_{\text{basal}} - \{1\bar{1}00\}_{\text{prism.I}} - \{\bar{1}011\}_{\text{pyr.I}}$	5.69	8.13
$\mathbf{p} = \frac{a}{3} \langle 10\bar{1}0 \rangle$	2.61	$(0001)_{\text{basal}}$	1.90	2.71
$\mathbf{c} = c[0001]$	7.36	$(0001)_{\text{basal}} - \{1\bar{1}00\}_{\text{prism.I}} - \{\bar{1}\bar{1}20\}_{\text{prism.II}} - \{\bar{1}011\}_{\text{pyr.I}}$	15.09	21.55
$\mathbf{a} + \mathbf{c} = \langle 11\bar{2}3 \rangle$	8.63	$\{1\bar{1}00\}_{\text{prism.I}} - \{\bar{1}011\}_{\text{pyr.I}} - \{\bar{1}\bar{1}22\}_{\text{pyr.II}}$	20.74	29.63

TABLE II.1 – Énergies de ligne des dislocations susceptibles d'exister dans la glace

On constate que les dislocations de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ont la même énergie

de ligne qu'elles glissent sur les plans de base, prismatiques I ou pyramidaux I. Elles ont cependant un coût énergétique 1.5 fois supérieur que lorsqu'elles se dissocient dans les plans de base.

II.2.2.2 Dislocations partielles et fautes d'empilement

En effet, dans certains cas, il peut être énergétiquement plus favorable pour une dislocation dite parfaite, de vecteur de Burgers \mathbf{b} de se dissocier en deux dislocations partielles de vecteurs de Burgers \mathbf{b}_1 et \mathbf{b}_2 . Ceci se produit si la cristallographie le permet et à condition que $b_1^2 + b_2^2 < b^2$ et que l'énergie de la faute d'empilement créée entre les deux partielles soit suffisamment faible.

Ainsi, les dislocations vis basales de vecteur de Burgers $\mathbf{a} = (a/3) \langle 11\bar{2}0 \rangle$ peuvent se dissocier en deux partielles $\mathbf{p} = (a/3) \langle 10\bar{1}0 \rangle$ à 30° (partielles de Shockley), comme illustré sur la figure II.9. Les dislocations de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ne peuvent pas se dissocier dans les plans prismatiques.

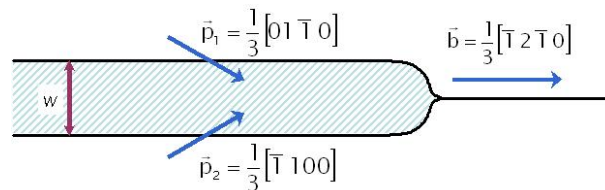


FIGURE II.9 – Réaction de dissociation d'une dislocation vis basale.

L'énergie de faute d'empilement correspondante a été estimée à partir d'observations réalisées en topographie X par [Hondoh *et al.* \(1983\)](#). Dans ces expériences, l'énergie de faute d'empilement est calculée à partir des vitesses de contraction de boucles interstitielles de vecteur de faute $1/6 \langle 20\bar{2}3 \rangle$ (ou $\mathbf{p} + \mathbf{c}/2$). Ils trouvent :

$$\gamma_{(\mathbf{p}+\mathbf{c}/2)} = 0.31 \text{ mJ/m}^2$$

et par des considérations géométriques, ils en déduisent l'énergie de faute d'empilement associée à la réaction $\mathbf{a} \rightarrow \mathbf{p}_1 + \mathbf{p}_2$:

$$\gamma_{(\mathbf{p})} = 2 \times \gamma_{(\mathbf{p}+\mathbf{c}/2)} \approx 0.6 \text{ mJ/m}^2$$

L'équilibre entre la force d'attraction due à cette faute d'empilement et la force de répulsion entre les deux partielles permet d'estimer la largeur de dissociation d'une dislocation basale à une valeur de l'ordre de 20 à 50nm (tableau II.2).

Ces valeurs sont grandes par rapport à celles de la plupart des matériaux (par exemple : $W_{Cu} \approx 2.56 \text{ nm}$, $W_{Al} \approx 0.43 \text{ nm}$ ([Friedel, 1964](#), p.158)) mais néanmoins insuffisantes pour être observées par topographie aux rayons X (résolution de l'ordre du micromètre). Bien que

Caractère de la dislocation	W (nm)
vis	24
60°	47
coin	55

TABLE II.2 – Largeurs de dissociation dans la glace (Hondoh (2000))

l'erreur estimée sur ces valeurs (10% d'après les auteurs) soit assez faible, d'autres résultats confirmant ces données seraient les bienvenus. Par exemple, même si elles sont difficiles à mettre en oeuvre comme nous le verrons dans le paragraphe II.2.2.4, des observations en Microscopie Electronique en Transmission auraient une résolution adaptée pour observer directement les dislocations partielles.

II.2.2.3 Shuffle/glide set

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe II.1.1, le cristal de glace est structuré en une succession de doubles couches d'atomes d'oxygène (AB-BA) dans la direction $[0001]$. Ceci autorise le glissement de dislocations ayant le même vecteur de Burgers sur deux familles de plans de base : les plans de type *glide* et les plans de type *shuffle*, qui sont les plus largement espacés (figure II.10). Toutefois, le glissement de dislocations suivant des plans de type *glide* semble plus probable car dans ce cas, elles peuvent se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley .

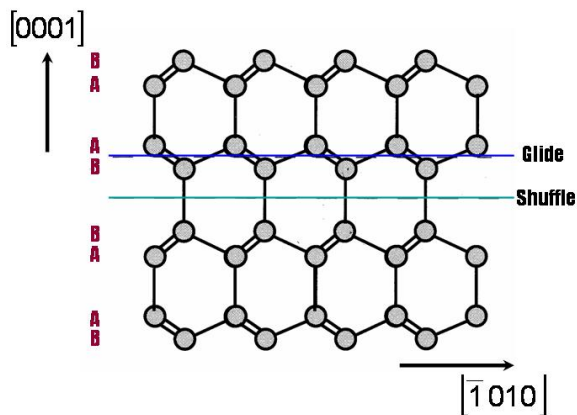


FIGURE II.10 – Représentation des plans de base de type “shuffle” et “glide”. les liaisons marquées de 2 traits correspondent à celles qui sont hors du plan de la figure (d'après Louchet (2004a)).

II.2.2.4 Observations des dislocations

L'observation des dislocations individuelles dans la glace n'est pas aisée. La première difficulté, commune à toutes les méthodes d'observation, réside dans la délicate manipulation des échantillons. En effet, ceux-ci sont fragiles et donc difficiles à usiner et nécessitent un maintien à une température négative qui doit rester constante dans la mesure du possible

afin de minimiser les contraintes thermiques.

Microscopie Electronique en Transmission La microscopie électronique en transmission (MET) vient inévitablement à l'esprit lorsqu'il est question d'observer les dislocations. Cette méthode basée sur la diffraction d'un faisceau incident d'électrons offre entre autres l'intérêt de pouvoir déterminer le vecteur de Burgers des dislocations. En effet, une dislocation sera invisible si les conditions d'extinction suivantes sont réunies :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (\text{II.2a})$$

$$\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{l}) = 0 \quad (\text{II.2b})$$

\vec{g} étant le vecteur normal unitaire au plan diffractant ou vecteur de diffraction, \vec{b} , le vecteur de Burgers et \vec{l} le vecteur ligne de la dislocation.

Cependant, les observations en MET nécessitent des échantillons extrêmement minces ($\approx 1\mu\text{m}$) qui ne peuvent être usinés. Les échantillons des principales études réalisées grâce à cette technique ont été obtenus soit par solidification rapide de films extrêmement minces d'eau (Falls *et al.* (1983)), soit par amincissement d'échantillons volumiques, obtenus par sublimation en contrôlant la température du porte-échantillon ou par irradiation de l'échantillon grâce au faisceau d'électrons (Unwin et Muguruma (1971)). Les observations se faisant sous vide, il est également indispensable de maintenir les échantillons à des températures très basses (80 à 100K) pour limiter la sublimation.

Pour toutes ces raisons, cette technique est peu adaptée à l'observation de phénomènes dynamiques. Néanmoins, le MET offre l'avantage d'une très bonne résolution (1 à 10nm) qui doit permettre de distinguer les dislocations partielles (Unwin et Muguruma (1971) mentionnent de telles observations sans donner d'estimation de la largeur de dissociation).

Attaque chimique des surfaces Une autre technique utilisée à plusieurs reprises (Liu *et al.* (1995); Wei et Dempsey (1994); Sinha (1978)) consiste en l'analyse des émergences de dislocations, révélées par attaque chimique de la surface des échantillons (etch pits). Il n'est donc pas possible de rendre compte des dislocations n'émergeant pas ou de l'expansion des dislocations en volume. De cela découle une analyse délicate des figures d'attaque qui peut même conduire à des interprétations contradictoires, notamment en terme de densités de dislocations (Wei et Dempsey (1994); Sinha (1978)).

Topographie aux rayons X Enfin, la méthode la plus adaptée pour la glace est la topographie aux rayons X. La glace étant totalement transparente aux rayons X, on peut, grâce à cette technique de diffraction, obtenir une projection de la microstructure des défauts présents dans des échantillons de plusieurs millimètres d'épaisseur. La détermination du vecteur de Burgers est également possible par application des conditions d'extinction mentionnées en équation II.2.

Développée à la fin des années 60, la topographie X dite "conventionnelle" a apporté de nombreuses informations sur la nature des dislocations présentes initialement dans les cristaux de glace (voir par exemple Hayes et Webb (1965)), les paramètres intervenant dans la diffusion des défauts ponctuels (voir par exemple Hondoh *et al.* (1983)) et même les mécanismes de déformation du monocristal de glace (on peut citer Hondoh *et al.* (1990); Fukuda et Higashi (1973)).

Plus tard, à la fin des années 80, le développement de la topographie X en rayonnement synchrotron a donné lieu aux observations les plus pertinentes. Les améliorations sont sensibles : l'utilisation d'un faisceau plus large évite d'avoir à déplacer l'échantillon ; la possibilité d'utiliser un faisceau blanc (toutes les longueurs d'onde de la gamme considérée) permet d'obtenir plusieurs taches de diffraction simultanément, ce qui facilite la détermination du vecteur de Burgers ; les temps d'exposition sont réduits à quelques secondes (au lieu de quelques minutes à quelques heures !), ce qui permet d'observer des phénomènes dynamiques en s'affranchissant en grande partie de la restauration de la microstructure de dislocations. Enfin, la très faible divergence du rayonnement synchrotron offre une meilleure résolution, de l'ordre de $20\mu m$, qui reste cependant insuffisante pour observer la dissociation des dislocations.

Toutes les études pré-citées menées sur des monocristaux non déformés s'accordent sur les résultats suivants :

la densité de dislocations présentes initialement dans la glace est relativement faible, typiquement de l'ordre de $10^7 m^{-2}$ pour les glaces artificielles comme naturelles (Higashi *et al.* (1964, 1968)). Pour l'observation en topographie X des dislocations individuelles, des cristaux de qualité supérieure sont appréciables. Il est alors possible de descendre jusqu'à des densités de $10^6 m^{-2}$, comme l'ont montré les travaux de Oguro et Higashi (1971); Ohtomo *et al.* (1987). Comparativement, les densités de dislocations dans la plupart des métaux est de l'ordre de $10^{10} m^{-2}$, la glace se rapproche donc là encore plutôt de matériaux comme le silicium ou le germanium dont les densités de dislocations sont dans la même gamme que celles de la glace.

Comme suggéré par les critères énergétiques évoqués dans la partie II.2.2.1, la plupart des observations réalisées par les équipes citées précédemment font état de la présence d'une grande majorité de dislocations basales $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, le plus souvent de caractère vis ou 60° . De courts segments non basaux glissant 7 à 10 fois plus vite sont également observés (Ahmad et Whitworth (1988); Hondoh *et al.* (1990); Shearwood et Whitworth (1991)). La dynamique de ces dislocations sera détaillée dans la partie II.3.3. Il est aussi mentionné la présence de boucles prismatiques basales de vecteur de Burgers $[0001]$ dont la formation serait due à la condensation d'interstitiels (Oguro et Higashi (1971, 1981)). L'ensemble de ces observations est illustré sur la figure II.11.

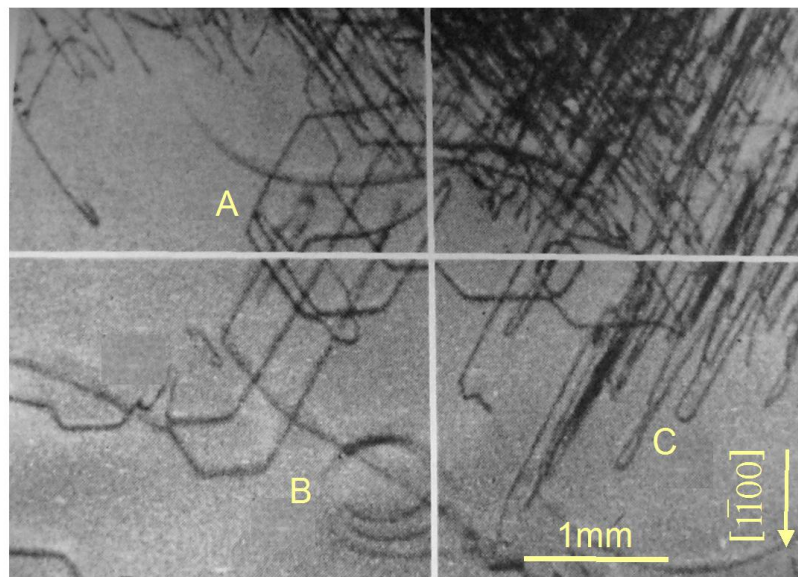


FIGURE II.11 – Topogramme où figurent A) des boucles basales hexagonales, B) une boucle prismatique basale de vecteur de Burgers $[0001]$, C) Des segments de dislocations coin se déplaçant dans un plan perpendiculaire au topogramme (Ahmad et Whitworth (1988)).

II.3 Comportement mécanique

Il est apparu dès la fin du XIX^e siècle que la glace, bien que fragile, possédait également un comportement ductile à condition que l'intensité de la sollicitation soit suffisamment faible ou que la déformation soit suffisamment lente (Reusch (1864); McConnel et Kidd (1888), cités par Petrenko et Whitworth (1999, p184)). Des expériences menées sur des monocristaux ont également montré qu'il était très difficile de déformer un monocristal si la contrainte était parallèle ou perpendiculaire à l'axe c . Dans ces configurations, le facteur de Schmid est nul

pour les systèmes basaux. On peut également citer les expériences de Nakaya (1958) qui mit en évidence l'existence de lignes de glissement grâce à ses observations en microscopie en lumière rasante polarisée (figure II.12). Sur ces échantillons déformés en flexion de telle sorte que l'axe c soit à 45° de la direction d'application de la force, les lignes de glissement que l'on peut observer sont dues au glissement de dislocations sur des plans de base.

Il s'avère donc que le monocristal de glace, même s'il est élastiquement isotrope (Tyson, 1971), possède en revanche une forte anisotropie plastique et se déforme essentiellement par glissement de dislocations sur les plans de base, comme pouvaient le laisser supposer la cristallographie et les observations.

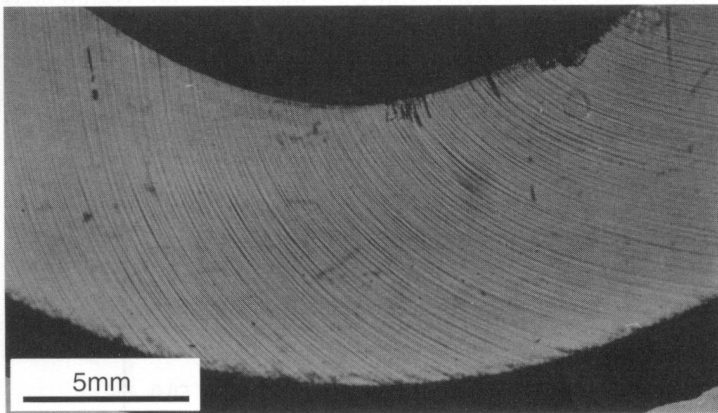


FIGURE II.12 – Mise en évidence de lignes de glissement basal (d'après Nakaya (1958)).

II.3.1 Déformation de la glace monocristalline

Les températures considérées pour les essais servant à caractériser le comportement mécanique de la glace, typiquement de -50 à 0°C , correspondent à des hautes températures pour le matériau puisque l'on évolue de $\approx 0.8 \times T_f$ (T_f =température de fusion) à T_f . Ces hautes températures permettent de caractériser mécaniquement la glace autrement que par des essais en vitesse de déformation imposée. Il est possible, sur des temps relativement courts, de déformer la glace en contrainte imposée (fluage). Signalons au passage que ce type de sollicitation est celle à laquelle sont soumis les glaciers et calottes polaires qui s'écoulent sous leur propre poids.

Les courbes représentées en figure II.13 sont caractéristiques du comportement en vitesse de déformation imposée et en contrainte imposée pour le monocristal de glace. Ces deux types de résultats traduisent bien évidemment le même comportement que l'on peut interpréter qualitativement grâce à la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v_d \quad (\text{II.3})$$

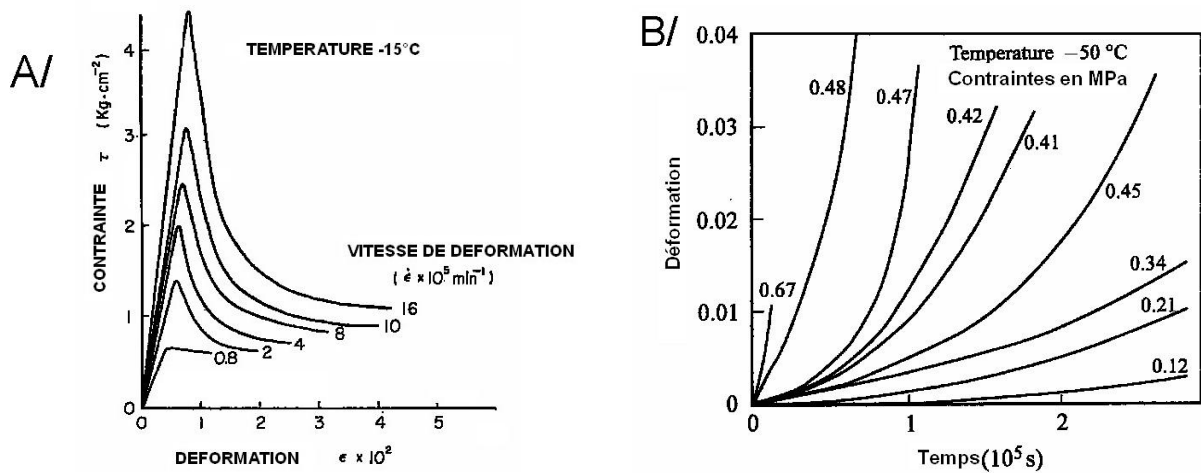


FIGURE II.13 – Comportement de la glace monocristalline A/ en traction à vitesse de déformation imposée (Higashi *et al.* (1964)) et B/ en contrainte imposée (fluage)(Jones et Glen (1969)). La valeur de la contrainte est indiquée à côté de chaque courbe.

qui permet de relier la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ à la densité de dislocations mobiles ρ_m , b , le vecteur de Burgers et v_d , la vitesse moyenne des dislocations mobiles.

Dans le cas où $\dot{\gamma}$ est constante (figure II.13, A/), étant donné qu’initialement ρ_m est très faible, v_d , qui peut être directement reliée à la contrainte (voir §II.3.3.2), doit augmenter. Ensuite, au fur et à mesure que les dislocations se multiplient, la contrainte nécessaire pour maintenir la vitesse de déformation imposée diminue. Lorsque la multiplication compense l’immobilisation et l’annihilation des dislocations, la contrainte devient constante. On n’observe pas d’écrouissage, suggérant que la densité de “dislocations de la forêt” est très faible. Le même raisonnement peut être mené dans le cas du fluage (figure II.13, B/) où cette fois-ci la contrainte, et donc par conséquent v_d , est constante. L’augmentation de ρ_m entraîne donc l’augmentation de $\dot{\gamma}$. Si certaines études mentionnent l’existence d’un état stationnaire (Higashi *et al.*, 1965, expériences en flexion), il faut quand même noter que d’autres n’ont observé qu’une augmentation continue de la vitesse de déformation (Jones et Glen (1969)).

On peut encore trouver une analogie entre la glace et les semi-conducteurs de structure similaire (Si, Ge). Tout d’abord, comme la glace, ces matériaux sont fragiles à basse température mais deviennent de plus en plus ductiles dès $0.6T_F$. De plus, les courbes contrainte-déformation (à vitesse de déplacement imposée) de ces matériaux présentent également un crochet de traction (figure II.14, A/). Leurs courbes de fluage présentent également les mêmes caractéristiques que celle de la glace (de l’écrouissage peut cependant être observé suivant l’orientation du cristal)(figure II.14, B/). (Alexander et Haasen, 1968; Peissker *et al.*, 1962).

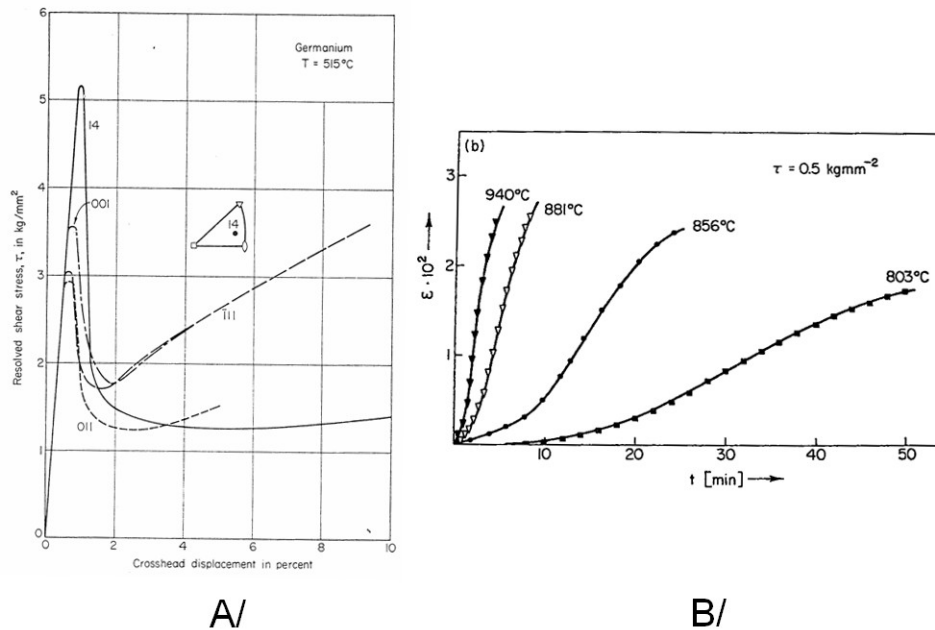


FIGURE II.14 – A/ Courbes contrainte-déformation pour des monocristaux de Ge dont l'orientation est précisée sur la figure (vitesse de déplacement = $3.3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) (Patel et Chaudhuri, 1963). B/ Courbes de fluage (compression) de monocristaux de Si à différentes températures (Reppich *et al.*, 1964).

II.3.2 Anisotropie plastique du monocristal de glace

L'absence d'érouissage par intersection d'arbres de la forêt laisse penser qu'un système de glissement est largement prépondérant devant les autres. La figure II.15 met clairement en évidence la très forte anisotropie plastique du cristal de glace. Il est important de noter que :

- * un monocristal de glace pour lequel le glissement basal est activé se déforme environ 1000 fois plus vite qu'un polycristal isotrope,
- * lorsque le glissement basal est activé, la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ peut être reliée à la contrainte τ par une relation du type :

$$\dot{\gamma} = B\tau^n, \quad (\text{II.4})$$

- * les vitesses de déformation pour les monocristaux déformés par glissement non-basal sont à considérer comme des limites supérieures. En effet, pour que la cission résolue sur les systèmes basaux soit nulle, l'axe c doit être parfaitement parallèle ou perpendiculaire à la direction de sollicitation. La moindre désorientation entraîne une déformation suivant les plans de base qui peut rapidement devenir prépondérante.

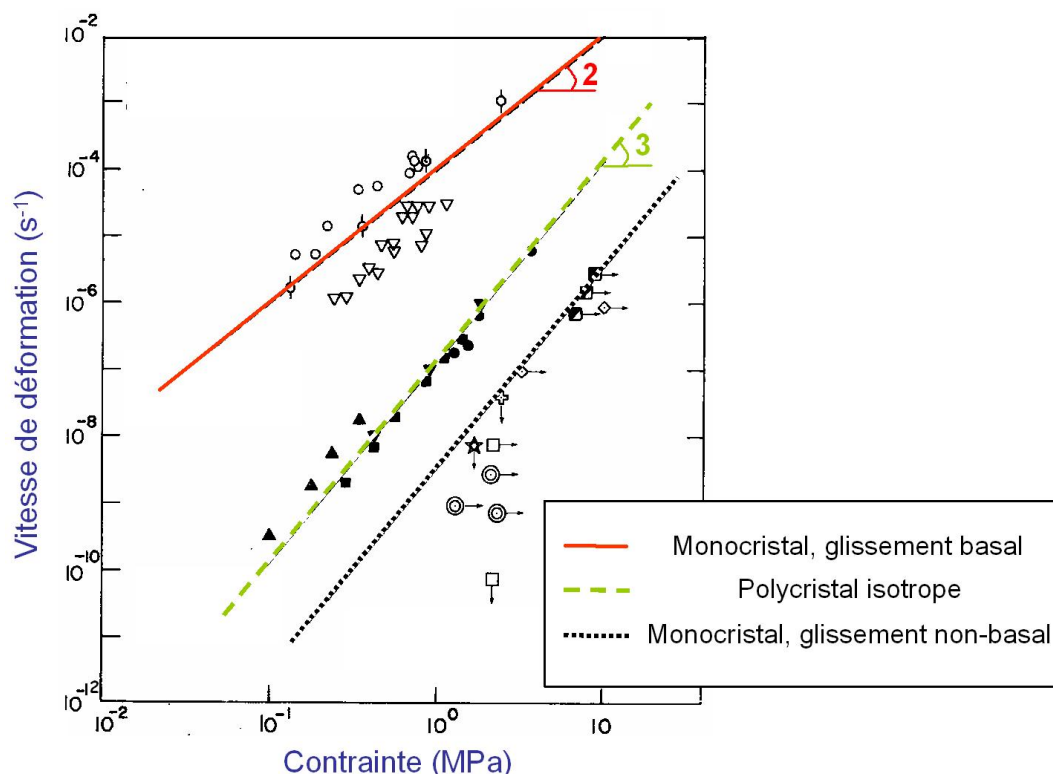


FIGURE II.15 – fluage de la glace à -10°C , d'après Duval *et al.* (1983).

Suivant les auteurs, l'exposant n dans l'équation II.4 prend des valeurs de 1.5 à 2.5 (Petrenko et Whitworth (1999, p190), Duval *et al.* (1983); Higashi *et al.* (1964, 1965)).

II.3.3 Mouvement des dislocations à l'origine de l'anisotropie

Le comportement mécanique révèle une forte anisotropie viscoplastique que la cristallographie suggérait déjà a priori (cf §II.2.2.1, page 13). Voyons maintenant l'origine microscopique de cette caractéristique en étudiant la cinétique et la multiplication des dislocations.

II.3.3.1 Mécanismes de multiplication

Plusieurs mécanismes de multiplication des dislocations ont été suggérés suite aux expériences réalisées en topographie X en rayonnement synchrotron. Ahmad *et al.* (1986) et Ahmad *et al.* (1992) ont observé l'activation de très classiques sources de Frank-Read permettant la multiplication de dislocations basales (figure II.16). Whitworth et ses collaborateurs (Ahmad et Whitworth (1988); Ahmad *et al.* (1987); Shearwood et Whitworth (1983, 1991, 1993)) mentionnent de nombreux autres mécanismes, parmi lesquels certains sont basés sur des configurations complexes (intersections avec des surfaces libres, immobilisation par des obstacles, nombreux systèmes de glissement) et semblent en conséquence peu généralisables.

Néanmoins, il est possible de tirer de l'ensemble de ces observations une information qui, comme nous le verrons par la suite, est essentielle : ce sont les dislocations coin non-basales qui, malgré leur faible densité et leur faible contribution à la déformation totale, permettent la multiplication des dislocations basales avec lesquelles elles forment des dipôles. La plupart des études n'ont pas permis de déterminer avec certitudes dans quel(s) plan(s) glissent ces dislocations mais il semblerait qu'elles appartiennent aux systèmes $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ (Ahmad *et al.* (1987)). Ces segments sont également beaucoup plus rapides (cf partie II.3.3.2) que les dislocations basales dont elles permettent l'extension. L'origine de ces segments n'est en revanche pas claire. Leur formation par glissement dévié est généralement exclue du fait de la large dissociation des dislocations dans les plans de base et de l'immobilité supposée (car jamais observée) des dislocations vis de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ dans les plans prismatiques $\{1\bar{1}00\}$.

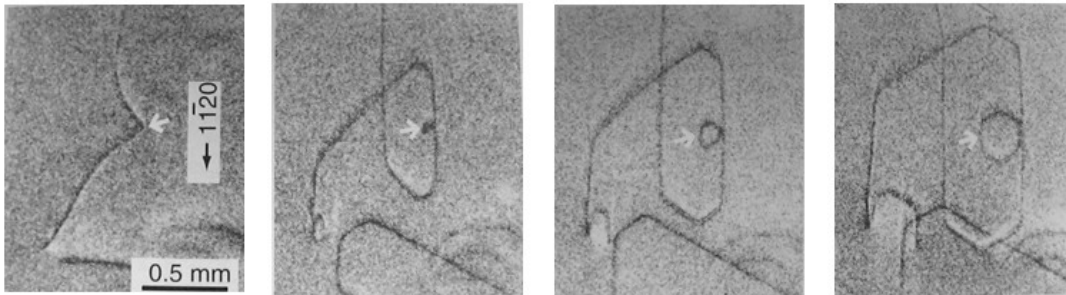


FIGURE II.16 – Activation d'une source de Frank-Read (Ahmad *et al.* (1992))

II.3.3.2 Mobilité des dislocations

Comme nous venons de le voir, la mobilité des dislocations mérite d'être détaillée étant données les contributions des systèmes basaux à la déformation macroscopique et des systèmes non basaux à la multiplication des dislocations basales. La faible densité de dislocations présentes initialement dans la glace permet de faire cette étude de manière quantitative grâce à des expériences suivies in situ en topographie X (Hondoh *et al.* (1990); Shearwood *et Whitworth* (1991); Okada *et al.* (1999); Capolo (2007)). D'un point de vue pratique, une contrainte de l'ordre de 10^{-2} à $10^{-1} MPa$ est appliquée, le plus souvent en compression, sur des échantillons parallélépipédiques de plusieurs millimètres de côtés. La contrainte est appliquée de manière discontinue et entre chaque chargement, une image est prise. Le déplacement des dislocations peut ainsi être mesuré puis rapporté au temps pendant lequel la contrainte a été appliquée.

L'ensemble des résultats permettent de tirer les enseignements suivants :

- * La vitesse des dislocations est fortement dépendante de la température
- * La vitesse des dislocations est proportionnelle à la contrainte appliquée

Ainsi, la vitesse des dislocations est la plupart du temps exprimée sous la forme d'une loi thermiquement activée :

$$v_d = \tau M_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right) \quad (\text{II.5})$$

où Q est l'énergie d'activation ; k_B , la constante de Boltzmann ($1.38 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et T , la température. Dans le tableau II.3, nous avons regroupé les résultats obtenus au cours des études que nous avons jugées les plus significatives.

	vis		60°		coin non basales	
Hondoh <i>et al.</i> (1990)	0.62	6.4×10^{12}			0.61 ± 0.04	2.4×10^{13}
Shearwood <i>et Whitworth</i> (1991)	0.95 ± 0.05	6×10^{18}	0.87 ± 0.04	3×10^{17}	0.63 ± 0.04	6×10^{13}
Okada <i>et al.</i> (1999)	0.756 ± 0.027	1.5×10^{15}	0.688 ± 0.025	1.3×10^{14}		

TABLE II.3 – **Energies d'activation Q (eV)** et préfacteurs M_0 ($\mu\text{m.s}^{-1} \text{ MPa}^{-1}$) de l'équation II.5 issus d'observations en topographie X. Compilation établie à partir de [Hondoh *et al.* \(1990\)](#); [Shearwood *et Whitworth* \(1991\)](#); [Okada *et al.* \(1999\)](#).

La figure II.17 est la représentation graphique de la dépendance en température de la mobilité des dislocations, réalisée à partir de ces mêmes données. Plusieurs points méritent d'être soulignés :

- * Les dislocations coin non-basales se déplacent, pour une même contrainte, 7 à 10 fois plus vite que les dislocations basales.
- * Il est difficile de distinguer la mobilité des dislocations basales suivant leur caractère.

Il semble y avoir accord entre les différentes études sur les résultats obtenus pour les dislocations non basales. En revanche, il existe, suivant les auteurs, une différence significative pour la valeur de l'énergie d'activation pour les dislocations basales. Elle varie de 0.62eV à 0.95eV, qui est une valeur très élevée. Toutefois, pour des température de 0 à -20°C, les vitesses obtenues sont toutes du même ordre de grandeur. [Okada *et al.* \(1999\)](#) attribue cette différence au fait que la gamme de température balayée par [Shearwood *et Whitworth* \(1991\)](#) est beaucoup plus large et que les données obtenues par ces derniers aux plus basses températures sont environ 10% plus faibles que l'extrapolation des données de ces mêmes auteurs jusqu'à -20°C. Ils suggèrent donc l'existence d'un facteur indéterminé influençant la vitesse des dislocations à basse température. Pour la suite de notre étude, étant donné que la valeur de [Okada *et al.* \(1999\)](#) est intermédiaire, que leur cristaux sont de très grande qualité

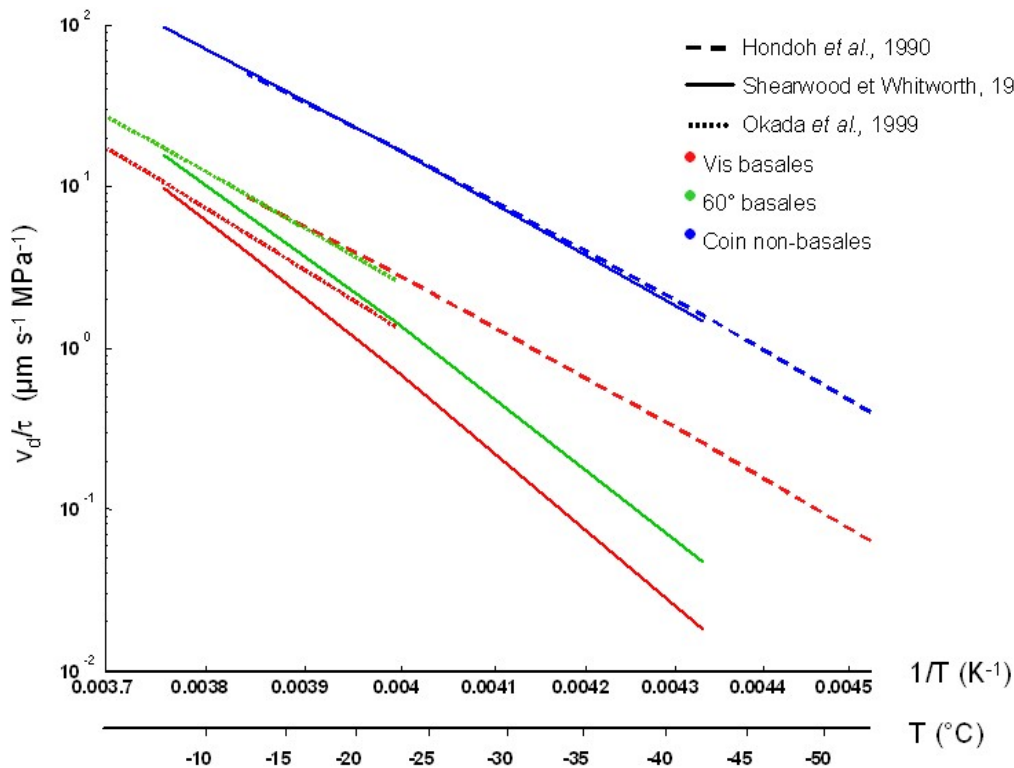


FIGURE II.17 – Mobilités issues des observations expérimentales. Les lois de mobilité sont tracées pour les gammes de températures considérées expérimentalement

et que la température est mieux contrôlée au cours de leurs expériences, nous prendrons leurs résultats comme référence.

La forme hexagonale des dislocations telles qu'elles ont par exemple été observée par [Ahmad et Whitworth \(1988\)](#) (cf. figures [II.11](#) et [II.16](#)) laisse supposer une forte contrainte de Peierls dans les plans de base (ce type de structure est également observée dans des matériaux tels que le silicium ([Wessel et Alexander \(1977\)](#))). En revanche, la très grande mobilité des segments coin non basaux semble indiquer au contraire que la friction de réseau pour les systèmes de glissement mis en jeu est faible.

II.3.3.3 Du mouvement des dislocations au comportement macroscopique

Le comportement macroscopique est le résultat du comportement microscopique des dislocations, moyenné dans le temps et dans l'espace. Mais comment passer des vitesses individuelles des dislocations à l'expression d'une vitesse de déformation macroscopique? Nous avons vu dans la section [II.3.3.2](#) que la vitesse des dislocations est proportionnelle à la contrainte appliquée. Or le comportement macroscopique laisse supposer une dépendance de la vitesse de déformation au carré de la contrainte (équation [II.4](#)). La manière la plus

II.3. COMPORTEMENT MÉCANIQUE

classique de faire le changement d'échelle consiste à utiliser l'équation d'Orowan (équation II.3 p. 20). Puisque $v_d \propto \tau$, cela signifie par conséquent que $\rho \propto \tau$ également.

Louchet (2004b) propose un modèle théorique lui permettant d'établir cette relation et de retrouver l'exposant $n=2$ de l'équation II.4 en suggérant que les rapides segments coin non basaux observés expérimentalement sont formés par la montée des dislocations 60° basales. Dans ce modèle, l'auteur distingue la contribution des dislocations coin non-basales de celle des dislocations basales, à la vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{nb} + \dot{\epsilon}_b \quad (\text{II.6})$$

chaque contribution pouvant s'écrire suivant l'équation d'Orowan $\dot{\epsilon}_i = \rho_i b V_i$ où ρ_i résulte de l'équilibre entre la production des dislocations $\dot{\rho}_i^+$ et leur annihilation ou immobilisation $\dot{\rho}_i^-$. En écrivant que la production de dislocations coin non-basales est proportionnelle à la contrainte et à la densité de dislocations 60° , elle même étant proportionnelle à la densité de dislocations basales :

$$\dot{\rho}_{nb}^+ = A \rho_b \sigma \exp\left(-\frac{Q_{\text{montée}}}{kT}\right) \quad (\text{II.7})$$

où $Q_{\text{montée}}$ est l'énergie d'activation associée à la montée. L'immobilisation des dislocations coin non basales par intersection avec d'autres dislocations (basales) va quant à elle être donnée par :

$$\dot{\rho}_{nb}^- = B \frac{\rho_{nb} V_{nb} \mu b \rho_b}{\sigma} \quad (\text{II.8})$$

Des équations II.7 et II.8, on déduit lorsqu'on est en régime stationnaire :

$$\dot{\epsilon}_{nb} \propto \sigma^2 \exp\left(-\frac{Q_{\text{montée}}}{kT}\right) \quad (\text{II.9})$$

En ce qui concerne les dislocations basales, l'auteur considère que l'augmentation de leur densité est due à leur extension par les dislocations coin non basales et peut donc s'écrire :

$$\dot{\rho}_b^+ \propto \rho_{nb} V_{nb} \quad (\text{II.10})$$

Deux mécanismes sont proposés pour contrebalancer cette production : l'immobilisation des dislocations basales sur des obstacles fixes qui peut s'écrire :

$$\dot{\rho}_{b1}^- \propto \rho_b V_b \quad (\text{II.11})$$

et l'annihilation mutuelle des dislocations basales :

$$\dot{\rho}_{b2}^- \propto \rho_b^2 V_b^2 \quad (\text{II.12})$$

En considérant que les annihilations sont peu probables (l'argument avancé est l'inexistence de glissement dévié), les équations II.10 et II.11, il vient :

$$\dot{\epsilon}_b \propto \sigma^2 \exp\left(-\frac{Q_{\text{montée}}}{kT}\right) \quad (\text{II.13})$$

Les équations II.9 et II.13 justifient ainsi l'exposant $n=2$.

II.4 Comportement collectif des dislocations

D'après ce qu'il vient d'être dit dans la partie précédente, l'étude des dislocations individuelles apporte un certain nombre de renseignements indispensables sur la plasticité du matériau. Cependant, cette analyse possède ses limites. Un des principaux points faibles est que les observations sont faites dans les tous premiers stades de la déformation, tant que la densité de dislocations reste suffisamment faible. On est donc en droit de se demander si les mécanismes qui interviennent à plus grande déformation sont identiques, lorsque les interactions (contacts, empilements) entre les dislocations se multiplient. De plus, les évènements observés sont singuliers et ne sont pas forcément représentatifs des mécanismes prépondérants. Nous nous heurtons donc à un problème d'échelle d'observation, spatiale et temporelle, lié au caractère discret de l'activité plastique.

II.4.1 Problématique

Comme nous l'avons déjà souligné, relier les phénomènes observés à l'échelle des dislocations (voire en dessous) au comportement mécanique macroscopique constitue un objectif délicat. Cela consiste à relier des évènements discrets observables à une échelle de l'ordre de 10^{-6}m sur des échelles de temps de l'ordre de la microseconde, à un comportement macroscopique (à partir de 10^{-2}m et pour des temps supérieurs à la minute) par des lois de comportement continues. Pour passer de l'un à l'autre, des méthodes d'homogénéisation sont souvent utilisées. Cela consiste à moyenniser les propriétés sur un volume suffisamment grand pour que les fluctuations autour de la valeur moyenne de la propriété considérée (X) n'aient plus d'influence. Cependant, ceci n'est possible que si le champ de propriétés considéré constitue une population de variables aléatoires indépendantes qui respecte le théorème central limite. Dans ce cas, plus l'échelle (l) considérée est grande (et donc plus le nombre de mesures augmente) et plus le rapport $\frac{\sigma}{\langle X \rangle}$ est petit (décroissance en $1/l$), σ étant l'écart-type de la population, représentatif des fluctuations, et $\langle X \rangle$, la valeur moyenne de X .

Le fait qu'il existe des corrélations entre les différentes variables (spatiales ou temporelles) suffit à rendre caduque cette approche. Il se peut alors que dans ce cas le rapport $\frac{\sigma}{\langle X \rangle}$ reste constant ou du moins décroisse moins vite que $1/l$ quelle que soit l'échelle considérée. Les opérations de moyenne ne sont alors plus judicieuses et la modélisation des propriétés considérées à grande échelle doit tenir compte de ces hétérogénéités, directement ou par le biais des mécanismes physiques qui en sont à l'origine.

Cette caractéristique de conservation des fluctuations avec les changements d'échelle est qualifiée d'**invariance d'échelle** ou d'autosimilarité. Formellement, la quantité mesurée M sera invariante d'échelle si et seulement si :

$$M(\lambda l) = \lambda^\alpha M(l) \quad (\text{II.14})$$

où λ est le facteur de changement d'échelle et α , l'exposant caractéristique.

Les seules fonctions qui vérifient l'équation II.14 s'écrivent sous la forme d'une loi puissance :

$$M(l) \propto l^\alpha \quad (\text{II.15})$$

Le terme de "fractale" (Mandelbrot (1995); Feder (1988)) est également utilisé pour décrire une telle structure autosimilaire. Cependant, à la différence des fractales mathématiques, parfaites (ex : éponge de Menger, figure II.18), les systèmes physiques réels sont invariants d'échelle dans un domaine d'échelles fini qui s'étend au maximum de la résolution de la mesure à la taille du système.

Cette caractéristique d'invariance d'échelle concerne de nombreux domaines, on peut citer par exemple la fracturation de la banquise arctique, la structure des nuages, le profil des littoraux, la structure des poumons, l'occurrence des tremblements de terre, la démographie, les valeurs boursières, etc...

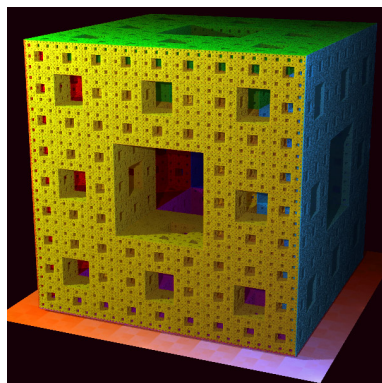


FIGURE II.18 – Eponge de Menger, exemple d'objet fractal.

Revenons au cas de la plasticité en sciences des matériaux. Par leur présence, les disloca-

tions génèrent des distorsions du réseau cristallographique et créent un champ de contrainte interne élastique dont l'intensité décroît en $1/r$, r étant la distance à la dislocation. On peut donc d'ores et déjà supposer que ce champ de contrainte à longue distance est responsable d'interactions entre les dislocations, que leur mouvement ne peut être considéré comme décorrélé et qu'il mène à l'émergence d'un comportement collectif, hétérogène dans le temps et dans l'espace.

Bien sûr, cette problématique ne se limite pas au seul cas de la glace mais est un véritable enjeu pour la science des matériaux d'une manière générale. Cependant, la glace est un excellent matériau-modèle grâce à sa facilité de mise en oeuvre expérimentale et à son anisotropie plastique qui facilite les interprétations.

II.4.2 Mise en évidence

Les études ayant permis de mettre en évidence le caractère hétérogène de la plasticité concernent de nombreux matériaux mono- ou poly-cristallins et est révélée dans différentes circonstances.

Analyses de surface Les marches laissées en surface suite au glissement des dislocations constituent une première source d'information. Le suivi au cours du temps de l'élargissement de bandes de glissement permet de se rendre compte du caractère intermittent de la déformation (voir figure II.19).

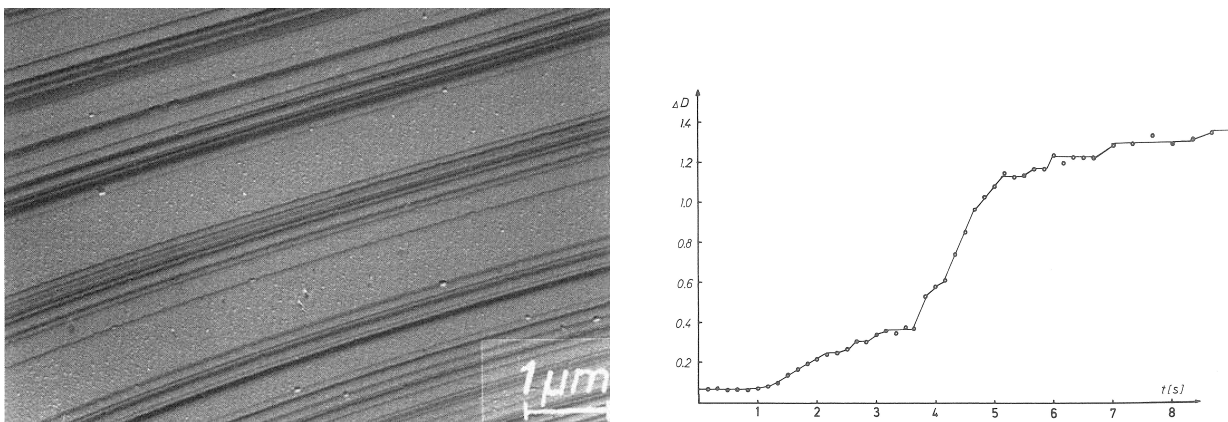


FIGURE II.19 – Lignes de glissement dans un alliage Cu-30%Zn (glissement simple). La courbe représente l'élargissement au cours du temps d'une bande de glissement dans ce même matériau et témoigne de son caractère hétérogène. D'après *Neuhäuser et al. (1975)*; *Neuhäuser (1983)*.

Le développement d'outils performants pour évaluer la hauteur des marches en surface tels que la microscopie à force atomique (AFM) ou les méthodes d'interférométrie ont également permis de montrer que la rugosité de surface d'échantillons déformés est invariante d'échelle,

comme l'ont fait *Zaiser et al.* (2004) (figure II.20) sur des polycristaux de Cu ou *Schwerdtfeger et al.* (2007) sur des monocristaux de KCl.

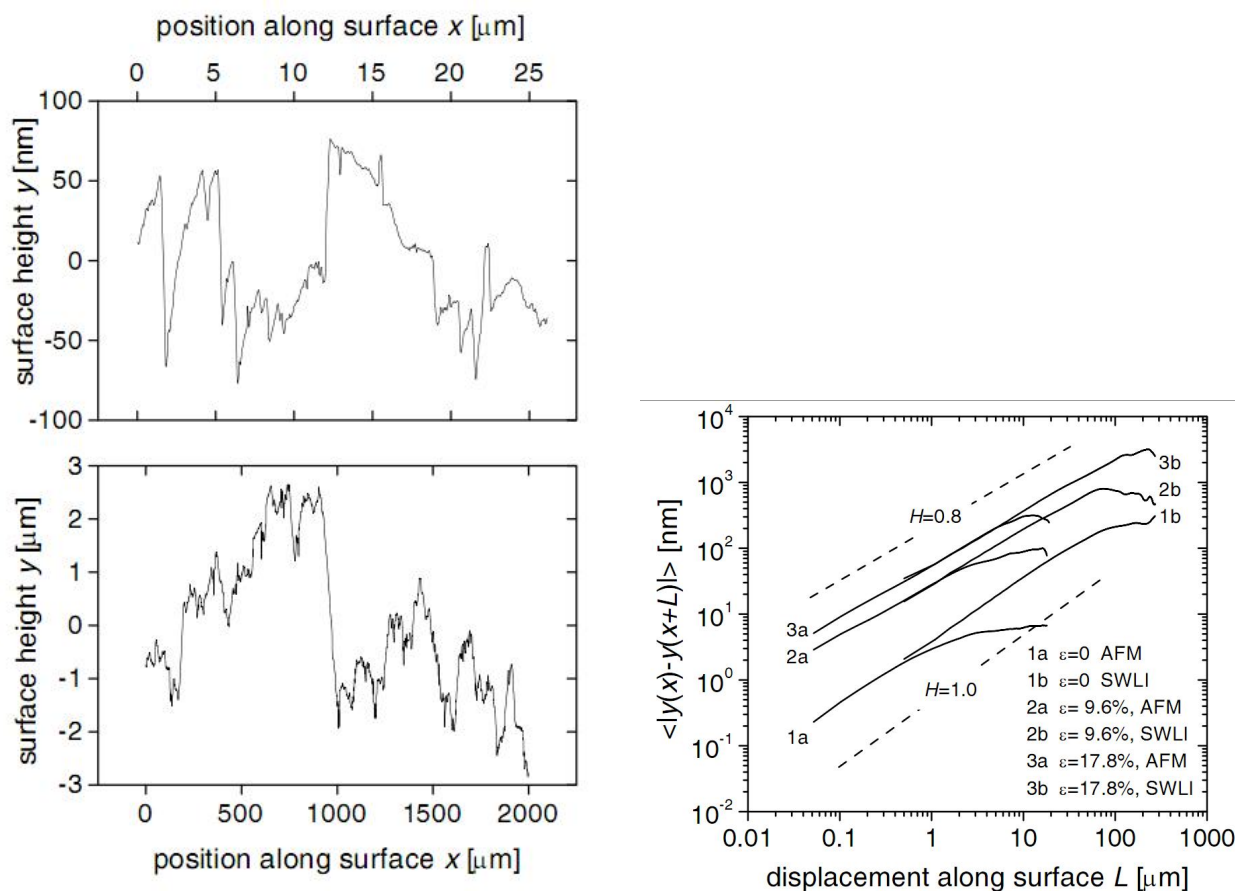


FIGURE II.20 – Rugosité de surface de cuivre polycristallin déformé à 10%. A gauche, profils de surface obtenus par AFM (en haut) et par interférométrie (en bas). A droite, rugosité de surface correspondante, en fonction de l'échelle considérée. (*Zaiser et al.* (2004)).

Microstructures de dislocations Les marches laissées en surface ne donnent qu'une vision réduite de l'activité des dislocations au sein du matériau. En volume également les dislocations s'organisent pour donner des microstructures invariantes d'échelle. Les bandes de glissement persistantes qui se forment lorsque le matériau est sollicité en fatigue en sont un exemple, tout comme les cellules de dislocations fréquemment observées lorsque les métaux sont fortement déformés et lorsque de nombreux systèmes de glissement sont activés (figure II.21).

Propagation des hétérogénéités L'hétérogénéité de déformation se révèle aussi à travers certains phénomènes dynamiques tels que la propagation de bandes de Lüders ou l'effet Portevin-Le Chatelier (PLC). Ce dernier se traduit par la propagation à travers l'échantillon

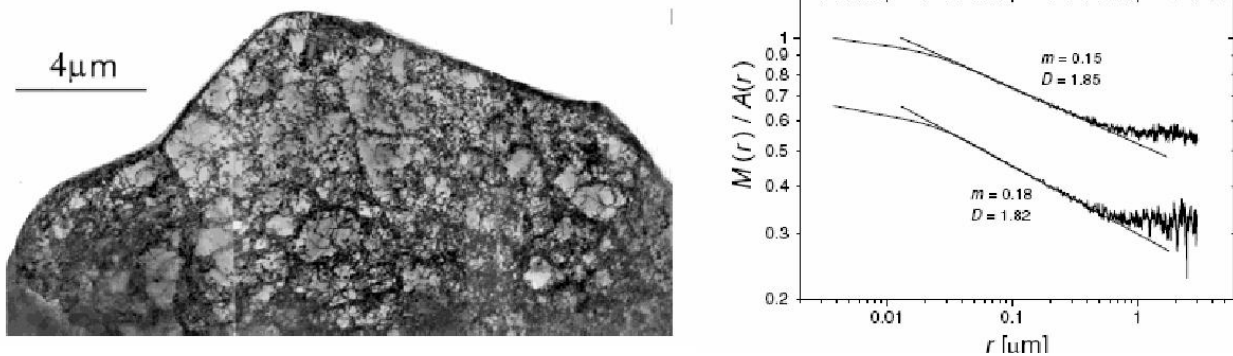


FIGURE II.21 – A gauche, observation en MET d’une microstructure de dislocations dans un polycristal de NaCl déformé. A droite, analyse statistique correspondante de la distribution spatiale des dislocations qui se révèle être fractale. D’après *Zaiser et al.* (2001).

de bandes de déformation localisées et s’accompagne d’une relaxation élastique entraînant une chute brutale de la contrainte (lorsque les essais sont réalisés à vitesse de déformation imposée)(voir figure II.22). Plus la vitesse de déformation est grande, plus les chutes de contrainte sont fréquentes et de faible amplitude et plus les corrélations entre les bandes sont fortes (*Chihab et al.* (1987); *Kubin et al.* (2002)).

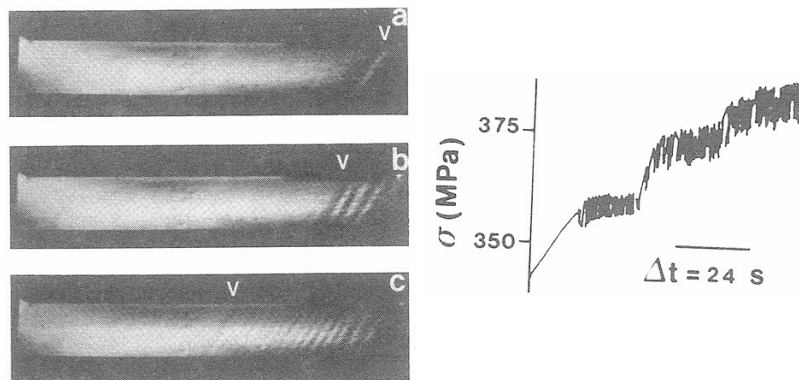


FIGURE II.22 – Mise en évidence de l’effet PLC dans un alliage Al-Mg et évolution de la contrainte en fonction du temps ($\dot{\gamma} = 5 \times 10^{-4} s$). *Chihab et al.* (1987)

Ce type de fluctuations propagatives et d’une manière plus générale l’activité plastique associée au transport collectif de dislocations peut être étudié par extensométrie haute résolution. De telles expériences ont été menées par *Weiss et al.* (2007); *Fressengeas et al.* (2008) sur des monocristaux de cuivre. La surface d’une éprouvette de traction extraite d’un monocristal orienté pour du glissement multiple est recouverte de peinture noire. Des bandes de peinture blanche d’environ 1mm de large, perpendiculaires à l’axe de traction, sont ensuite superposées. L’enregistrement, au moyen d’une caméra à haute résolution ($1.3 \mu m/\text{pixel}$)

et à haute fréquence d'acquisition (10^3 Hz) du déplacement des transitions blanc/noir est représentatif des déplacements locaux du matériau. Les vitesses lagrangiennes sont dérivées de ce signal dont une analyse statistique des amplitudes révèle l'invariance d'échelle. Les corrélations temporelles sont mises en évidence au moyen d'une analyse multifractale (voir [Lebyodkin et Lebedkina \(2006\)](#) pour une description détaillée de ce type d'analyses). Voir figure II.23.

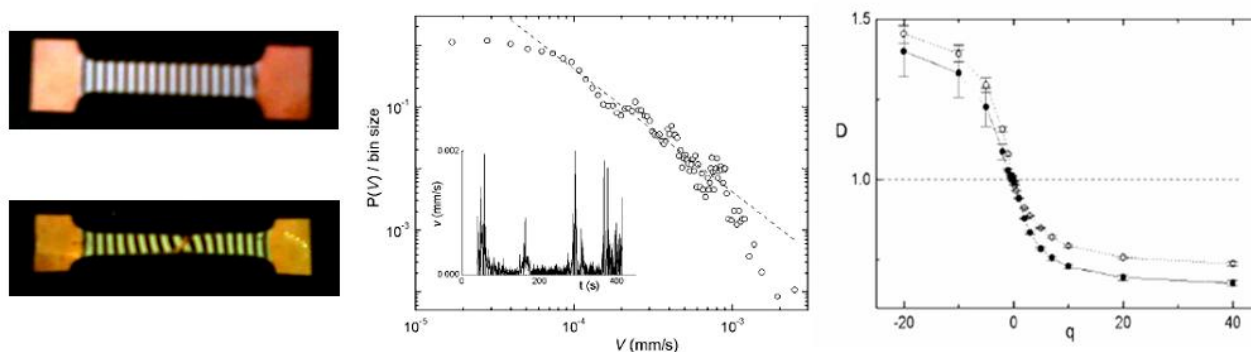


FIGURE II.23 – Expériences d'extensométrie haute résolution sur des monocristaux de cuivre. A) Eprouvette avant et après déformation, B) Densité de probabilité de la vitesse de déplacement issue de l'évolution temporelle de la vitesse de déplacement qui figure en insert. Une fonction puissance avec une pente -2 est tracée en pointillés ; C) Spectre de dimension généralisée correspondant montrant le caractère multifractal de cette distribution ([Weiss *et al.* \(2007\)](#))

Essais sur des échantillons micrométriques Les dislocations étant à l'origine des hétérogénéités observées, le comportement mécanique macroscopique des matériaux ne traduit généralement pas les fluctuations qui ont lieu à une échelle bien inférieure. Grâce aux récentes avancées technologiques, il est désormais possible d'usiner et de déformer des échantillons micrométriques. Ainsi, [Dimiduk *et al.* \(2006\)](#) ont étudié l'intermittence de la plasticité cristalline en déformant en compression des micro-piliers de Nickel. Avec leur dispositif expérimental, ils arrivent à un tel niveau de résolution qu'ils peuvent détecter des événements aussi faibles que le déplacement simultané de 4 dislocations. Ils arrivent donc à détecter des déplacements nanométriques et les courbes contrainte/déformation ou déplacement/temps présentent une structure 'en escalier' révélant les mouvements coopératifs de dislocations. Les auteurs constatent une distribution en loi puissance de la taille des avalanches avec un exposant égal à -1.6 , indépendamment de la taille des échantillons (de 18 à $30.7\mu m$). D'autre part, ils constatent que les événements les plus importants sont déclenchés après l'application d'un incrément de force appliquée. Cet incrément étant très faible devant la valeur totale de la contrainte appliquée, on peut en déduire que le système est dans un état critique, qu'une légère perturbation suffit à déséquilibrer. L'observation de répliques alors que

la contrainte extérieure est maintenue constante laisse penser que le système se réorganise pour retrouver un état d'équilibre. La figure II.24 illustre l'ensemble de ces observations.

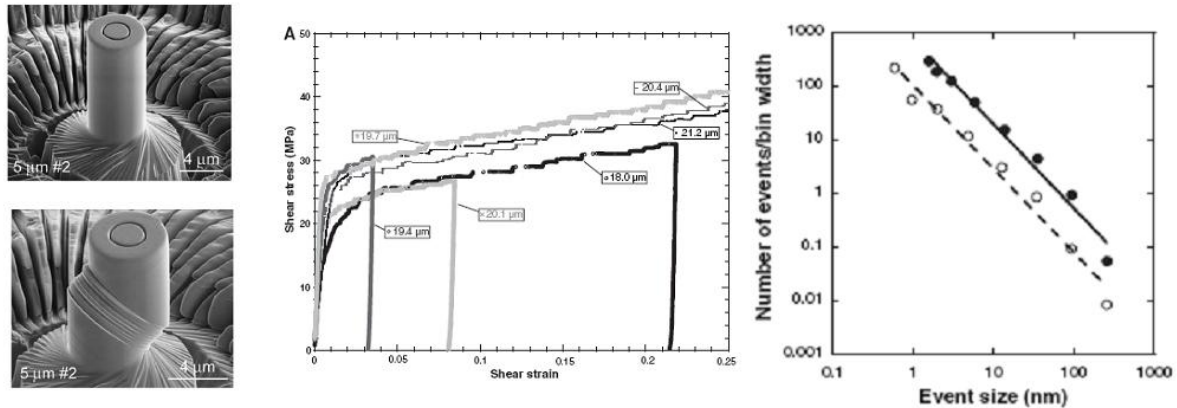


FIGURE II.24 – Essais de compression sur des microcristaux de nickel. De gauche à droite : observations MEB avant et après déformation ; courbe contrainte/déformation révélant les hétérogénéités ; distribution de probabilité de la taille des avalanches de déformation. D'après Dimiduk *et al.* (2006, 2005).

II.4.3 Les apports de l'émission acoustique

Une autre méthode d'investigation pour la mise en évidence et l'analyse des hétérogénéités est l'émission acoustique. Son application à la glace a permis de nombreuses avancées dans ce domaine. L'ensemble des aspects pouvant être abordés (temps, espace, corrélations spatio-temporelles) justifie que l'on détaille ici cette méthode et les résultats obtenus.

II.4.3.1 Principe

Le principe de ces expériences est le suivant : en se déplaçant, les dislocations dissipent une partie de leur énergie sous forme d'onde acoustique. Par conséquent, l'enregistrement de l'activité acoustique permet d'étudier l'activité des dislocations pendant la déformation plastique. Pour ce faire, des capteurs piézoélectriques sont fixés sur la surface de l'échantillon et détectent la vitesse de la surface sur laquelle ils sont placés. Le signal est ensuite convertit en signal électrique puis amplifié.

La glace est particulièrement bien adaptée à ce genre d'expériences pour plusieurs raisons :

1. le contact entre les capteurs et l'échantillon est optimal car réalisé par fusion/solidification,
2. grâce à la transparence de la glace, il est possible de vérifier qu'aucune microfissure ne se forme au cours de l'essai, ce qui induirait une activité acoustique étrangère au glissement des dislocations,

- la forte anisotropie de la glace facilite l'interprétation des résultats du fait que la déformation est réalisée par glissement simple, ce qui n'est possible que pour de petites déformations pour la plupart des métaux.

Un enregistrement obtenu par émission acoustique lors de la compression d'un monocristal de glace est représenté en figure II.25. L'activité acoustique y apparaît clairement intermittente.

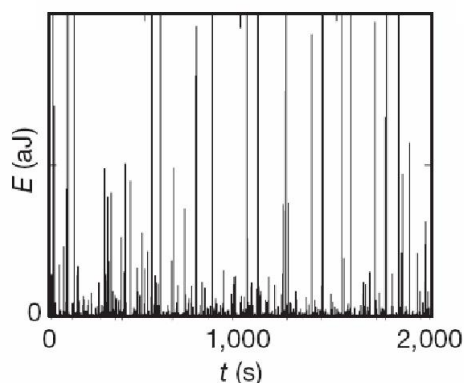


FIGURE II.25 – Evolution du signal acoustique au cours du temps [Miguel *et al.* \(2001b\)](#).

II.4.3.2 Energie dissipée

[Weiss et Grasso \(1997\)](#) ont proposé un modèle permettant de relier l'amplitude du signal, A , au nombre de dislocations qui en sont responsables ainsi qu'à leur vitesse. Il en déduisent que A est proportionnelle à la vitesse de déformation instantanée pendant un évènement. D'autre part, ils relient l'énergie dissipée au cours d'un évènement E à son amplitude A par :

$$E \propto A^2 \tag{II.16}$$

Une analyse statistique de la distribution de l'énergie correspondant à chaque salve acoustique a été réalisée et révèle un comportement en loi puissance $P(E) \propto E^{-\tau_E}$ qui s'étend sur plusieurs ordres de grandeurs avec un exposant caractéristique $\tau_E = 1.6$ ([Miguel *et al.*, 2001b](#)). Ceci est représenté sur la figure II.26 où l'on peut constater que cette loi puissance n'est pas affectée par la contrainte appliquée. Une autre étude ([Weiss *et al.*, 2000](#)) a montré quant à elle une diminution de la valeur de cet exposant quand la contrainte augmente. La distribution statistique des évènements d'émission acoustique est toujours en loi puissance, que les essais soient réalisés en torsion ou en compression, qu'il s'agisse de monocristaux ou de polycristaux et quelle que soit la cisssion résolue sur les systèmes basaux (dans la gamme considérée, c'est à dire $10^{-2} < \tau < 1MPa$), pour les niveaux de déformation considérés.

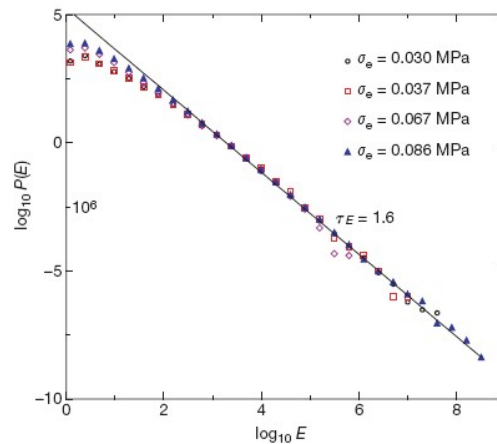


FIGURE II.26 – Distribution de probabilité de l'énergie acoustique dissipée au cours de la déformation plastique (Miguel *et al.*, 2001b).

II.4.3.3 Hétérogénéités temporelles

Comme nous l'avons vu (cf. figure II.25), l'activité acoustique est fortement intermittente. L'analyse statistique du signal permet de caractériser cette hétérogénéité dans le temps afin de pouvoir la relier à son origine physique.

Weiss *et al.* (2000) ont montré que la distribution cumulée du temps écoulé entre deux évènements suivait elle aussi une loi puissance (figure II.27).

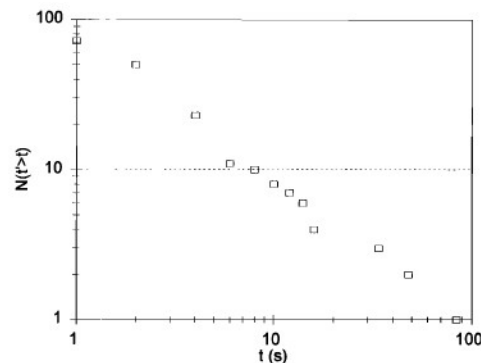


FIGURE II.27 – Distribution cumulée de l'intervalle de temps entre deux évènements successifs obtenue pour un essai de compression en fluage d'un monocristal de glace. (Weiss *et al.*, 2000).

De plus, dans leur étude, Weiss *et al.* (2001) ont révélé (fluage en torsion et en compression de monocristaux de glace) l'existence de corrélations temporelles entre les évènements acoustiques en calculant la probabilité que l'attente entre deux évènements soit inférieure à

un temps t . Cette probabilité, également appelée intégrale de corrélation, peut s'écrire :

$$C(t) = \frac{2}{N(N-1)} n_{(\Delta t < t)} \quad (\text{II.17})$$

où N est le nombre total d'évènements considérés et $n_{(\Delta t < t)}$ est le nombre de couples d'évènements séparés par un temps inférieur à t . Si les évènements étaient décorrés, on aurait $C(t) \propto t$. Or on constate qu'en dessous d'un certain temps caractéristique t_c (de l'ordre de 0.1s), la probabilité $C(t)$ est supérieure à celle attendue pour une distribution aléatoire (figure II.28).

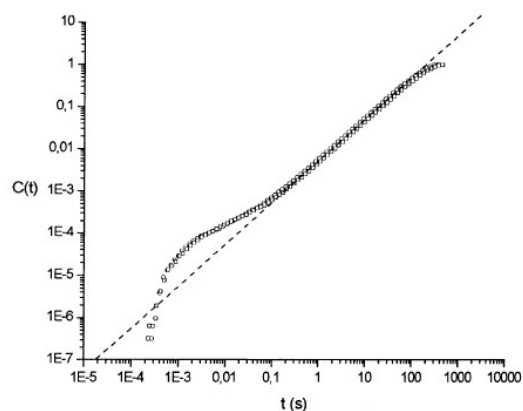


FIGURE II.28 – Intégrale de corrélation temporelle des évènements acoustiques enregistrés lors de la déformation d'un monocristal de glace (Weiss *et al.* (2001)).

Cela peut s'interpréter comme si un évènement principal, une "avalanche", se produit et entraîne ensuite des évènements secondaires pour lesquels le terme "répliques" est bien adapté puisqu'il traduit bien à la fois la notion de corrélation des évènements et celle de diminution d'amplitude. Lorsque l'activité acoustique devient très importante, les avalanches (évènements de forte amplitude) sont tellement fréquentes que l'existence des répliques ne peut plus être révélée par ce type d'analyse. Pour ces mêmes raisons, on comprend que t_c n'est pas constant mais dépend du temps qui s'écoule entre deux évènements majeurs. Plus ce dernier est grand, plus les répliques peuvent se développer sans être masquées par un évènement décorré de forte amplitude et donc plus t_c est grand. Une analyse approfondie par Weiss et Miguel (2004) a confirmé ces corrélations temporelles entre avalanches et répliques et a montré qu'à l'image des évènements tels que les tremblements de terre, plus l'amplitude d'une avalanche est grande, plus les répliques seront nombreuses et de grande amplitude.

II.4.3.4 Hétérogénéités spatiales et corrélations spatio/temporelles

Le signal détecté par un capteur acoustique résulte évidemment de l'activité plastique générée dans le volume total de l'échantillon. Un seul capteur ne peut donc suffire à localiser ces évènements ni à déterminer les propriétés statistiques de leur distribution spatiale. Pour pallier cet inconvénient, [Weiss et Marsan \(2003\)](#) ont utilisé plusieurs capteurs acoustiques pour déterminer d'où partent les avalanches (leurs "hypocentres", pour continuer l'analogie avec les séismes). Les évènements ont pu être localisés avec une résolution de $400\mu m$ par analyse des temps d'arrivée du signal aux cinq capteurs placés sur l'échantillon. Comme dans le cas de l'analyse temporelle, ils ont calculé l'intégrale de corrélation $C(r)$, dans l'espace cette fois-ci. Il ressort de cette étude que la répartition spatiale des hypocentres des évènements est invariante d'échelle sur plus d'un ordre de grandeur (figure II.29). Les auteurs ont aussi pu observer une propagation de la plasticité dans une direction perpendiculaire aux plans de base (figure II.30). Ils mentionnent également la formation de "kink bands" près des extrémités de l'échantillon, créées du fait de la rotation de la cristallographie au cours de l'essai de compression.

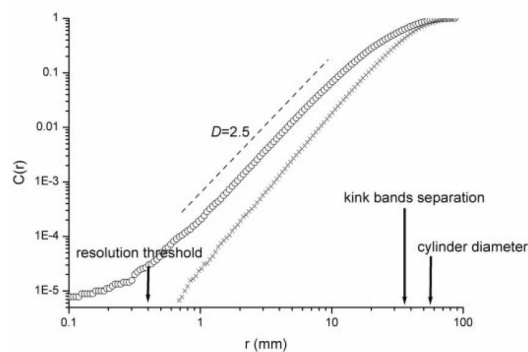


FIGURE II.29 – Intégrale de corrélation spatiale des hypocentres des avalanches enregistrées par émission acoustique (cercles). Elle varie en loi puissance avec un exposant 2.5, différent de l'exposant 3 obtenu pour une distribution aléatoire du même nombre d'hypocentres ([Weiss et Marsan \(2003\)](#)).

L'activité plastique étant invariante d'échelle dans le temps et dans l'espace, il est raisonnable de penser que les deux aspects sont liés, que du fait des interactions entre les dislocations, les nouvelles avalanches ont plus de chance d'être déclenchées proche des plus récentes. C'est ce qu'ont démontré [Weiss et Marsan \(2003\)](#) en comparant la probabilité que deux évènements séparés dans le temps par Δn évènements soient distants de r (on la notera $P_{\Delta n}(r)$), à la probabilité que deux évènements ont d'être distants de r (nous la noterons $P(r)$), dérivée de l'intégrale de corrélation $C(r)$. Si aucun couplage spatio-temporel n'existe, ces deux probabilités doivent être égales. Or on constate sur la figure II.31 que ce n'est pas le

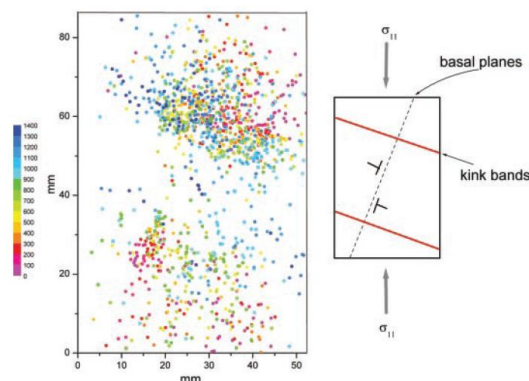


FIGURE II.30 – Cartographie des hypocentres des évènements acoustiques, projetée verticalement. L'échelle de couleur correspond à l'ordre de détection des évènements (Weiss et Marsan (2003)).

cas pour les évènements distants de moins de 20mm (ce qui est grand pour un échantillon de 86.5mm de haut et 52.3mm de diamètre). Cela signifie que le déclenchement d'une avalanche augmente la probabilité qu'une autre avalanche se déclenche au voisinage de la première tant que Δn évènements ne se sont pas produits (Δn va jusqu'à environ 80).

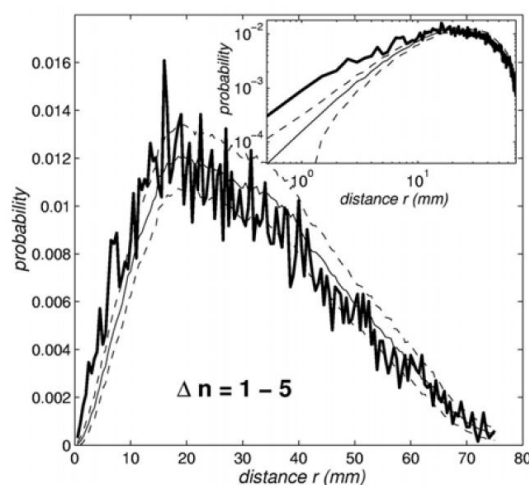


FIGURE II.31 – Mise en évidence de corrélations spatio-temporelles : Les probabilités $P_{\Delta n}(r)$ (trait noir épais) et $P(r)$ (trait noir) sont significativement différentes pour des distances jusqu'à 20mm ; cet écart est plus visible sur le tracé en échelle logarithmique placé en insert. (Weiss et Marsan (2003)).

II.4.3.5 Paramètres influençant le caractère hétérogène de la plasticité.

Au cours de sa thèse, T. Richeton a étudié l'influence de différents paramètres sur les caractéristiques d'invariance d'échelle que nous venons d'évoquer (Richeton (2006)).

Influence de la microstructure Dans un premier temps, le caractère mono ou polycristallin de la glace a été étudié (Richeton *et al.* (2005b,a); Richeton (2006)). En effet, dans le cas des monocristaux, la complexité de la déformation plastique ne provient que des interactions à longue distance entre les dislocations. En revanche, dans le cas des polycristaux, la présence des joints de grains modifie ces interactions et on peut s'attendre à une modification des propriétés multi-échelles suivant la taille des grains. Des essais de compression en fluage ont été réalisés sur des polycristaux dont la taille de grains moyenne variait de 0.26mm à 5.02mm. Il est apparu que la plasticité des polycristaux est également intermittente avec une distribution des avalanches suivant une loi puissance mais avec un exposant inférieur à celui observé pour les monocristaux. Cet exposant reste néanmoins le même, quelle que soit la taille de grains. A la différence des monocristaux, cette loi d'échelle n'est plus valable au delà d'une certaine amplitude de coupure dont la valeur augmente, comme on peut s'y attendre, quand la taille de grains augmente (figure II.32). Cependant, les avalanches sont corrélées sur des distances supérieures à la taille moyenne de grains. En ce qui concerne le changement d'exposant de la loi puissance, les auteurs l'interprètent comme étant du à un changement d'état du système relatif aux contraintes internes générées par le confinement des avalanches induit par la présence des joints de grains, et l'écroutissage généré par les interactions entre dislocations.

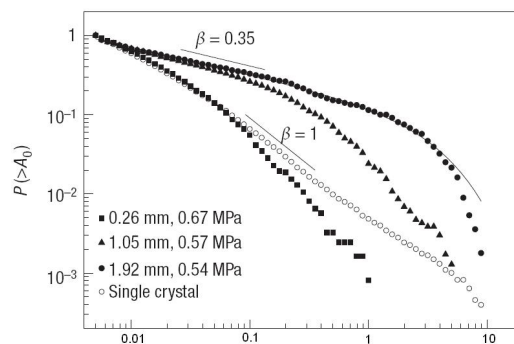


FIGURE II.32 – Distribution cumulée des amplitudes d'avalanches pour des polycristaux de tailles de grains moyennes différentes. Richeton *et al.* (2005a).

Influence de la température D'une manière générale, la dynamique des dislocations faisant intervenir des mécanismes thermiquement activés (franchissement de barrières de Peierls, glissement dévié, montée...), on peut se poser la question de savoir si la température a une influence sur l'émergence d'un comportement collectif. Des expériences réalisées sur des monocristaux de glace en compression pour des températures allant de -3°C à -20°C ont montré que la distribution des tailles d'avalanches ainsi que les corrélations temporelles

n'étaient pas affectées par ce paramètre (Richeton *et al.* (2005b); Richeton (2006), voir figure II.33). Cela tend à confirmer que ce sont bien les interactions élastiques entre dislocations, indépendantes de la température, qui sont à l'origine de l'invariance d'échelle.

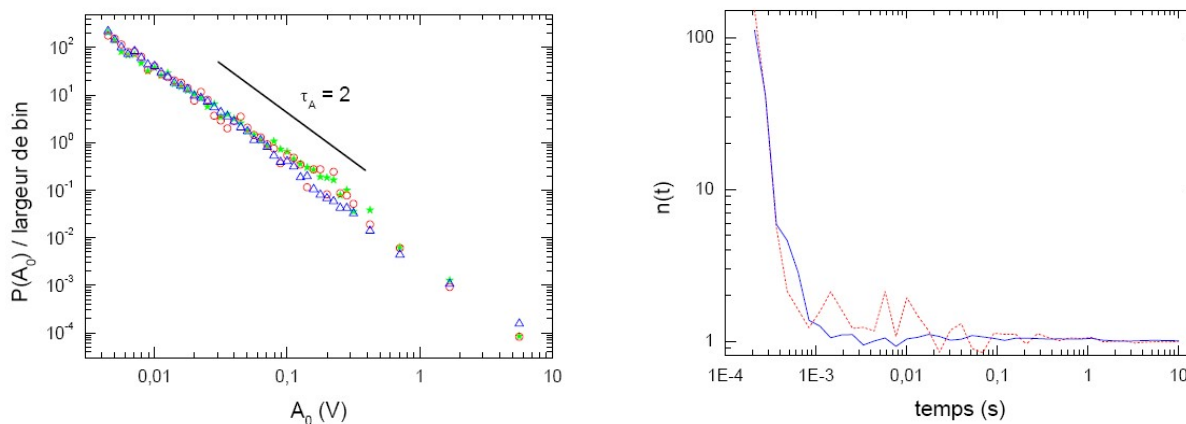


FIGURE II.33 – Effet de la température sur a) la distribution des amplitudes des avalanches (Cercles : $T=-3^{\circ}\text{C}$, étoiles : $T=-10^{\circ}\text{C}$, triangles : $T=-20^{\circ}\text{C}$) et b) les corrélations temporelles : $n(t)$ est le taux moyen d'événements enregistré à la suite d'avalanches de toutes amplitudes (30 à 100 dB) et normalisé par l'activité moyenne de l'essai (courbe bleue, trait plein : $T=-20^{\circ}\text{C}$; courbe rouge, trait pointillé : $T=-3^{\circ}\text{C}$) (d'après Richeton (2006)).

Application à d'autres matériaux Enfin, comme nous l'avons signalé auparavant, le caractère hétérogène de la plasticité est une problématique qui concerne l'ensemble des matériaux cristallins. La glace s'étant révélé être un excellent matériau modèle pour valider la technique d'émission acoustique, il était intéressant d'étendre cette méthode d'investigation à des matériaux plus conventionnels ayant des applications technologiques. Richeton *et al.* (2006) (voir aussi Richeton (2006)) ont appliqué cette méthode à d'autres monocristaux métalliques de structure hexagonale (cadmium et alliage de zinc). Ces matériaux sont beaucoup moins anisotropes que la glace (il est donc possible d'observer du glissement multiple pour de faibles déformations). Ils peuvent présenter du maclage et sont étudiés en traction à vitesse de déplacement imposé et à des températures telles que $T/T_f \approx 0.4$ au lieu de $T/T_f \approx 0.9$ pour la glace. Malgré ces différences, les auteurs trouvent globalement les mêmes caractéristiques que pour les monocristaux de glace, à savoir :

- * une activité acoustique, et donc une plasticité, fortement intermittente,
- * une distribution de l'énergie des avalanches en loi puissance $P(E) \propto E^{-\tau_E}$ avec $\tau_E = 1.5$, que l'activité acoustique soit liée au glissement des dislocations ou au maclage (figure II.34),

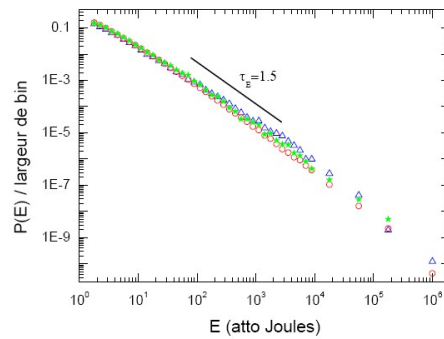


FIGURE II.34 – Distributions de probabilité des énergies acoustiques enregistrées lors de la déformation de monocristaux de Cd (triangles bleus et cercles rouges) et de Zn-0.08%Al (étoiles vertes), d’après Richeton *et al.* (2006); Richeton (2006).

* des corrélations temporelles et l’existence d’avalanches déclenchant des répliques successives.

Des expériences similaires ont été conduites sur des monocristaux de cuivre (cubique à faces centrées) mais la faible activité acoustique enregistrée n’a pas permis d’en faire une étude approfondie.

II.4.4 Modélisation numérique

Différents types de modèles ont été utilisés pour analyser les hétérogénéités observées expérimentalement dont la plasticité conventionnelle ne peut rendre compte du fait qu’elle ne prend pas en compte les contraintes internes générées par l’organisation collective des dislocations.

II.4.4.1 Dynamique des dislocations discrètes

Plusieurs modèles ont été développés dans le but de comprendre la dynamique des dislocations permettant d’aboutir à des structures de dislocations hétérogènes mettant en jeu des comportements collectifs d’auto-organisation : franchissement d’obstacles, formation de bandes de glissement persistantes en fatigue, empilements, formation de cellules de dislocations, etc. (Lépinoux et Kubin, 1987; Amodeo et Ghoniem, 1990a,b; Gil Sevillano *et al.*, 1991; Kubin et Canova, 1992; Fournet et Salazar, 1996). Ces modèles ont en commun qu’ils font intervenir les interactions élastiques en $1/r$ créées par chaque dislocation. Récemment, un modèle similaire développé par Miguel *et al.* (2001b,a) a été utilisé pour analyser de manière statistique les hétérogénéités de déformation telles qu’elles ont été mises en évidence dans la glace par les expériences d’émission acoustique. Dans ce modèle 2D, seules des disloca-

tions coin basales d'un même système de glissement sont considérées. Une charge constante est appliquée et chaque dislocation bouge avec une vitesse proportionnelle à la contrainte effective locale, des processus de multiplication et d'annihilation de dislocations sont introduits et des conditions aux limites périodiques sont appliquées. L'énergie acoustique dissipée est définie comme $E = V^2$ où $V = \sum_i |v_i|$ est la vitesse collective des dislocations rapides (celles dont la contrainte effective locale est supérieure à la contrainte appliquée). Comme expérimentalement, l'activité acoustique est intermittente et la densité de probabilité de l'énergie acoustique dissipée au cours d'une avalanche suit une loi puissance avec un exposant 1.8 (figure II.35) qui est raisonnablement en accord avec les résultats expérimentaux (cf figure II.26 page 35). De plus, à partir de ce modèle, Weiss et Miguel (2004) ont mis en évidence l'existence de corrélations entre les avalanches de dislocations ainsi qu'une structure avalanche+répliques des évènements.

On peut également signaler l'existence d'un autre modèle proche du précédent mais pour lequel la déformation est contrôlée par des incréments de contraintes lorsque les dislocations cessent de se déplacer. (Zaiser (2006)). Ce modèle ne prend en compte ni multiplication, ni annihilations. Il met en évidence l'existence d'avalanches de dislocations dont la taille suit une distribution en loi puissance. Il permet de reproduire les hétérogénéités telles qu'observées dans les systèmes de petites dimensions (cf partie II.4.2) montrant des effets de taille.

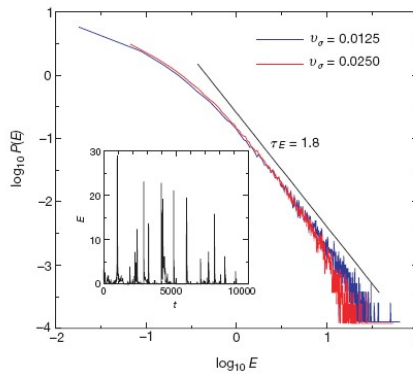


FIGURE II.35 – Densité de probabilité de l'énergie des avalanches de dislocations obtenue par le modèle 2D de dynamique des dislocations discrètes de Miguel *et al.* (2001b,a).

II.4.4.2 Modèles à champs de phase

Les modèles à champ de phase peuvent être vus comme intermédiaires entre les modèles discrets et continus de dynamique des dislocations. En effet, l'état de déformation plastique est déterminé à partir de l'évolution des champs de déformation et il est possible d'individualiser les dislocations grâce au champ de déformation qui fait apparaître de forts gradients en

leur présence. L'avantage par rapport à un modèle comme celui de Miguel *et al.* (2001b) est qu'il ne nécessite pas d'équation supplémentaire pour déterminer l'évolution de la densité de dislocations (nucléation ou annihilation). Les expériences d'émission acoustique ont inspiré Koslowski *et al.* (2004) qui ont utilisé un modèle de ce type pour reproduire le comportement intermittent de la plasticité. Ils retrouvent bien une activité plastique intermittente dont la distribution de taille des avalanches suit une loi puissance avec un exposant $=1.8$.

II.4.4.3 Modèles continus de dynamique des dislocations

Ce type de modèle permet de décrire de manière phénoménologique les interactions entre dislocations sans décrire le comportement de chaque dislocation individuellement, ce qui a pour principal avantage de pouvoir simuler des systèmes de plus grande taille. Le modèle développé par Zaiser et Moretti (2005); Zaiser et Aifantis (2006) permet de rendre compte de l'hétérogénéité de déformation à travers l'irrégularité des courbes contrainte-déformation. Les avalanches sont caractérisées par les incréments de déformation dont la densité de probabilité des amplitudes suit une loi puissance avec un exposant 1.4 (figure II.36).

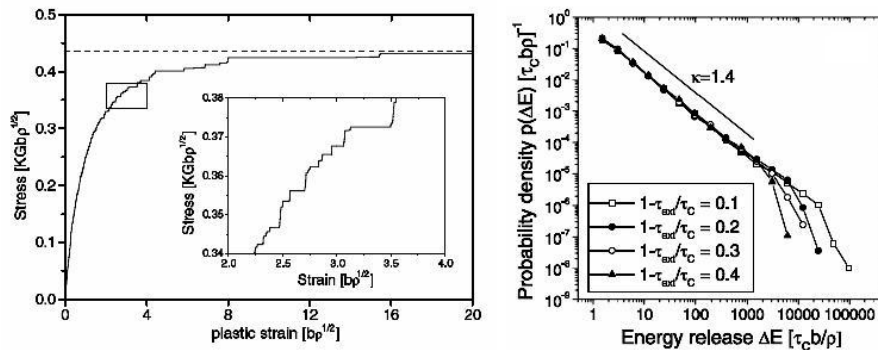


FIGURE II.36 – Courbe contrainte-déformation obtenue en traction par le modèle développé par Zaiser et Moretti (2005); Zaiser et Aifantis (2006) et distribution de probabilité de l'énergie dissipée au cours des avalanches pour différentes simulations (différentes valeurs de contrainte appliquée).

En plus de cette caractéristique, le modèle permet aussi d'étudier les hétérogénéités spatiales de la déformation et d'en déduire la morphologie de surface qui est associée à ce type de comportement collectif. Les profils obtenus sont bien invariants d'échelle (figure II.37), comme ce qui peut être constaté expérimentalement (cf. partie II.4.2).

Un autre modèle basé sur la théorie des champs continus de dislocations initialement développé par Acharya (2001) et que nous présenterons dans le chapitre III permet également de rendre compte des hétérogénéités spatiales et temporelles. C'est ce qu'a pu montrer V. Taupin au cours de sa thèse grâce à l'adaptation 2D de ce modèle numérique qu'il a

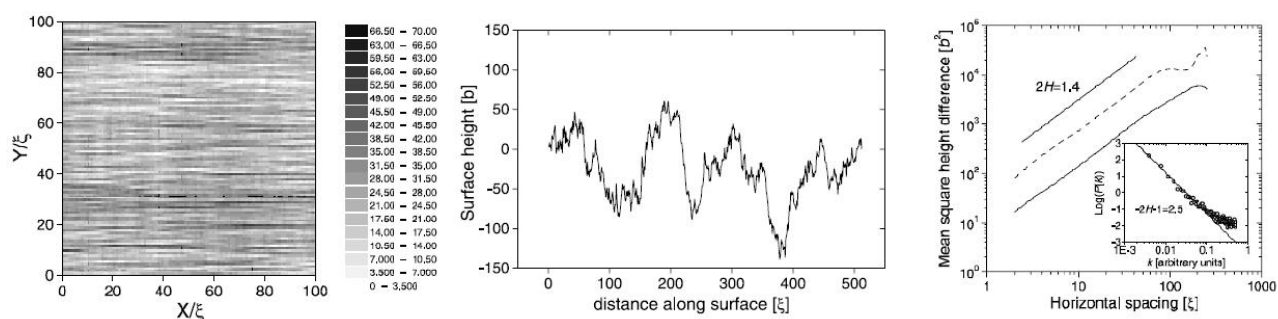


FIGURE II.37 – Effet de la dynamique collective des dislocations sur la morphologie de surface obtenu par simulations numériques. De gauche à droite : cartographie des déformations de surface (unité : $b\sqrt{\rho}$) ; profil de surface ; rugosités de surface en fonction de la distance séparant deux points obtenues pour différentes déformations moyennes (trait plein : $6b\sqrt{\rho}$, trait pointillé : $20b\sqrt{\rho}$).

développée Taupin (2007). Une fois encore, au cours de ce travail, il a été montré que la déformation plastique était effectivement hétérogène dans l'espace et dans le temps, cette hétérogénéité pouvant se caractériser par une distribution invariante d'échelle des avalanches de dislocations (figure II.38). Une analyse plus complète de l'invariance d'échelle a révélé l'existence de corrélations temporelles et la multifractalité des signaux temporels et spatiaux, le tout qualitativement et quantitativement en accord avec les résultats expérimentaux d'extensométrie haute résolution de Weiss *et al.* (2007). Il a également été montré que l'exposant de la loi puissance n'est sensible ni à la taille ou au rapport de forme de l'échantillon, ni à la vitesse de déformation imposée, ni au matériau (glace et cuivre ont été étudiés ; ils diffèrent sur plusieurs points : structure cristallographique, anisotropie plastique, module de cisaillement). Toutefois, l'exposant de la loi puissance est affecté par la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation : lorsqu'elle augmente, seuls les événements les plus singuliers se distinguent et l'on tend vers un comportement uniforme de la plasticité. Ce modèle a également permis de considérer le transport de dislocations comme à l'origine des hétérogénéités.

II.4.5 Comportement collectif des dislocations : bilan

Nous avons vu que le comportement individuel des dislocations n'est pas représentatif du comportement que l'on peut observer macroscopiquement. En interagissant, ces entités discrètes s'organisent de manière complexe et corrélée et c'est de cette organisation qu'émergent les lois physiques continues, observables à une échelle supérieure.

La plasticité est donc hétérogène et invariante d'échelle, comme cela peut être révélé dans différentes circonstances, et ceci dans le temps comme dans l'espace. En outre, la dynamique des dislocations est caractérisée par des salves d'activité plastique où se succèdent

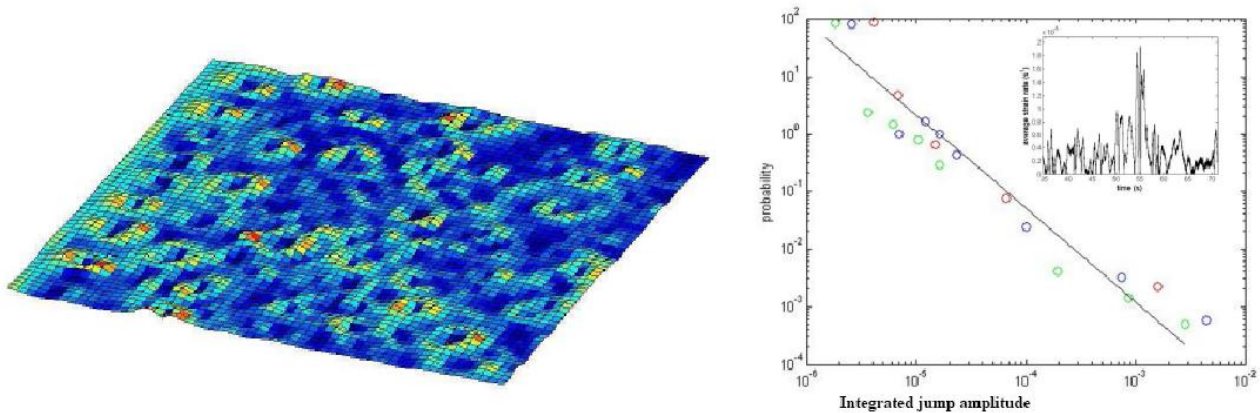


FIGURE II.38 – Mise en évidence de l’hétérogénéité spatiale de la densité de dislocations et distribution de probabilité des tailles des avalanches. [Taupin \(2007\)](#).

avalanches et répliques, déclenchées par de mineures modifications de l’état du système. Ceci laisse penser que le matériau se trouve dans un état critique généré par l’auto-organisation des dislocations (“SOC” = “Self Organised Criticality” = “criticalité auto-organisée”, [Bak *et al.* \(1988\)](#)) : une perturbation de l’équilibre métastable du système, nécessaire à accommoder les contraintes appliquées (avalanche), conduit à une réorganisation des dislocations au sein du matériau, régie par les interactions à longue distance entre dislocations, induites par les contraintes internes (répliques). La modélisation en vue de la compréhension ou de la prédiction de la plasticité doit donc prendre en compte, de manière discrète ou continue, l’existence de ces contraintes internes.

Ce caractère critique de la plasticité semble ne pas être influencé par des paramètres tels que la température, l’anisotropie du matériau, sa composition, le mode de déformation (glissement ou mâclage), ce qui laisserait supposer l’existence de lois universelles régissant la plasticité de tous les matériaux. Le caractère polycristallin en revanche modifie cette dynamique collective, les joints de grains ayant un rôle de confinement des avalanches de dislocations, sans pour autant isoler les grains des champs de contraintes internes créés dans les grains adjacents.

II.5 Conclusions









Au cours de ce chapitre, nous avons présenté la glace comme un matériau au comportement viscoplastique très anisotrope qui se déforme essentiellement par glissement des dislocations basales. Cette anisotropie trouve son origine dans la structure cristallographique du cristal de glace pour laquelle les dislocations basales sont énergétiquement beaucoup moins défavorables que les autres, grâce à la dissociation possible dans ces plans. La glace possède également des similitudes avec certains semi-conducteurs tels que le silicium ou le germanium, tant au niveau de la cristallographie que du comportement mécanique.

Les observations réalisées en topographie X révèlent que ce matériau possède une faible densité de dislocations initiale ($\rho \approx 10^8 m^{-2}$) et laissent entendre que la multiplication des dislocations basales est dépendante d'un mécanisme faisant intervenir des dislocations non basales sans pour autant expliciter le processus limitant la plasticité de la glace.

Nous avons également vu que la mobilité des dislocations individuelles ne pouvait expliquer la vitesse de déformation macroscopique, suggérant que les interactions entre les dislocations sont à l'origine de mécanismes ou d'une organisation collective des dislocations de laquelle émerge le comportement moyen observé à grande échelle. La plasticité de la glace est, comme celle de la plupart des matériaux, hétérogène dans le temps et dans l'espace et présente des caractéristiques d'invariance d'échelle. La modélisation de la déformation plastique en vue de la prédiction ou de la compréhension de propriétés mécaniques doit donc prendre en compte l'existence d'interactions à longue distance entre les dislocations.

Dans ce contexte, les objectifs du travail présenté dans la suite de ce mémoire consisteront d'une part à tenter d'expliquer les mécanismes à l'origine de la plasticité du monocristal de glace (chapitre III) et d'autre part à déterminer dans quelle mesure et de quelle manière ils permettent l'émergence d'un comportement collectif des dislocations (chapitre IV) et quelles sont les caractéristiques des hétérogénéités de déformation qui en résultent. Cette réflexion sera menée dans un cadre général potentiellement applicable à d'autres matériaux cristallins, sur la base d'expériences et de simulations numériques.

Ce qu'il faut retenir du chapitre II

-  La glace est un matériau très anisotrope : le glissement basal est prépondérant
-  Forte dissociation supposée dans les systèmes basaux ($\approx 24\text{nm}$) mais pas dans les autres systèmes.
-  Fluage : $\dot{\gamma} \propto \tau^2$
-  La densité de dislocations à l'issue de la croissance est faible :
 $\rho \approx 10^6$ à 10^8m^{-2}
-  $v_d \propto \tau \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$
-  Les dislocations non-basales jouent un rôle dans la multiplication des dislocations basales
-  La plasticité est fortement hétérogène dans le temps et dans l'espace
-  Cette hétérogénéité est invariante d'échelle

Chapitre III

Modélisation de la plasticité du monocristal de glace

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté la glace comme un matériau exhibant une très forte anisotropie viscoplastique, caractérisée par le glissement quasi exclusif de dislocations basales. Quels sont les mécanismes élémentaires responsables de ce fluage très anisotrope ? D'autres systèmes de glissement participent-ils à la déformation ? L'étude présentée dans ce chapitre a pour but d'apporter des éléments de réponse à ces questions, sur la base d'expériences et de simulations numériques, les deux aspects se révélant être d'une indispensable complémentarité. En effet, l'approche expérimentale permet de révéler, à une échelle d'observation macroscopique le résultat de mécanismes microscopiques complexes. Les expériences permettent ainsi de mettre en évidence certaines caractéristiques du comportement mécanique (stades de fluage, validité de la loi de fluage, effet du vieillissement ou de la taille des échantillons) ou encore d'estimer certains paramètres physiques (énergies d'activation). L'ensemble de ces faits permet d'émettre des hypothèses quant à leur origine à l'échelle inférieure, c'est à dire le comportement des dislocations et leurs interactions. Les simulations numériques sont alors indispensables pour valider ces conjectures. Le retour vers l'expérience est ensuite parfois nécessaire pour approfondir les interprétations proposées. Ce chapitre s'organise de la façon suivante : après avoir justifié et présenté la sollicitation en torsion, nous présenterons la méthode expérimentale utilisée puis les principales caractéristiques du fluage de la glace monocristalline. Nous verrons ensuite les apports de deux différents modèles de dynamique des dislocations :

- * Ceux d'un modèle 3D de dynamique des dislocations discrètes (DDD) (section [III.4](#) page [67](#)) qui permet, comme son nom l'indique, une description discrète des dislocations et offre notamment la possibilité d'étudier les mécanismes élémentaires de multiplication des dislocations ainsi que leurs interactions. Le temps de calcul étant fonction du nombre de dislocations simulées, ce modèle sera par conséquent utilisé pour simuler les mécanismes élémentaires au sein de volumes réduits (nous aurons notamment

recours à des configurations simplifiées) et pour des temps simulés courts (inférieurs à la minute).

- * Ceux d'un modèle dit de mécanique des champs de dislocations (FDM pour "Field Dislocation Dynamics") (section III.5 page 92) qui décrit les dislocations de manière continue grâce à des équations constitutives phénoménologiques définissant leur comportement et leurs interactions. Ce modèle permettra des analyses et interprétations à une échelle supérieure à celle concernée par la DDD, tout en restant à l'échelle du monocristal. Dans cette partie, la confrontation entre résultats expérimentaux et numériques permettra d'aborder la plasticité de la glace d'une manière non conventionnelle grâce à l'étude de comportements singuliers en torsion simple et inverse ainsi qu'au cours et à l'issue de phases de vieillissement, mais aussi grâce à la mise en évidence d'effets de taille des échantillon.

III.1 Introduction à la torsion de la glace monocristalline

Pour aborder la problématique qui nous concerne, nous avons choisi de réaliser des essais de torsion sur des monocristaux orientés de telle manière que l'axe cristallographique c soit colinéaire à l'axe de torsion. Ainsi, les trois systèmes basaux (dont deux sont indépendants) sont sollicités en cisaillement pur. Le tenseur des contraintes s'écrit, dans le repère défini sur la figure III.1 :

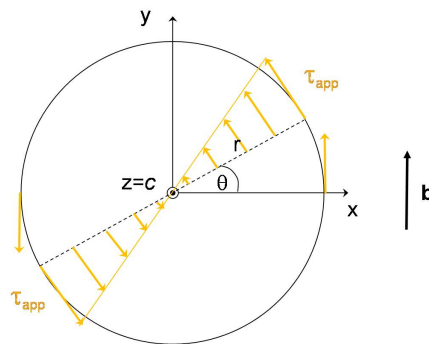


FIGURE III.1 – Repère utilisé pour caractériser la géométrie de l'essai de torsion.

$$\sigma = \begin{vmatrix} 0 & 0 & -\tau_{app} \cdot \sin(\theta) \\ 0 & 0 & \tau_{app} \cdot \cos(\theta) \\ -\tau_{app} \cdot \sin(\theta) & \tau_{app} \cdot \cos(\theta) & 0 \end{vmatrix}_{x,y,z} \quad (III.1)$$

où τ_{app} est la contrainte appliquée, définie pour un matériau élastique par :

$$\tau_{app} = \frac{M_t \cdot r}{I_0} \quad (\text{III.2})$$

avec M_t , le moment de torsion et I_0 , le moment d'inertie tel que $I_0 = \frac{\pi R^4}{2}$. La force de Peach-Köhler s'exerçant sur une dislocation de vecteur de Burgers $\mathbf{b} = (0, b, 0)$ s'écrit :

$$\mathbf{F} = (\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{b}) \otimes \mathbf{dl} = \begin{vmatrix} 0 \\ 0 \\ \frac{M_t \cdot r \cdot \cos(\theta) \cdot b}{I_0} \end{vmatrix} \otimes \mathbf{dl} \quad (\text{III.3})$$

Si la dislocation est une dislocation vis basale, son vecteur de ligne unitaire, \mathbf{dl} , est $\mathbf{dl} = (0, 1, 0)$ et :

$$\mathbf{F}_{vis} = \begin{vmatrix} -\frac{M_t \cdot r \cdot \cos(\theta) \cdot b}{I_0} \\ 0 \\ 0 \end{vmatrix} \quad (\text{III.4})$$

Si en revanche la dislocation est une dislocation coin basale, $\mathbf{dl} = (1, 0, 0)$ et :

$$\mathbf{F}_{coin} = \begin{vmatrix} 0 \\ \frac{M_t \cdot r \cdot \cos(\theta) \cdot b}{I_0} \\ 0 \end{vmatrix} \quad (\text{III.5})$$

On remarque que :

- * Il n'existe aucune force s'exerçant dans la direction \mathbf{z} , hors du plan de base.
- * Les dislocations vis sont poussées vers le centre du cylindre et les dislocations coin vers l'extérieur. Les seules dislocations réellement activées seront donc des dislocations vis.
- * La contrainte de cisaillement change de signe au centre du cylindre. Par symétrie, les sources de dislocations vis situées de part et d'autre sont activées en surface et se déplacent vers le centre du cylindre, donc dans des directions opposées. Elles seront par conséquent de même signe.

Ce raisonnement peut être appliqué aux six sources de dislocations des trois systèmes de glissement basal.

La torsion d'un monocristal de glace dans la configuration évoquée précédemment permet donc de solliciter uniquement le glissement de dislocations vis basales à travers la contrainte appliquée.

III.2 Fluage du monocristal de glace en torsion - Mise en oeuvre expérimentale

Nous présentons ici les détails de la mise en oeuvre expérimentale des essais de torsion de monocristaux de glace que nous avons réalisés, depuis la croissance de monocristaux de glace jusqu'à la mise en place de l'échantillon sur la machine d'essai, en passant par l'usinage des cylindres de glace.

III.2.1 Obtention de monocristaux

Il est possible de trouver des cristaux de glace naturelle suffisamment gros pour y usiner des échantillons de plusieurs centimètres de diamètre. Certaines expériences ont d'ailleurs été réalisées à partir de monocristaux de glace de regel du lac sous-glaciaire de Vostok, ramenés au cours de campagnes de carottage de cette station de l'Antarctique de l'est. Néanmoins, bien que ces cristaux soient d'excellente qualité du fait de leur très faible vitesse de croissance, ils ne sont pas disponibles en quantité suffisante pour pouvoir mener de véritables campagnes expérimentales. Il nous fallait donc une méthode permettant d'obtenir des monocristaux de glace de qualité satisfaisante de manière contrôlée et reproductible, illustré sur la figure III.2.

Initialement, un large cristal est orienté et fixé au fond d'un cristalliseur en plexiglas rempli d'eau pure de façon à ce que l'axe c soit horizontal. Le cristalliseur est ensuite refroidi à sa base (métallique) par un élément Peltier pour que l'eau gèle progressivement. Un agitateur est plongé dans l'eau pour prévenir l'emprisonnement de bulles au cours de la solidification et le cristalliseur est couvert pour éviter que des poussières ne tombent dans l'eau. L'ensemble du dispositif est placé dans une chambre froide à 0°C . Le cristal sélectionné ayant une orientation optimale pour la croissance, il va croître au profit d'autres cristaux orientés moins favorablement. A l'issue de la solidification, on obtient un cristal beaucoup plus large que le cristal initial et s'il ne fait pas la largeur du cristalliseur, on coupe une tranche du cristal obtenu que l'on place à nouveau au fond du cristalliseur et ainsi de suite jusqu'à ce que le cristal bien orienté occupe la section totale du récipient. La partie supérieure du cristal finalement obtenu sert alors à son tour de germe pour les croissances ultérieures.

Cette méthode est extrêmement simple mais nécessite toutefois une fixation délicate du germe et un contrôle très rigoureux du gradient de température, en particulier au début de la solidification, sans quoi des sous-joints parfois visibles à l'oeil nu seront présents dans le cristal. Il faut environ un mois pour obtenir un cristal d'une vingtaine de centimètres de long.

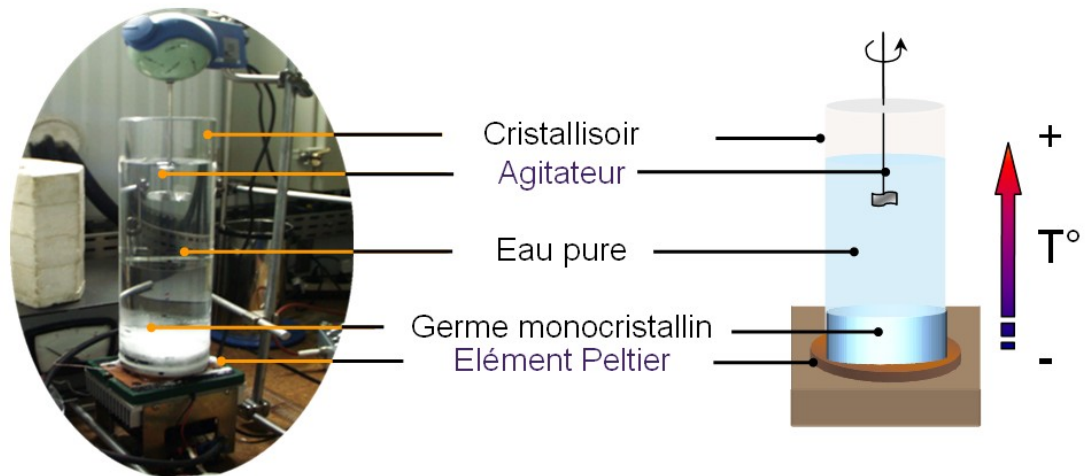


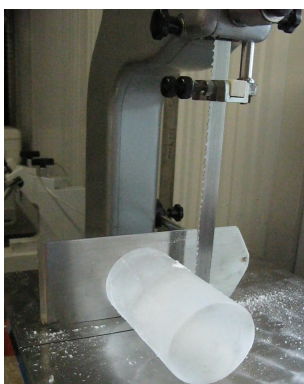
FIGURE III.2 – Dispositif de croissance des monocristaux.

A l'issue de la croissance, l'ensemble du cristal est ramené à 0°C pour pouvoir être démoulé. Avant d'être transféré à plus basse température pour sa conservation, le cristal est soigneusement essuyé pour qu'en se solidifiant, le film d'eau liquide qui l'entoure ne crée pas de contraintes pouvant mener à la fissuration.

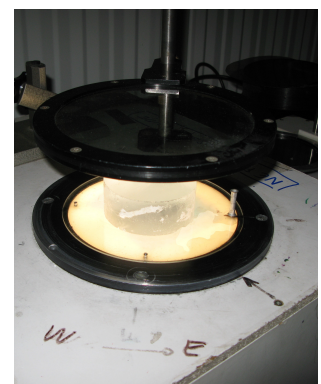
Les densités de dislocations des cristaux obtenus par cette méthode sont de l'ordre de 10^8m^{-2} .

III.2.2 Préparation des échantillons

La procédure de préparation des échantillons, entièrement réalisée en chambre froide est illustrée ci-dessous.

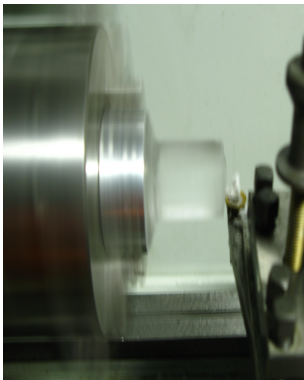


Dans un premier temps, une tranche de monocristal est découpée à la scie et l'orientation de l'axe cristallographique c est déterminée sous lumière polarisée (Lliboutry (1964)). Une face perpendiculaire à l'axe c est soigneusement préparée à la scie et au papier abrasif. Cette face servira de référence.

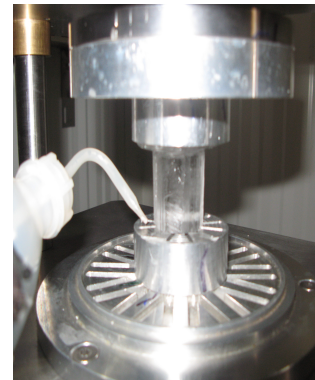


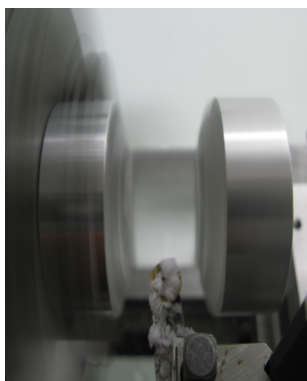


Le cristal est ensuite grossièrement taillé à la scie à des dimensions légèrement supérieures à celles voulues. La face de référence est alors fixée sur un des mors amovibles de la machine de torsion en injectant de l'eau sous l'échantillon grâce aux rainures usinées dans le mors puis en faisant un épais liseret tout autour de l'échantillon.

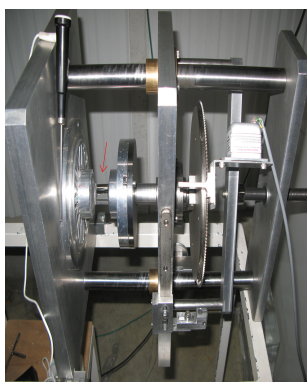


Lorsque cette soudure a solidifié, le mors est fixé dans le tour qui permet d'usiner la face opposée à celle de référence de manière bien parallèle à celle-ci. La longueur de l'échantillon est amenée à la longueur voulue +13mm pour tenir compte du rayon de l'outil du tour (5.5mm) et laisser 1mm à chaque extrémité. On fixe le mors sur la partie mobile de la machine de torsion. On bascule cette dernière en position verticale et on vient mettre en contact la surface usinée de l'échantillon avec le deuxième mors amovible. On injecte à nouveau de l'eau par dessous et autour de l'échantillon comme pour l'autre face.

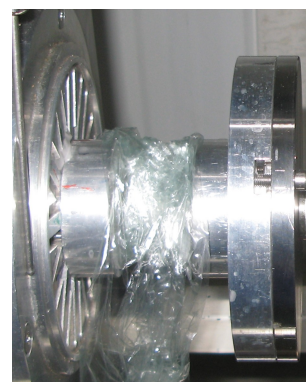




Après solidification, l'échantillon, solidaire des deux mors est usiné au tour pour lui donner sa forme cylindrique. On laisse ensuite l'échantillon sublimer à -15°C afin de supprimer les irrégularités de surface induites par la dernière étape d'usinage. Une ligne témoin est tracée le long d'une génératrice du cylindre pour vérifier l'homogénéité de la déformation à l'échelle macroscopique.



L'échantillon est ensuite définitivement monté sur la machine de torsion, recouvert d'un film transparent (film alimentaire) pour éviter la sublimation au cours de l'essai qui peut durer plusieurs jours.



III.2.3 Présentation du dispositif expérimental de torsion

La machine de torsion utilisée pour les essais réalisés au cours de cette étude est présentée en figure III.3. L'échantillon cylindrique (A) est fixé sur deux parties amovibles (B), dont l'une est fixée à la machine de torsion (C) et l'autre est fixée sur un plateau mobile (C') entraîné par un axe qui le relie à un disque (D) de rayon $R'=105\text{mm}$ sur lequel est appliqué la charge (E). On vérifie donc bien qu'il n'y a pas de contrainte de compression macroscopique. La déformation est mesurée soit par un capteur de déplacement immobile (F) qui est en contact avec une languette (G) solidaire du disque mobile (D), soit grâce à un inclinomètre (F') solidaire de (D), comme nous le détaillons ci-après.

La déformation en torsion est définie par (figure III.4) :

$$\gamma = \frac{R\alpha}{h} \quad (\text{III.6})$$

Nous disposons de deux méthodes différentes pour effectuer la mesure de cette déformation.

1. Un capteur de déplacement de 20mm de course est placé en contact avec la languette métallique solidaire du volant. Dans ce cas, on relie le déplacement de la languette à

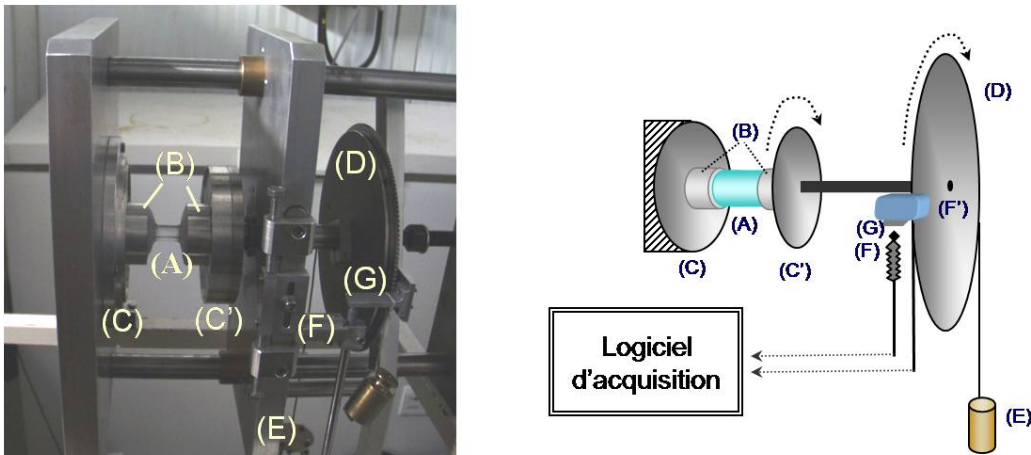


FIGURE III.3 – Photographie et représentation schématique du dispositif expérimental utilisé pour la déformation en torsion de monocristaux de glace.

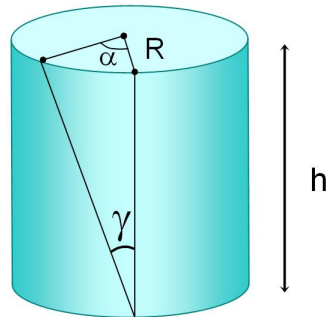


FIGURE III.4 – Définition de la déformation obtenue par torsion.

la déformation en écrivant (figure III.5) :

$$\tan \alpha = \frac{d}{R'} \quad (\text{III.7})$$

où R' est le rayon du disque (D) de la figure III.3. D'après la relation III.6 :

$$\gamma = \frac{R}{h} \arctan \left(\frac{d}{R'} \right) \quad (\text{III.8})$$

Le capteur est placé de façon à ce qu'il soit comprimé au fur et à mesure de la déformation afin d'éviter un éventuel retard de la réponse, surtout lorsque la vitesse de déformation est importante. L'avantage de ce dispositif est la grande précision qu'il permet (détection de rotations $< 5.10^{-3}^\circ$ dans notre cas), on peut noter que plus R' est grand, plus la résolution augmente. Le principal inconvénient de ce dispositif est que lorsque la vitesse de déformation devient trop importante, le capteur doit être déplacé très fréquemment.

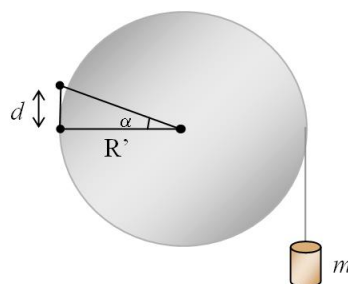


FIGURE III.5 – Relation géométrique entre le déplacement du capteur et la déformation en torsion.

2. Un inclinomètre est placé sur la languette métallique. La tension enregistrée est directement proportionnelle à l'angle que fait l'inclinomètre par rapport à l'horizontale, qui est l'angle α de la relation III.6. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet des déformations plus grandes sans déplacer le capteur. Elle est en revanche moins précise que la première puisque la résolution n'est ici que de 0.01° .

Des essais ont été réalisés en utilisant simultanément les deux systèmes afin de vérifier qu'ils donnent bien la même mesure.

III.2.4 Calcul de la masse à appliquer

Tous les essais présentés dans la suite de ce mémoire ont été réalisés en fluage, c'est à dire à couple constant. Pour relier le couple de torsion imposé à l'état de contrainte, on considère la relation :

$$M_t = \int_0^R \tau(r) 2\pi r^2 dr \quad (\text{III.9})$$

Dans le cas de la glace, comme nous l'avons vu dans la partie II.3.1 du chapitre précédent,

$$\dot{\gamma} = A\tau^2 \quad (\text{III.10})$$

En écrivant $\dot{\gamma}(r) = \omega r$, il vient :

$$M_t = \left(\frac{\omega}{A}\right)^{\frac{1}{2}} \int_0^R 2\pi r^{\frac{5}{2}} dr \quad (\text{III.11})$$

$$M_t = 2\pi \left(\frac{\omega}{A}\right)^{\frac{1}{2}} \int_0^R r^{\frac{5}{2}} dr \quad (\text{III.12})$$

$$M_t = 2\pi \left(\frac{\omega}{A}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{2}{7} R^{\frac{7}{2}} = \frac{4\pi}{7} R^3 \underbrace{\left(\frac{\omega R}{A}\right)^{\frac{1}{2}}}_{\tau_{max}} \quad (\text{III.13})$$

et finalement,

$$M_t = \frac{4\pi}{7} R^3 \tau_{max} \quad (\text{III.14})$$

En pratique, comme

$$M_t = F.R' = m_{app}.g.R' \quad (\text{III.15})$$

on appliquera une masse :

$$m_{app} = \frac{4\pi R^3}{7gR'} \tau_{max} \quad (\text{III.16})$$

III.3 Comportement en fluage de monocristaux de glace déformés en torsion

Nous présentons ici un certain nombre de résultats expérimentaux permettant d'apporter des informations sur la plasticité du monocristal de glace : nucléation et multiplication des dislocations, interactions entre dislocations, énergie d'activation des mécanismes mis en jeu.

III.3.1 Courbe de fluage caractéristique

III.3.1.1 Comportement caractéristique

Dans les conditions décrites en introduction de ce chapitre, on obtient typiquement des courbes de fluage $\gamma(t)$ telles que celle présentée en figure III.6, avec sa courbe dérivée $\dot{\gamma}(t)$.

Pour de très faibles déformations ($< 1\%$), on peut observer une légère diminution de la vitesse de déformation (encadré sur la figure III.6). Ensuite, de plus en plus rapidement, la vitesse de déformation augmente jusqu'à atteindre des valeurs supérieures à $1.5 \times 10^{-5} s^{-1}$. Dans certains cas comme celui présenté ici, nous avons pu observer un ralentissement de la déformation peu avant la rupture qui coïncide avec l'apparition d'une ou plusieurs fissures en surface de l'échantillon et leur propagation vers le centre (figure III.9 A)).

Notons que cette propagation est stable et conduit à des faciès de rupture tels que celui représenté en figure III.7. Ce faciès est similaire à celui présenté en figure III.8 et qui correspond à une déformation de type "glissement sinueux" ("serpentine glide"). Les marches distinctes qui apparaissent sont produites par le glissement décohésif de plans parallèles très proches. (for Metals (1974)). Cette interprétation est en accord avec notre configuration

III.3. COMPORTEMENT EN FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE GLACE DÉFORMÉS EN TORSION

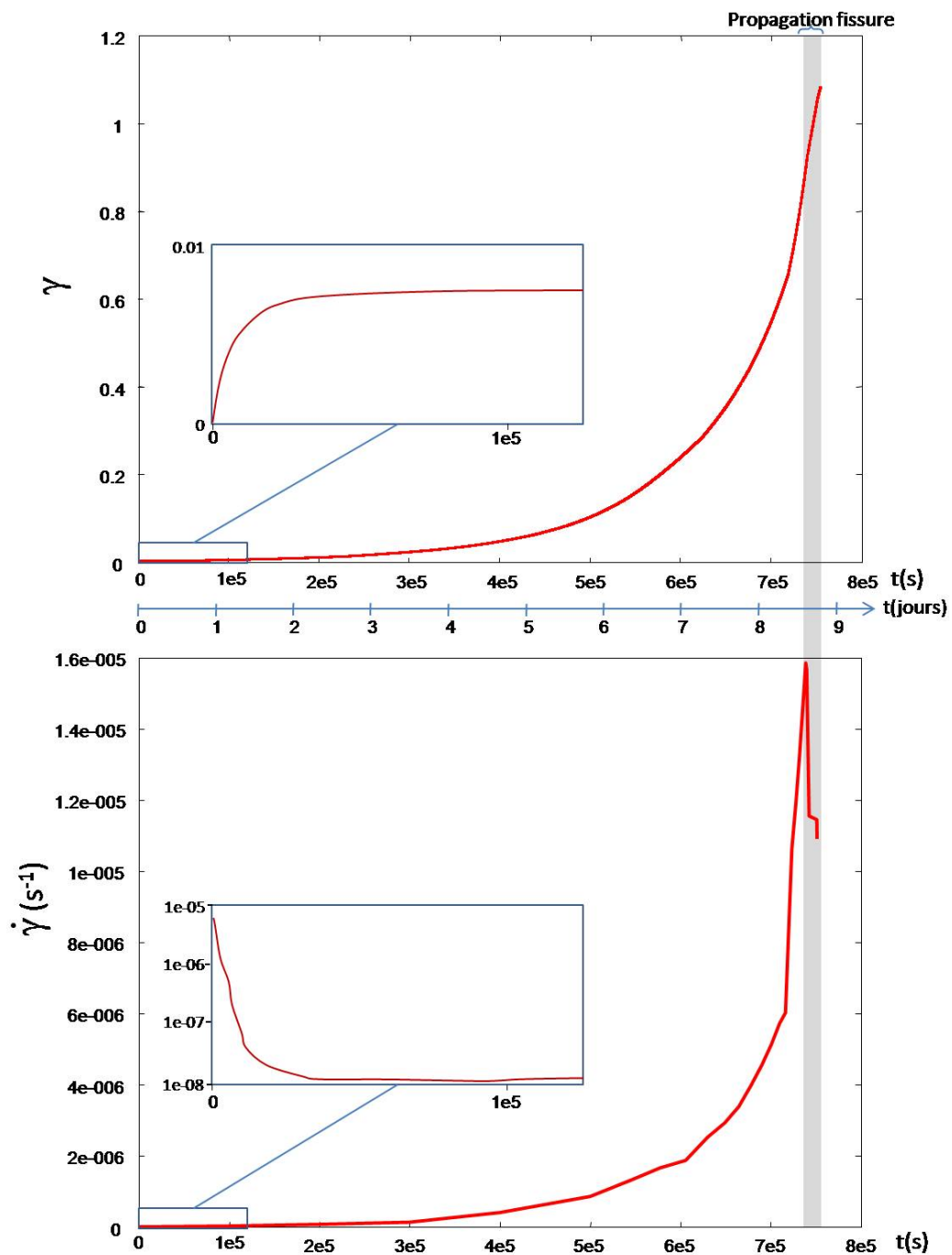


FIGURE III.6 – Courbe de fluage ($\gamma = f(t)$) et sa courbe dérivée ($\dot{\gamma} = f'(t)$) pour un monocristal de glace déformé en torsion à -23°C sous une contrainte maximale de 0.12MPa (correspondant à un moment de torsion $M_t = 2.14\text{N.m}$) de dimensions $\varnothing=h=43\text{mm}$. La zone grisée correspond à la période pendant laquelle une fissure est apparue et s'est propagée.

expérimentale, les plans de base glissant les uns par rapport aux autres, comme un jeu de cartes, du fait de la forte anisotropie de la glace. Ainsi, même si la ligne témoin révèle une déformation macroscopiquement homogène, on peut discerner à une échelle plus fine, une

certaine localisation de la déformation (figure III.9 B)).

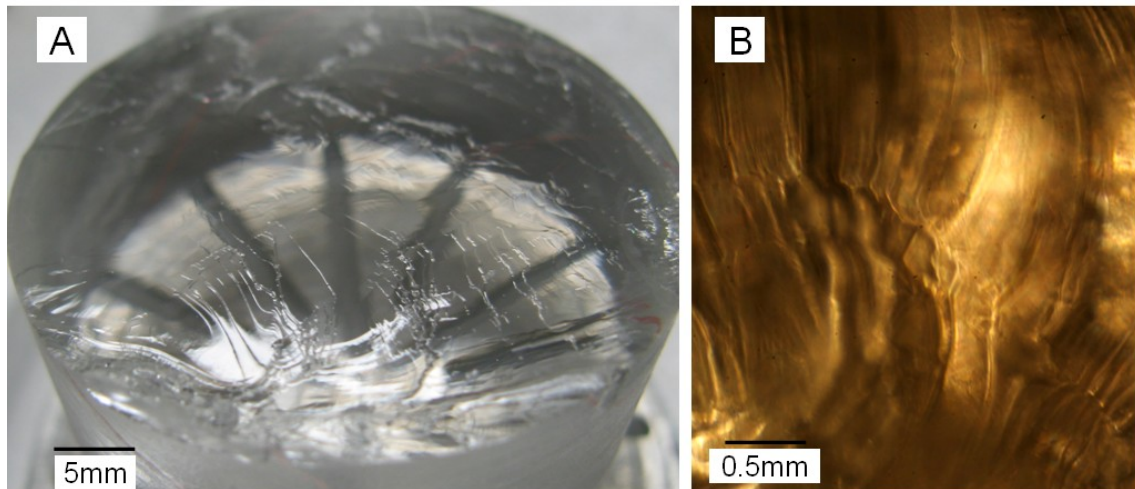


FIGURE III.7 – Faciès de rupture d'un monocristal de glace déformé en fluage en torsion A/ vue d'ensemble de l'échantillon. B/ Observation à la loupe binoculaire (réflexion).

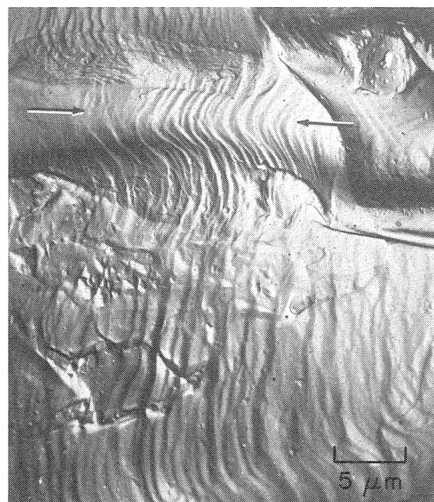


FIGURE III.8 – Fractographie obtenue en microscopie électronique en transmission révélant du “glissement sinueux” sur une surface de rupture d'un échantillon de fer (for Metals (1974)).

III.3.1.2 Interprétation et discussion

On peut interpréter le comportement en fluage du monocristal de glace en terme de densité de dislocations à partir de l'équation d'Orowan :

$$\dot{\gamma} = \rho b v_d \quad (\text{III.17})$$

III.3. COMPORTEMENT EN FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE GLACE DÉFORMÉS EN TORSION

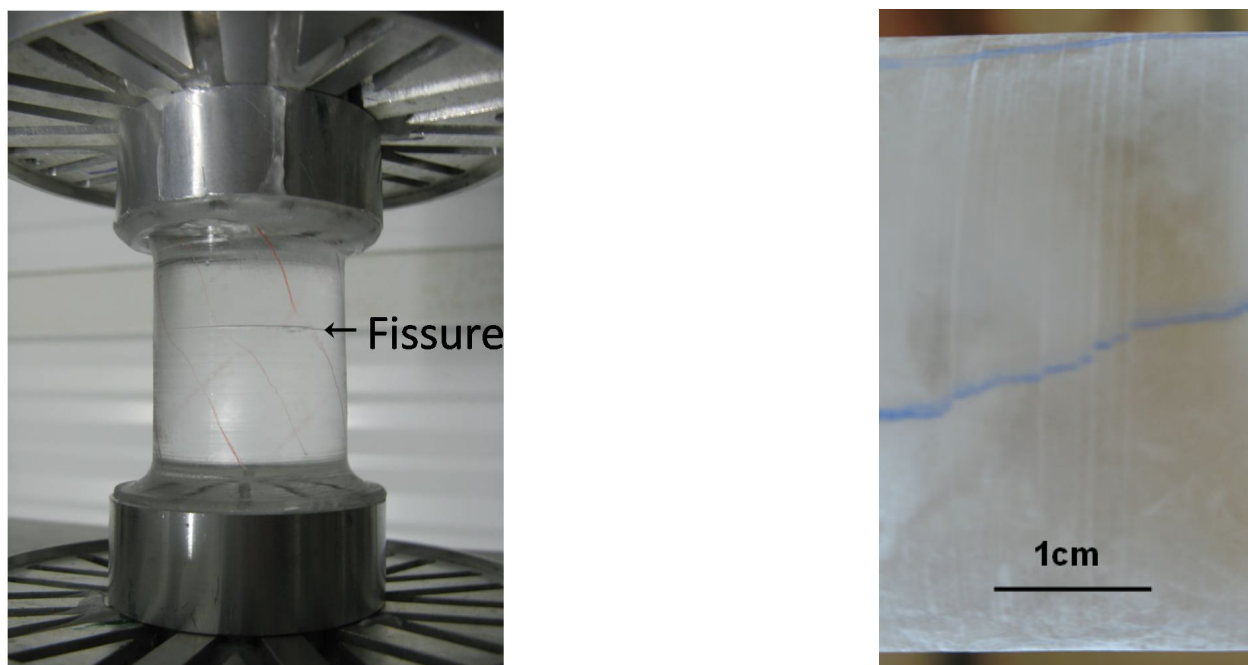


FIGURE III.9 – Monocristaux de glace déformés en torsion. Gauche : échantillon fortement déformé pour lequel on peut constater l’apparition d’une fissure. Droite : mise en évidence de localisations de déformation à l’échelle macroscopique.

Même si l’on connaît les limites de ce type d’approches basées sur l’évaluation de quantités moyennes et supposant la déformation homogène (cf partie II.4, page 28), cela permet de proposer une première interprétation qualitative.

La diminution de $\dot{\gamma}$ initialement observée peut provenir du fait que le cristal contient initialement des dislocations de signe opposé pouvant accommoder la torsion. Sous contrainte, ces deux types de dislocations vont se déplacer dans des directions opposées, les unes étant poussées vers le centre du cylindre, les autres étant poussées vers l’extérieur et donc peu à peu éliminées du cristal. Cela conduit à une diminution de la densité de dislocations mobiles et l’on peut donc supposer que les dislocations se multiplient moins vite qu’elles ne sont éliminées (rappelons que la densité de dislocations initiale est très faible, ce qui offre peu de sites de nucléation pour la multiplication). Toujours en supposant que les dislocations se multiplient difficilement en début d’essai, on peut également expliquer ce ralentissement par le fait que les dislocations générées dans les plans de base ralentissent puisque la contrainte effective diminue au fur et à mesure qu’elles s’empilent. Après cette première étape, $\dot{\gamma}$ augmente continuellement, signifiant que ρ_m augmente également. Une estimation de la densité de dislocations nécessaires pour accommoder la déformation $\Delta\gamma$, peut être réalisée en considérant que (Ashby (1970)) :

$$\rho = \frac{\alpha}{Rb} \quad (\text{III.18})$$

où α est l'angle tel que défini sur la figure III.4. Ainsi, on a à la fin de l'essai présenté en figure III.6, $\rho \approx 10^{11} m^{-2}$, soit une augmentation d'environ un facteur 10^3 depuis le début de l'essai.

Le ralentissement parfois observé en fin d'essai témoigne d'une diminution de la densité de dislocations mobiles. Ce durcissement est vraisemblablement lié à l'immobilisation ou l'annihilation de dislocations qui interagissent les unes avec les autres. Plusieurs hypothèses peuvent être émises pour expliquer cela. Il se peut que les dislocations basales rencontrent des obstacles comme des "dislocations de la forêt" dont la densité aurait atteint une valeur critique ne permettant plus son franchissement. Il se peut également que les contraintes internes créées par les dislocations basales, de signe opposé à la contrainte appliquée, soient tellement fortes que de nouvelles dislocations basales positives ne peuvent plus être introduites ou même, si la contrainte effective devient localement négative, que des dislocations négatives soient introduites et s'annihilent avec les dislocations positives déjà présentes.

Le fait que l'apparition d'une fissure en surface de l'échantillon n'entraîne pas d'augmentation de la vitesse de déformation laisse à penser que l'on n'est pas dans un cas où la déformation se localise brutalement (concentration de contrainte) mais plutôt dans une situation où l'ensemble de l'échantillon est très fortement déformé, l'état de contraintes internes ne permettant plus la multiplication de dislocations dans des nouveaux plans de base.

On remarque également que, conformément à ce que l'on peut trouver dans la littérature, le monocristal de glace déformé en fluage à faible contrainte est extrêmement ductile (il est commun d'atteindre des angles de torsion de plus de 45°). De plus, l'allure des courbes obtenues en torsion est très similaire à celles obtenues pour d'autres sollicitations (cf partie II.3.1 page 20) ce qui laisse supposer que les mécanismes responsables de la plasticité du monocristal de glace sont identiques.

Le monocristal de glace déformé en fluage présente un adoucissement qui ne permet pas d'observer de véritable état stationnaire ou il y aurait équilibre entre la multiplication des dislocations et leur immobilisation ou annihilation. Cela signifie que la multiplication des dislocations est prépondérante au cours de l'essai et implique donc la présence de sources de dislocations dont la nature reste à déterminer, comme nous le détaillons dans le paragraphe suivant. La loi de fluage proposée jusqu'alors (cf équation II.4 page 22) n'est alors valide que pour un niveau de déformation donné et peut s'écrire :

$$\dot{\gamma} = B(\gamma, T) \tau^2 \quad (\text{III.19})$$

III.3.2 Sources de dislocations

Le fait que la vitesse de déformation augmente au cours du fluage implique qu'il y a multiplication de dislocations et que cette multiplication est toujours supérieure à l'immobilisation et l'annihilation des dislocations. On peut distinguer deux principales manières pour les dislocations de se multiplier :

1. De nouvelles dislocations sont nucléées en surface de l'échantillon.
2. Les dislocations déjà présentes dans l'échantillon se multiplient grâce à des mécanismes tels que la montée, le glissement dévié, etc...

Des études menées par [Muguruma \(1969\)](#) ont permis de montrer que plus l'état de surface de l'échantillon est bon, plus le crochet de traction est important, signifiant qu'un bon état de surface rend plus difficile la nucléation initiale des dislocations. Nous avons également pu faire le même type de constatations grâce à un essai au cours duquel nous avons modifié l'état de surface de l'échantillon en le passant au papier abrasif. Il s'en est suivi une augmentation de la vitesse de déformation qui a plus que doublé suite à cette modification de surface (elle est passée de $\approx 3.210^{-8}s^{-1}$ à $\approx 6.710^{-8}s^{-1}$) (figure [III.10](#)). Qui plus est, dans le cas parti-

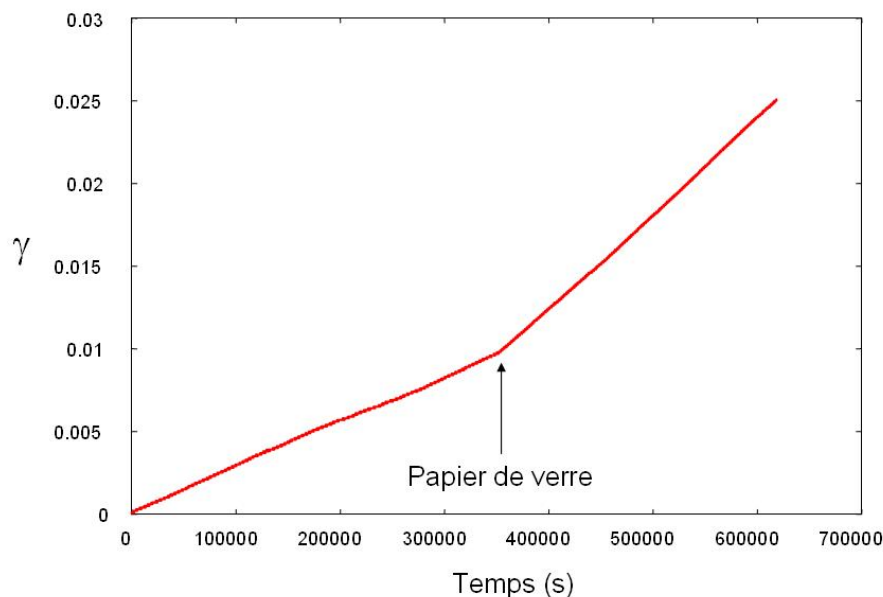


FIGURE III.10 – Courbe de fluage pour un monocristal ($\varnothing=45\text{mm}$, $h=53\text{mm}$) déformé en torsion à -15°C sous $\tau_{max} = 0.05\text{MPa}$ ($M_t = 1.02\text{N.m}$) pour lequel la surface a été passée au papier de verre à $t=356200\text{s}$ (flèche).

culier de la torsion, la contrainte appliquée est maximale en périphérie de l'échantillon, tout semble donc indiquer que la surface est un site privilégié pour la nucléation de dislocations, notamment en début d'essai. Cependant, les essais étant réalisés à couple imposé, pourquoi toutes les sources pouvant être activées par la contrainte correspondante ne le seraient-elles

pas depuis le début ? Comme cela a déjà été évoqué, la présence de dislocations modifie l'état de contrainte, néanmoins, les contraintes internes s'opposent à la contrainte appliquée et leur progressif développement au cours de la déformation ne facilite donc pas l'activation de nouvelles sources en surface. Un argument supplémentaire favorable à une multiplication en volume au cours de la déformation est la mise en évidence de mouvements coopératifs de dislocations au cours du fluage de la glace comme nous l'avons déjà vu dans la partie II.4 du chapitre précédent et l'existence de corrélations à longue distance entre les points de départ des avalanches, également mis en évidence dans le cas de la torsion (Montagnat *et al.* (2006)). En effet, comme nous venons de le dire, le déclenchement de nouvelles sources en surface ne peut être lié à l'activité des dislocations à l'intérieur de l'échantillon et serait donc le fruit du hasard, ce qui ne permettrait pas l'existence de corrélations entre les salves d'activité plastique. Au contraire, une multiplication interne résultant d'interactions entre dislocations ou de l'évolution de l'état local de contrainte est en accord avec ce type de constatations. Un argument supplémentaire en faveur de cette réflexion sera apporté au chapitre suivant.

III.3.3 Energie d'activation apparente

La vitesse des dislocations v_d suivant une loi thermiquement activée (cf. II.5 page 25) et la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ étant liée à la vitesse des dislocations, on peut supposer que la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ suit également une loi thermiquement activée :

$$\dot{\gamma} = A(\tau, \gamma) \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right) \quad (\text{III.20})$$

qui se met également sous la forme :

$$\ln(\dot{\gamma}) = \ln A - \frac{Q}{kT} \quad (\text{III.21})$$

Nous avons donc réalisé des essais à différentes températures (-3°C, ≈-12°C, -18°C, et ≈-25°C) afin de déterminer le paramètre Q . Sur la figure III.11 sont représentées les courbes de fluage obtenues pour les différentes températures. Les essais ont été réalisés sur des échantillons de mêmes dimensions ($\emptyset=h=43\text{mm}$) et pour une même contrainte maximale $\tau_{max}=0.12\text{MPa}$. Pour chaque température, nous avons réalisé deux essais pour éviter les points aberrants. Des relevés réguliers de température à proximité de l'échantillon ont permis de vérifier la stabilité de la température au cours des essais (nous n'avons jamais constaté de variation de plus de 0.2°C par rapport à la température initiale). On observe bien une accélération de la déformation avec la température.

D'après l'équation III.21, la fonction $\ln \dot{\gamma} = f\left(\frac{1}{kT}\right)$ donne une droite dont le coefficient

III.3. COMPORTEMENT EN FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE GLACE DÉFORMÉS EN TORSION

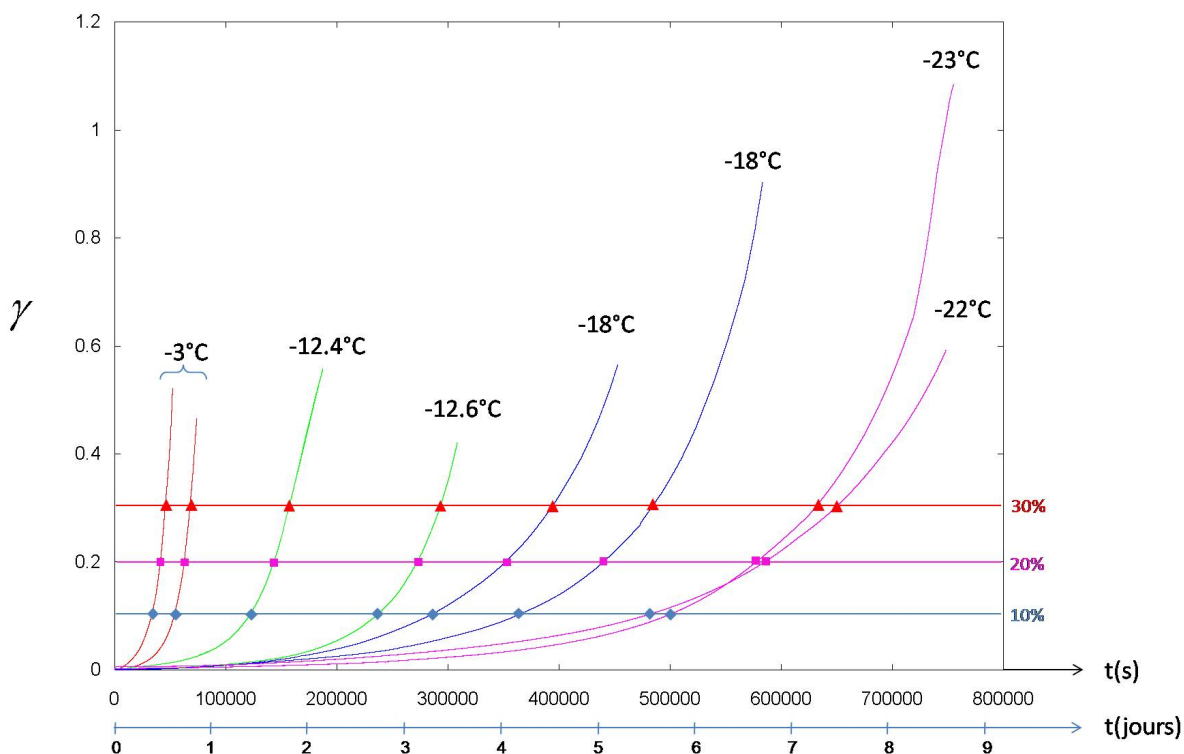


FIGURE III.11 – Courbes de fluages obtenues à différentes températures pour des échantillons de mêmes dimensions ($\varnothing=h=43\text{mm}$) soumis au même couple (2.14 N.m)

directeur est l'énergie d'activation Q . Etant donné qu'il n'a pu être mis en évidence l'existence d'un état de fluage stationnaire et que $\dot{\gamma} = f(\gamma)$, nous avons tracé cette fonction pour différents niveaux de déformation γ . Les résultats sont reportés en figure III.12. Sur la gamme de températures considérée, les résultats donnent une valeur de l'énergie d'activation apparente :

$$Q \approx 0.75\text{eV}$$

Notons que cette valeur est proche de la valeur mentionnée pour le glissement basal de dislocations vis individuelles dans la section II.3.3.2 (page 24) du chapitre précédent, ce qui suggèrerait que la plasticité serait contrôlée par le glissement de ce type de dislocations.

III.3.4 Bilan

Les courbes de fluage nous permettent de constater une accélération permanente de la déformation et donc l'absence d'état stationnaire. Cela nous a amenés par conséquent à préciser la dépendance au niveau de déformation de la loi de fluage : $\dot{\gamma} = f(\gamma)$.

Cette accélération provient d'une augmentation de la densité de dislocations mobiles, vraisemblablement par multiplication des dislocations basales présentes au sein du matériau

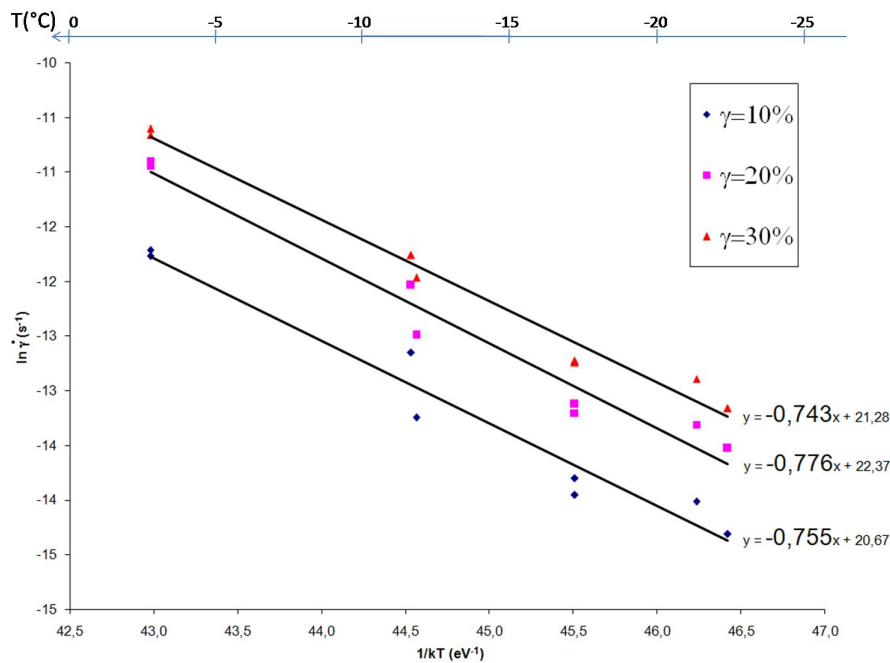


FIGURE III.12 – $\ln(\dot{\gamma}) = f\left(\frac{1}{kT}\right)$ correspondant aux essais présentés en figure III.11 pour différents niveaux de déformation : \blacklozenge :10% ; \blacksquare :20% ; \blacktriangle :30%.

plus que par nucléation en surface. En revanche, la surface est un site de nucléation de dislocations privilégié en début d'essai.

Il semblerait donc que l'organisation des dislocations au sein du matériau est à l'origine de l'augmentation de ρ_m , le champ de contraintes internes créé par les dislocations est donc susceptible de jouer un rôle prépondérant dans leur multiplication.

Les expériences réalisées à différentes températures ont montré que la vitesse de déformation suit bien une loi thermiquement activée dont l'énergie d'activation apparente est de l'ordre de 0.75eV. Cette valeur est très proche de celle correspondant au glissement de dislocations vis basales individuelles. Peut-on alors en déduire que le glissement des dislocations basales contrôle la plasticité de la glace ?

La modélisation par dynamique des dislocations constitue la meilleure approche pour tenter de répondre à cette question, étudier le rôle des contraintes internes dans la multiplication des dislocations et vérifier les hypothèses émises suite aux constatations expérimentales. C'est ce que nous présentons dans la suite du chapitre, tout d'abord grâce à un modèle de dynamique des dislocations discrètes puis grâce à un modèle continu fondé sur une théorie mécanique des champs de dislocations.

III.4 Les apports des simulations en dynamique des dislocations discrètes

Comme nous l'avons vu, la dynamique des dislocations est au coeur de la problématique abordée dans ce travail. La simulation par dynamique des dislocations discrètes s'impose donc comme l'outil le plus adapté pour analyser les processus élémentaires régissant la plasticité de la glace.

III.4.1 Présentation du modèle

Les simulations par dynamique des dislocations discrètes réalisées au cours de ce travail sont issues de l'adaptation d'un code numérique initialement développé par Kubin *et al.* (1992) puis par Verdier *et al.* (1998) et que M. Fivel a largement développé au cours de sa thèse (Fivel, 1997) et depuis lors. Ce code 3D, originellement dédié à des matériaux de structure cubique à faces centrées (CFC) a été appliqué avec succès à différents cas d'étude. On peut citer entre autres les travaux de M. Fivel sur la nanoindentation du cuivre, ceux de C. Déprés (Déprés, 2004) sur la fatigue de l'acier 316L, ou de C. Shin (Shin, 2004) sur les interactions dislocations/précipités ou encore, plus récemment, les travaux de J. Chaussidon (Chaussidon, 2007) concernant l'adaptation du code au cas du fer cubique-centré (BCC) déformé à basse température.

Dans ce modèle, les lignes de dislocations sont discrétisées en segments vis et coin se déplaçant sur un réseau discret de paramètre de maille x_l (figure III.13).

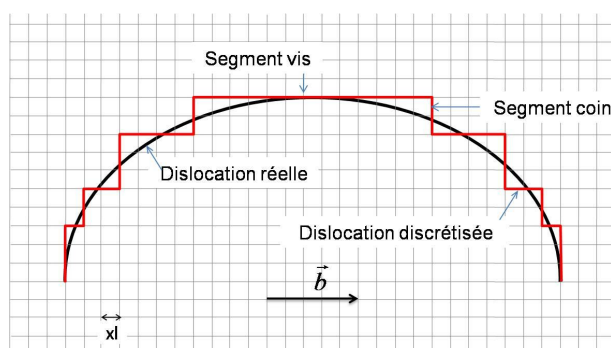


FIGURE III.13 – discrétisation des lignes de dislocations

La mobilité des dislocations est régie par des lois de vitesse faisant intervenir la contrainte effective τ^* , le plus souvent sous la forme :

$$v = \frac{\tau^* b}{B} \quad (\text{III.22})$$

où B est un coefficient de viscosité due aux phonons. La contrainte effective agissant sur chaque segment de dislocation tient compte, en plus de la contrainte appliquée, du champ de contraintes internes créé par l'ensemble des autres segments de dislocations, calculé par la théorie de l'élasticité isotrope (Li (1964)).

Remarque : du fait de l'échelle de discrétisation, on s'affranchit de la divergence du champ élastique au niveau du coeur de la dislocation. Cela est physiquement acceptable dans la mesure où des dislocations de même vecteur de Burgers qui, lorsqu'elles sont trop près, s'annihilent si elles sont de signe opposé ou au contraire se repoussent fortement lorsqu'elles sont de même signe.

Le code utilise également un certain nombre de règles locales régissant les interactions à courte distance entre les dislocations. Ainsi sont simulés :

l'annihilation et la recombinaison de dislocations, lorsque deux dislocations de même vecteur de burgers mais de signe opposé se rencontrent.

la formation de jonctions colinéaires, lorsque des segments de même vecteur de Burgers appartenant à des systèmes de glissement différents se croisent.

le glissement dévié est également pris en compte. Pour les matériaux CFC, le glissement dévié est considéré à travers la probabilité (Escaig (1968)) :

$$P_i = \beta \frac{l}{l_0} \frac{\delta t}{t_0} \exp \left(\frac{\tau_{dev} - \tau_{III}}{kT} V_{act} \right) \quad (\text{III.23})$$

où β est un coefficient normalisateur, L , la longueur du segment considéré, δt , le pas de temps de la simulation, L_0 et δt_0 , une longueur et un temps de référence, τ_{dev} est la cission résolue sur le système dévié potentiel, τ_{III} est une cission de référence, correspondant au début du stade III en traction monotone. k est la constante de Boltzman, T , la température et V_{act} , le volume d'activation. Cette probabilité est calculée pour chaque segment vis et comparée à un nombre r tiré aléatoirement entre 0 et 1. Le glissement dévié a lieu si $P > r$. Dans le cas de la glace, nous avons modifié ce critère de glissement dévié, comme nous le développerons dans le paragraphe suivant.

Au niveau de l'algorithme, à chaque pas de temps de simulation, le déplacement (sens, direction, norme) de chaque segment de dislocation est calculé par intégration des lois de vitesses considérées (dépendantes de la contrainte effective) et des règles locales établies. L'ensemble des segments est alors déplacé et donne la configuration du pas suivant.

III.4.2 Adaptation du code à la glace déformée en torsion

Un certain nombre de modifications ont été nécessaires pour prendre en compte la physique spécifique à la glace. Les toutes premières modifications du code en vue de l'adapter au cas de la torsion de la glace ont été réalisées par J. Chaussidon et R. Roussy (Chaussidon (2004); Roussy (2004)).

III.4.2.1 Systèmes de glissement

Parmi les douze systèmes de glissement de la structure cristallographique CFC, usuellement représentés par le tétraèdre de Thompson, les trois correspondant à la facette de normale $[111]$ sont choisis pour représenter les trois systèmes de glissement basaux $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$ (figure III.14). Les systèmes prismatiques correspondants sont ainsi représentés par les systèmes $[\bar{1}01] (\bar{1}2\bar{1})$, $[1\bar{1}0] (\bar{1}\bar{1}2)$ et $[0\bar{1}1] (\bar{2}11)$. Ceci est résumé dans le tableau III.1 et illustré par la figure III.14.

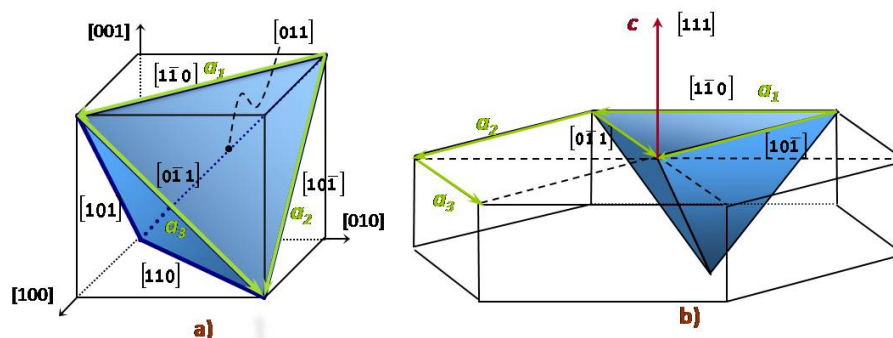


FIGURE III.14 – Adaptation de la structure CFC à la structure hexagonale.

\vec{b}	$[\bar{1}01]$	$[1\bar{1}0]$	$[0\bar{1}1]$
\vec{n}	$[111]$ (basal)	$[\bar{1}2\bar{1}]$ (prism I)	$[111]$ (basal)
		$[\bar{1}\bar{1}2]$ (prism I)	$[111]$ (basal)
			$[\bar{2}11]$ (prism I)

TABLE III.1 – Les différents systèmes de glissement considérés dans le code DDD dédié à la glace.

III.4.2.2 Paramètres matériaux

Un certain nombre de constantes physiques, et notamment les constantes élastiques, intervient dans les différentes lois physiques, les valeurs utilisées pour simuler le comportement de la glace sont présentées dans le tableau III.2

μ	Module de cisaillement	3.3GPa
ν	Coefficient de poisson	0.3
b	Norme du vecteur de Burgers	4.5 Å

TABLE III.2 – Constantes physiques du matériau glace.

III.4.2.3 Calcul de la déformation

La déformation en torsion sera calculée de la manière suivante :

$$\gamma = \frac{bA}{V} \quad (\text{III.24})$$

où b est la norme du vecteur de Burgers, A est la somme des aires balayées par chaque dislocation et V est un volume de référence, pris égal au volume de la boîte de simulation. Par conséquent, la valeur de la déformation n'a pas réellement de sens physique et seules des analyses qualitatives ou comparatives pourront être effectuées.

III.4.2.4 Sources de dislocations

Nous avons vu précédemment que les dislocations étaient initialement nucléées à la surface des échantillons. Pour simuler cela, nous définissons un domaine virtuel autour de l'échantillon dans lequel sont placées des boucles de dislocations concentriques pouvant appartenir aux six systèmes basaux (figure III.15). Afin de limiter le nombre de segments virtuels et donc le temps de calcul, ce milieu virtuel est de forme hexagonale et les segments coin de ces boucles ne peuvent se déplacer.

Sous l'effet de la contrainte appliquée, ces segments virtuels vont progressivement pénétrer le cylindre de glace et deviennent alors "réels". Leur mouvement est alors gouverné par la contrainte appliquée et les contraintes internes créées par l'ensemble des segments réels uniquement. Les segments virtuels n'ont pas de contribution à la plasticité autre que celui de générer des dislocations, leur mouvement n'est pas pris en compte dans le calcul de la déformation plastique.

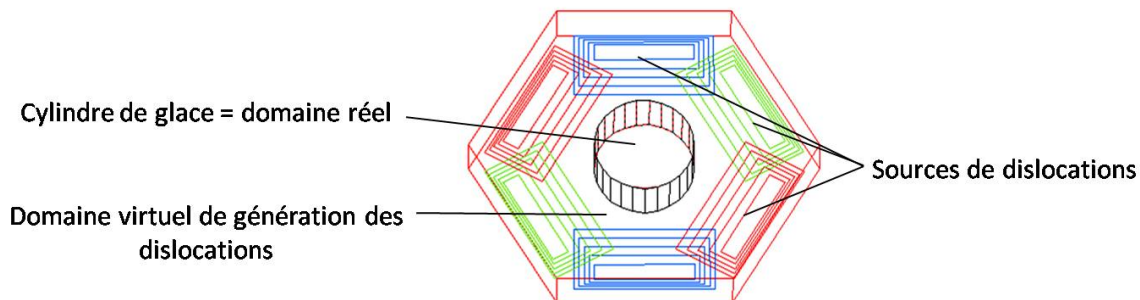


FIGURE III.15 – Génération des dislocations dans un domaine virtuel.

III.4.3 Dislocations basales et contraintes internes

Des simulations réalisées en fluage en torsion où seuls les systèmes basaux sont activés révèlent, comme cela était attendu (cf partie III.1 page 50), la création de joints de torsion comme illustré sur la figure III.16. Notons que contrairement à un empilement “classique”, l’espacement entre les dislocations ne varie pas comme $1/r$ où r est la distance séparant la dislocation de l’obstacle (l’axe de torsion dans notre cas). En effet, ici la contrainte appliquée diminue linéairement en se rapprochant de l’axe de torsion où elle est nulle. Cela se traduit par un arrangement globalement équiréparti des dislocations.

A ce type de simulations correspondent des courbes déformation-temps telles que celle représentée en figure III.17. La déformation augmente tout d’abord au fur et à mesure que les dislocations s’empilent vers le centre du cylindre, puis, lorsque la contrainte interne créée par cet empilement de dislocations vaut, en valeur absolue, la contrainte appliquée, le système est à l’équilibre et la déformation cesse d’augmenter. **En faisant l’hypothèse que seul le glissement basal est activé, on ne peut donc reproduire le fluage observé expérimentalement.**

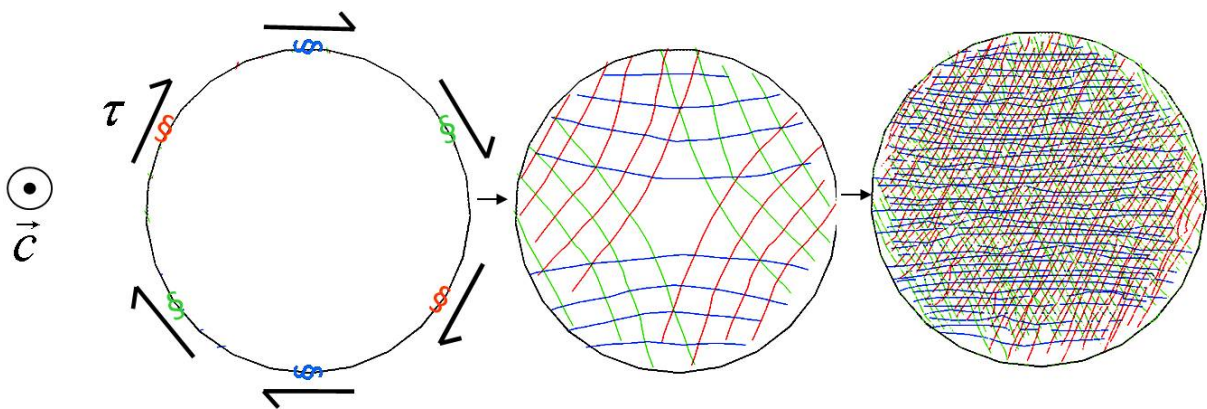


FIGURE III.16 – Formation d’un joint de torsion.

Quel(s) autre(s) système(s) de glissement peut-on activer et de quelle manière ?

Etant donné que seules des dislocations vis sont nécessaires pour accommoder la déformation en torsion, nous rejetons l’hypothèse que les dislocations non basales puissent être créées par la montée des dislocations basales et supposons un mécanisme de glissement dévié. Nous reviendrons cependant sur cette hypothèse au paragraphe III.4.6.

Les dislocations de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ sont susceptibles de glisser également sur les plans prismatiques $\{1\bar{1}00\}$ ou pyramidaux $\{\bar{1}011\}$. Comme les observations expérimentales semblent plutôt indiquer que les dislocations non basales glissent sur des plans prismatiques, nous supposons que ce glissement dévié a lieu dans les plans $\{1\bar{1}00\}$.

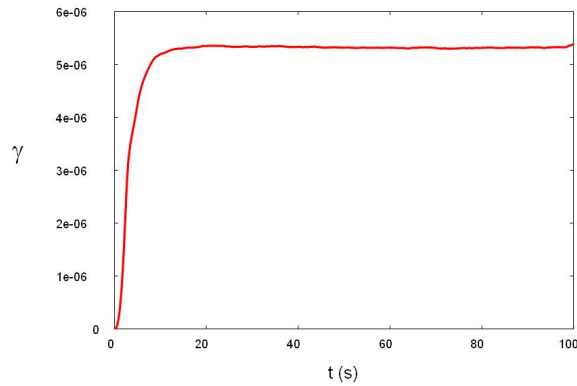


FIGURE III.17 – Evolution de la déformation en fonction du temps lorsque seul le glissement basal est activé

Comme nous l’avons vu précédemment, dans la configuration expérimentale choisie, il n’existe aucune force appliquée ayant une composante non-basale et la contrainte appliquée ne peut donc être à l’origine du glissement dévié. Par conséquent, seules les contraintes internes peuvent déclencher un tel mécanisme. La figure III.18 montre en effet que la cission résolue sur les systèmes prismatiques créée par un empilement de dislocations vis basales est non nulle. On remarque également une décroissance de l’intensité de ce champ de contraintes au fur et à mesure que l’on s’éloigne de l’empilement, ce qui laisse imaginer que les dislocations puissent revenir dans les plans de base et offre donc un mécanisme de multiplication des dislocations basales.

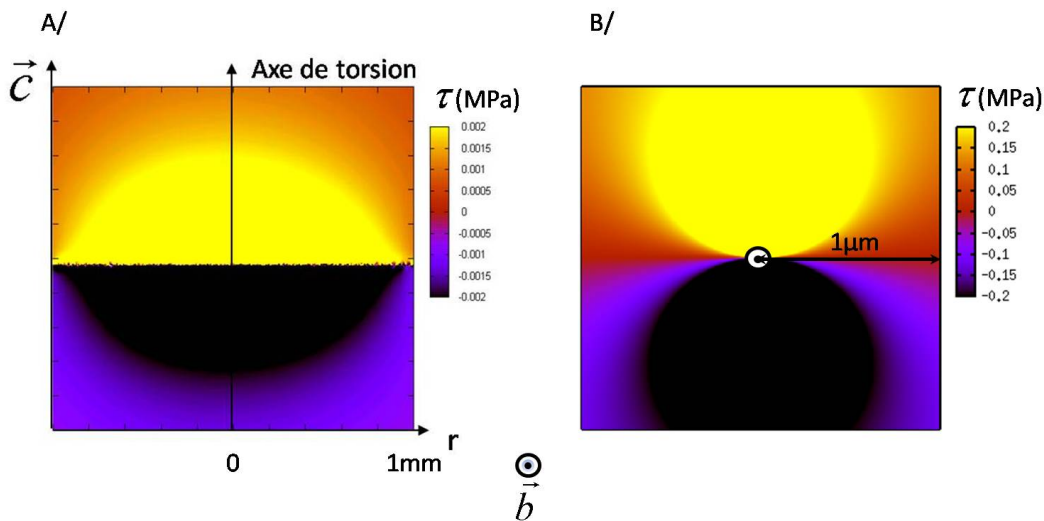


FIGURE III.18 – Carte de cission résolue sur le système prismatique. A/Pour un joint de torsion. B/Pour une dislocation vis.

Voyons maintenant précisément quel mécanisme de glissement dévié est possible dans la

glace et à quelles conditions il peut être envisagé.

III.4.3.1 Modèle physique de glissement dévié

Plusieurs modèles de glissement dévié ont été proposés dans la littérature, en général pour les matériaux C.F.C. Les deux principaux mécanismes concernant les dislocations dissociées et pouvant être adaptés à la structure hexagonale ainsi que le modèle que nous avons retenu sont présentés ci-dessous.

Modèle de Schöeck, Seeger et Wolf Ce modèle ((Schoeck et Seeger (1955); Wolf (1960), cités par Bonneville (1985); Caillard et Martin (2003)) considère la recombinaison d'une dislocation sur une longueur l_c assez grande pour qu'un arc puisse se développer dans le plan dévié jusqu'à atteindre une taille critique sous l'action de la contrainte τ appliquée sur ce plan. La prise en compte de la dissociation de l'arc dans le plan dévié pour le calcul de l_c permet de diminuer l'énergie d'activation de ce mécanisme (figure III.19). Cependant, la recombinaison de la dislocation est nécessaire sur une longueur qui sera d'autant plus grande que les contraintes seront faibles et aura donc un coût énergétique d'autant plus élevé. Celui-ci sera encore augmenté si les dislocations sont largement dissociées. Il est souvent évoqué la présence nécessaire d'empilements de nombreuses dislocations afin de créer les contraintes internes suffisantes pour que la dislocation de tête puisse changer de plan de glissement.

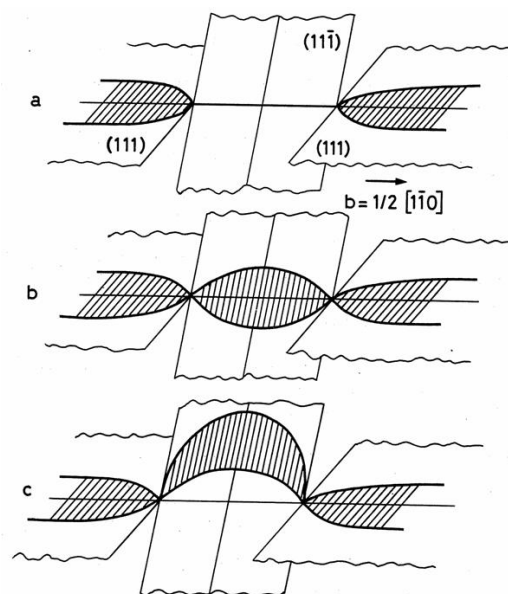


FIGURE III.19 – Représentation schématique du mécanisme de glissement dévié de Schöeck, Seeger et Wolf. (Bonneville (1985))

Modèle de Friedel et Escaig Ce modèle (Friedel (1957); Escaig (1968); Bonneville et Escaig (1979)) est illustré sur la figure III.20. La dislocation vis, dissociée dans le plan primaire,

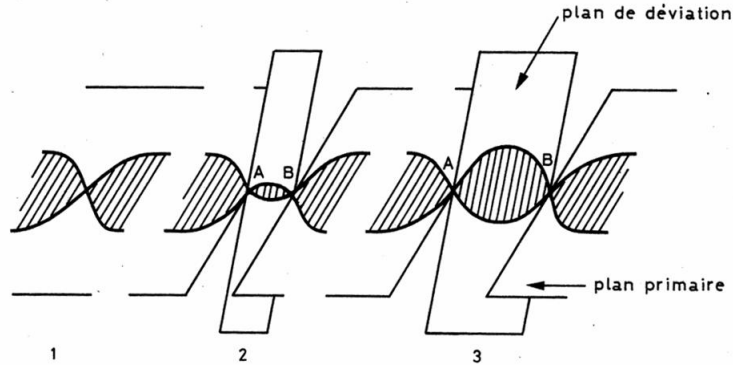


FIGURE III.20 – Modèle de Friedel-Escaig pour le glissement dévié (Bonneville (1985))

est supposée être préalablement ponctuellement constrictée. Sous l'effet de la contrainte et de l'agitation thermique, cette constriction se sépare en deux, permettant le passage du segment AB sur le plan dévié, ce segment se dissociant aussitôt. Escaig souligne que ce n'est pas la contrainte appliquée parallèlement à b dans le plan dévié (celle qui pousse la dislocation totale dans le plan dévié) qui contribue principalement à déterminer l'énergie d'activation du mécanisme mais les composantes perpendiculaires à b , dans le plan primaire et dans le plan dévié (celles qui conditionnent l'espacement entre les partielles). Ce modèle a été confirmé par des constatations expérimentales réalisées sur des cristaux de cuivre (Bonneville et Escaig (1979); Bonneville *et al.* (1988)) et de Silicium et Germanium (George *et al.* (1973); Möller *et al.* (1979), cités par Bonneville (1985); Bonneville *et al.* (1988))

Modèle de glissement dévié appliqué à la glace Une estimation de la longueur critique x^* de l'arc nécessaire pour passer d'un plan de base à un autre ($h=c=7.37\text{\AA}$) via le mécanisme de Schöck, Seeger et Wolf peut être réalisée en considérant le rayon de courbure R fait par ce segment sous la cission résolue sur le système prismatique τ_p :

$$R = \frac{\mu b}{\tau_p} \quad (\text{III.25})$$

Par des considérations géométriques, on peut écrire :

$$x^* = 2\sqrt{2cR - c^2} \quad (\text{III.26})$$

En supposant que $\tau_p = 0.01\text{MPa}$, on trouve : $x^* \approx 1\mu\text{m}$. La recombinaison de la dislocation sur une telle longueur aura, étant donnés la largeur de dissociation (240\AA) et l'énergie de faute d'empilement ($0.61 \cdot 10^{-3}\text{J.m}^{-2}$), un coût énergétique de l'ordre de 25eV , ce qui est

considérable.

Au vu de ce qu'il vient d'être dit, nous proposons donc un modèle qui correspond à l'adaptation du modèle de Friedel-Escaig à la géométrie de la glace. Nous supposons que la dislocation basale est initialement ponctuellement constrictée (figure III.21 a.), du fait d'interactions entre la dislocation et des obstacles comme des dislocations d'autres systèmes ou même des lacunes ou des impuretés. Hazzledine *et al.* (1975) et Korner *et al.* (1977) (cités par Bonnevile (1985)) ont également montré que la largeur de dissociation d'une dislocation est affectée par la proximité d'une surface. Les partielles tendent à s'aligner le long de leur direction vis respectives, ce qui entraîne soit une diminution de la largeur de dissociation, soit une augmentation.

Dans une seconde étape, comme la dislocation ne peut se dissocier dans les plans prismatiques, elle passe directement d'un plan de base à un autre par nucléation d'un double décrochement créé par l'agitation thermique. (figure III.21 b.).

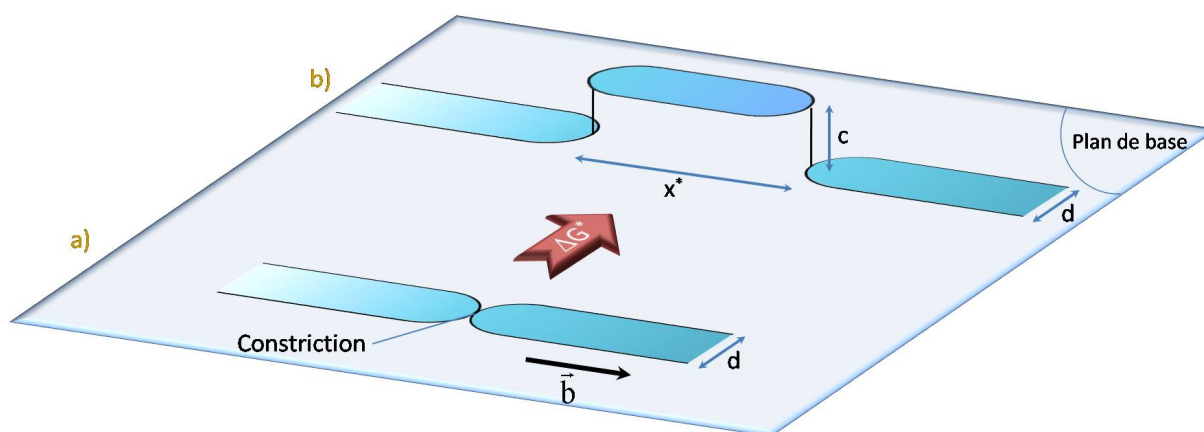


FIGURE III.21 – Mécanisme de glissement dévié envisagé dans la glace.

L'énergie d'activation de ce mécanisme peut s'écrire :

$$\Delta G = 2 \underbrace{\frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} c}_{A} + \underbrace{d^2 \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \gamma}_{B} - \underbrace{\frac{\mu b^2 c^2}{8\pi x} \frac{1+\nu}{1-\nu}}_{C} - \underbrace{\tau_p b c x}_{D} \quad (\text{III.27})$$

où x est la largeur du double décrochement, d la largeur de dissociation et γ , l'énergie de faute d'empilement. Le terme A de l'équation III.27 correspond à l'énergie de ligne des deux segments coin prismatiques ((Hirth et Lothe, 1982, p. 159)). Le terme B représente le coût énergétique lié à la forme de la dissociation ; nous avons considéré ici une géométrie semi-circulaire. Les deux termes suivants, qui tendent à minimiser cette énergie d'activation sont respectivement l'énergie d'interaction entre les deux segments coin de même signe et le travail de la contrainte dans les plans prismatiques, supposée constante sur la hauteur c .

Sur la figure III.22, nous avons tracé l'évolution de ΔG en fonction x pour les valeurs des

différents paramètres qui figurent dans le tableau placé à côté.

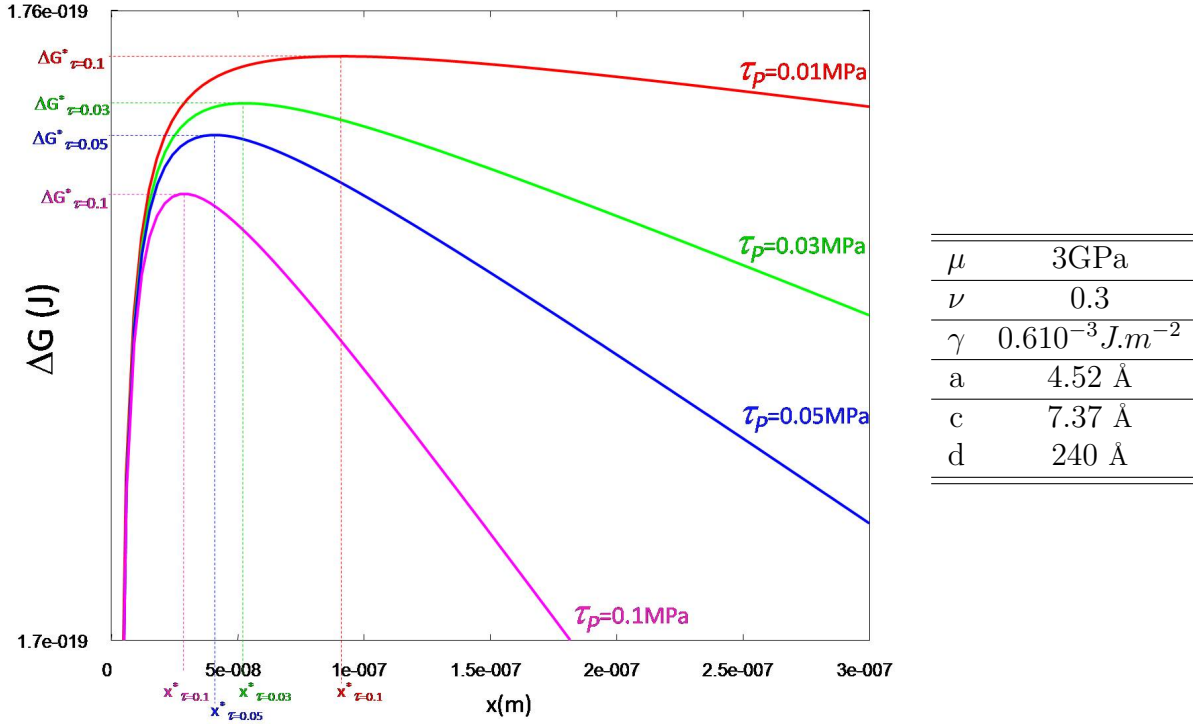


FIGURE III.22 – Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la largeur du double décrochement.

Cette énergie sera maximale pour :

$$\frac{\partial E}{\partial x} = 0 \Leftrightarrow \frac{\mu b^2 c^2}{8\pi x^2} \frac{1+\nu}{1-\nu} - \tau_p bc = 0 \quad (\text{III.28})$$

Ce qui permet d'exprimer la taille de cran critique x^* comme :

$$x^* = \sqrt{\frac{\mu bc(1+\nu)}{8\pi(1-\nu)\tau_p}} \quad (\text{III.29})$$

Une application numérique avec les valeurs des paramètres du tableau de la figure III.22 pour τ_p donne :

$$x^* = 8.5710^{-8} m \approx 190b$$

Cette valeur apparait certes très grande mais la largeur de dissociation étant très grande aussi, on obtient un rapport $\frac{x^*}{d} \approx 3.57$, ce qui donne un facteur de forme raisonnable pour le cran.

A partir des équations III.27 et III.29, on est en mesure d'exprimer l'énergie d'activation comme :

$$\Delta G^*(\tau_p) = \Delta G(x^*, \tau_p) = A' - B' \sqrt{\tau_p} \quad (\text{III.30})$$

III.4. LES APPORTS DES SIMULATIONS EN DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DISCRÈTES

avec

$$A' = 2 \frac{\mu b^2}{4\pi(1-\nu)} c + d^2 \left(1 - \frac{\pi}{4}\right) \quad (\text{III.31})$$

$$\text{A.N. : } A' = 1.76 \cdot 10^{-19} \text{ J} \approx 1.1 \text{ eV}$$

et

$$B' = 2 \sqrt{\frac{\mu b^3 c^3 (1+\nu)}{8\pi(1-\nu)}} \quad (\text{III.32})$$

A.N. : $B' = 5.68 \cdot 10^{-24} \text{ J.Pa}^{-1/2}$ Cette fonction $\Delta G^*(\tau_P)$ est tracée en figure III.23.

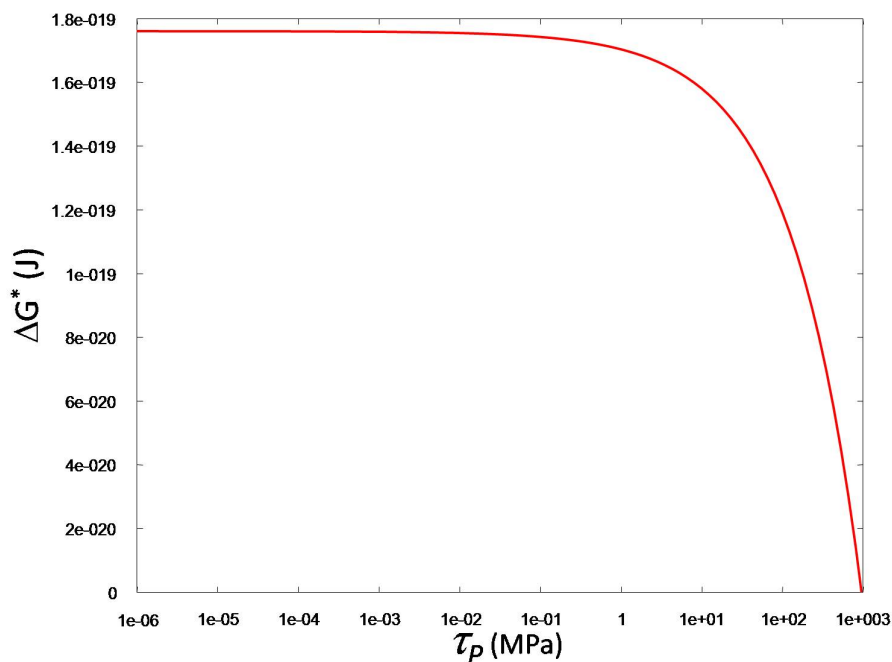


FIGURE III.23 – Evolution de l'énergie d'activation du glissement dévié, en fonction de la cission résolue sur le système prismatique, τ_P .

On peut remarquer que $A' \gg B' \sqrt{\tau_P}$ tant que $\tau_P < 10 \text{ MPa}$. Par conséquent, tant que τ_P n'a pas atteint cette valeur, l'énergie d'activation est essentiellement déterminée par des facteurs géométriques liés à la hauteur du double décrochement d'une part (terme A de l'équation III.27) et aux paramètres intervenant dans la dissociation d'autre part (terme B de l'équation III.27). Si la hauteur du double décrochement ne peut être réduite, en revanche, on constate qu'une valeur de la largeur de dissociation inférieure de 10% à celle utilisée implique une diminution de $\approx 11.5\%$ de la valeur du terme A, qui passe sous 1eV.

III.4.3.2 Vitesse des dislocations vis prismatiques

Il est possible d'associer à ce mécanisme une vitesse des dislocations vis dans les plans prismatiques :

$$v_P = \underbrace{\nu_D \frac{b}{x^*}}_{\text{fréquence d'attaque}} \frac{L}{x^*} c \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (\text{III.33})$$

où $\nu_D = 10^{13} s^{-1}$ est la fréquence de Debye et L , la longueur de la dislocation. Ainsi le terme $\nu_D \frac{b}{x^*}$ représente la “fréquence d'attaque”, le nombre de tentatives par unité de temps pour changer de plan de glissement. le rapport $\frac{L}{x^*}$ représente lui le nombre de sites où peuvent se produire ces tentatives.

III.4.3.3 Vitesse des dislocations vis basales

Le modèle de glissement dévié présenté précédemment nous permet d'estimer la vitesse des dislocations vis sur les plans prismatiques. Pour ce qui est de la mobilité des dislocations vis basales, nous utiliserons les données expérimentales présentées dans le chapitre précédent (page 24). Nous prendrons comme vitesse des dislocations vis basales :

$$v_b = \tau_b A \exp\left(-\frac{\Delta G_b}{kT}\right) \quad (\text{III.34})$$

Avec $A = 1.5 \cdot 10^{15} \mu m \cdot s^{-1} \cdot MPa^{-1}$ et $\Delta G_b = 0.756 eV$ (Okada *et al.* (1999))

Les lois de vitesse pour les dislocations vis basales et prismatiques sont tracées en fonction de la contrainte sur la figure III.24, pour $T=263K$ et $L = 500 \mu m$ (cf figure II.11 page 19) . On s'aperçoit qu'à cission résolue égale sur les deux systèmes, les dislocations basales sont $\approx 10^8$ fois plus rapides que les dislocations prismatiques dans la gamme de contraintes considérée, en accord avec la très forte anisotropie et la quasi-inexistence de déformation par glissement prismatique constatées expérimentalement (figure II.15 page 23).

III.4.4 Mobilité des dislocations dans le code DDD

Les lois de vitesse précédemment évoquées pour le glissement des dislocations vis basales et prismatiques sont des lois traduisant des mouvements de dislocations à l'échelle atomique. Or les simulations par dynamique des dislocations discrètes doivent traduire ce comportement à une échelle supérieure, classiquement de l'ordre de $10^{-6} m$ et pour des pas de temps de l'ordre de $10^{-6} s$. Au cours d'un pas de temps, la DDD permet de déplacer chaque dislocation uniquement suivant un système de glissement alors qu'en réalité, il s'est produit à l'échelle atomique une succession de déplacements, éventuellement dans des plans de glissement différents. Il faut donc que les déplacements successifs simulés en DDD traduisent

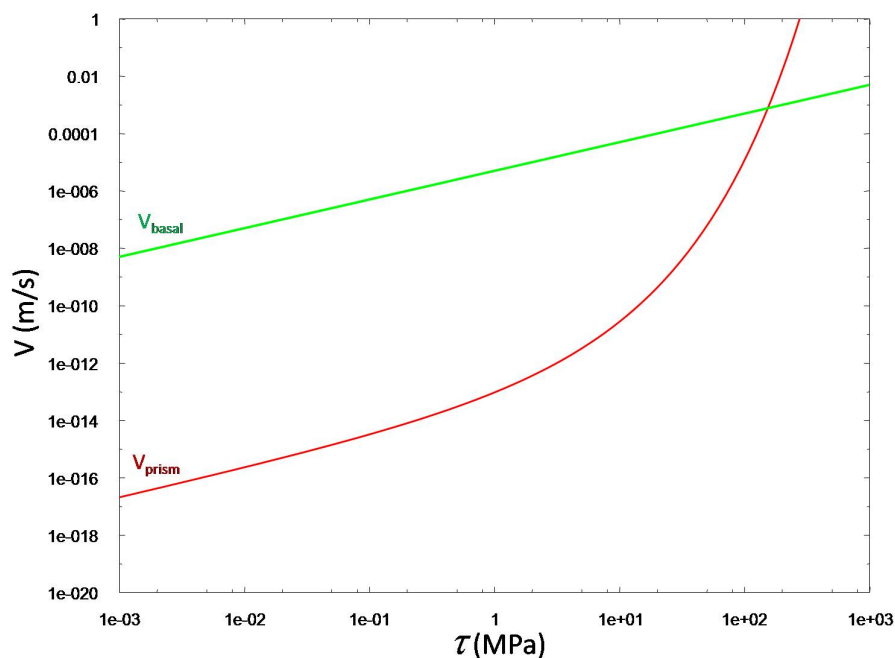


FIGURE III.24 – $v_b(\tau)$ issue d’observations expérimentales (Okada *et al.* (1999)) et $v_P(\tau)$ issue du modèle de glissement dévié.

en moyenne les déplacements successifs se produisant à l’échelle atomique. Deux ingrédients doivent entrer en jeu pour rendre compte de ce phénomène d’échelle : le choix du plan de glissement d’une part et la vitesse des segments d’autre part.

III.4.4.1 Algorithme à temps de résidence

Dans ce but, nous utilisons un algorithme à temps de résidence, comme cela a déjà été utilisé auparavant dans le travail de J. Chaussidon (Chaussidon (2007)).

Vitesses des dislocations Considérons p_1 et p_2 les probabilités par unité de temps de glisser respectivement sur le plan primaire (basal) et sur le plan dévié (prismatique). Le temps moyen d’attente pour qu’un évènement se produise (glissement basal ou prismatique) s’écrit :

$$\langle t \rangle = \frac{1}{p_1 + p_2} \quad (\text{III.35})$$

D’autre part, on peut écrire la vitesse des dislocations comme :

$$v_1 = d_1 p_1 \quad (\text{III.36a})$$

$$v_2 = d_2 p_2 \quad (\text{III.36b})$$

où d_1 et d_2 sont les distances parcourues respectivement dans les plans 1 et 2 au cours d'un déplacement élémentaire (typiquement la distance entre deux vallées de Peierls). On a donc : $d_1 = a\sqrt{3}$ et $d_2 = c$.

Si la dislocation glisse sur le plan 1, elle le fera avec une vitesse :

$$V_1 = \frac{d_1}{\langle t \rangle} = d_1(p_1 + p_2) \quad (\text{III.37a})$$

$$V_1 = v_1 + \frac{d_1}{d_2} v_2 \quad (\text{III.37b})$$

$$V_1 = v_1 + \frac{a\sqrt{3}}{c} v_2 \quad (\text{III.37c})$$

De la même façon, si la dislocation glisse sur le plan 2, elle le fera avec une vitesse :

$$V_2 = \frac{d_2}{\langle t \rangle} = d_2(p_1 + p_2) \quad (\text{III.38a})$$

$$V_2 = \frac{d_2}{d_1} v_1 + v_2 \quad (\text{III.38b})$$

$$V_2 = \frac{c}{a\sqrt{3}} v_1 + v_2 \quad (\text{III.38c})$$

Notons que $\frac{c}{a\sqrt{3}} \approx \frac{a\sqrt{3}}{c} \approx 1$ et que par conséquent :

$$V_1 \approx V_2 \approx v_1 + v_2 \quad (\text{III.39})$$

Choix du plan de glissement A chaque mouvement, la probabilité P_1 pour une dislocation de choisir le plan primaire s'écrit :

$$P_1 = \frac{p_1}{p_1 + p_2} = \frac{1}{1 + \frac{p_2}{p_1}} \quad (\text{III.40})$$

D'après les équations III.36 et III.40, on peut écrire :

$$P_1 = \frac{1}{1 + \frac{d_1}{d_2} \frac{v_2}{v_1}} \quad (\text{III.41a})$$

$$P_1 = \frac{1}{1 + \frac{a\sqrt{3}}{c} \frac{v_2}{v_1}} \quad (\text{III.41b})$$

soit

$$P_1 \approx \frac{1}{1 + \frac{v_2}{v_1}} \quad (\text{III.42})$$

La probabilité P_2 d'occurrence du glissement prismatique s'écrit quant à elle :

$$P_2 = 1 - P_1 \quad (\text{III.43})$$

A partir de l'équation III.41 et des expressions de $v_1(\tau_b)$ et $v_2(\tau_p)$, il est possible de quantifier la proportion de glissement basal et prismatique en fonction de τ_b et τ_p comme cela est fait sur la figure III.25.

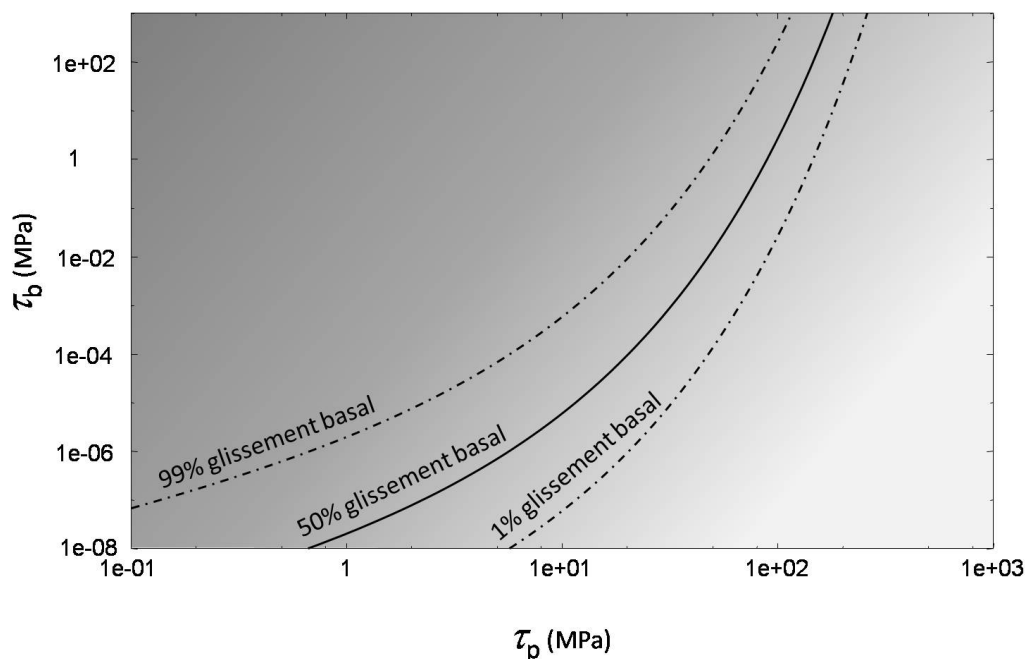


FIGURE III.25 – Carte permettant d'estimer la proportion de glissement basal et prismatique, suivant l'état de contrainte du système.

Cette représentation illustre bien le fait que lorsque la contrainte effective dans les plans de base tend vers 0 et lorsque celle dans les plans prismatiques augmente, la probabilité que du glissement dévié se produise devient de plus en plus forte. Or c'est précisément l'évolution attendue de l'état de contrainte au cours de la déformation en torsion, lorsqu'une source émet des dislocations dans un même plan de base. En effet, du fait de l'empilement de dislocations vis qui se crée dans les plans de base, les contraintes internes basales viennent compenser la contrainte appliquée et les contraintes internes prismatiques augmentent progressivement. On est donc dans un cas où la probabilité que du glissement dévié se produise devient de plus en plus importante.

III.4.4.2 Algorithme de glissement dévié

Puisque le glissement dévié semble envisageable, nous l'intégrons au niveau du code DDD, en considérant l'algorithme suivant, également synthétisé en figure III.26. A chaque pas,

pour chaque segment vis, la probabilité P_1 est calculée à partir de l'équation III.41. Cette probabilité est ensuite comparée à un nombre r tiré aléatoirement entre 0 et 1. Si $P_1 < r$, la dislocation glisse sur le plan de base à la vitesse V_1 calculée par l'équation III.37. Dans le cas contraire, elle glisse sur le plan prismatic à la vitesse V_2 calculée par l'équation III.38c et retrouve un caractère basal à la fin du pas pour traduire le fait que la dislocation se redissocie immédiatement dans les plans de base, même si cela n'intervient aucunement dans les calculs ultérieurs de probabilité.

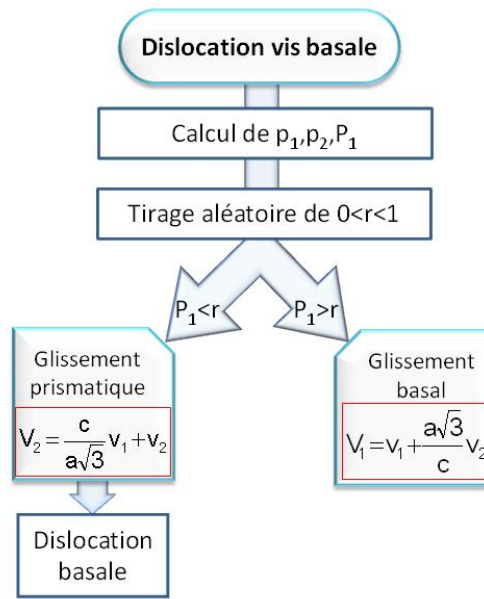


FIGURE III.26 – Algorithme de glissement dévié implémenté dans le code DDD.

III.4.4.3 Adaptation des paramètres de simulation

Pour des raisons de stabilité numérique, et afin que la physique ne soit pas biaisée, les échelles spatiales et temporelles doivent être correctement adaptées. Les critères suivant sont à considérer :

- * La longueur de discrétisation, xl , et le pas de temps Δt doivent être tels que la dislocation puisse se déplacer de xl , le plus petit déplacement possible, pour des contraintes suffisamment faibles.

$$v_b(\tau_{min}) \cdot \Delta t \geq xl \quad (\text{III.44})$$

- * En cas de forte contrainte locale, pour des raisons de stabilité numérique, le déplacement maximal ne doit pas être trop important (typiquement $150 xl$), on plafonnera donc la vitesse de façon à ce que :

$$v_{b-MAX} \cdot \Delta t \leq 150xl \quad (\text{III.45})$$

* La contrainte créée par une dislocation à une distance xl de celle-ci doit rester inférieure à la contrainte τ_{max} conduisant au déplacement maximal

$$\frac{\mu b}{8\pi xl} \leq \tau_{max} \quad (\text{III.46})$$

En fixant $\tau_{min} = 0.004MPa$ et $v_{b-MAX} = 5 \cdot 10^{-5}m/s (\Leftrightarrow \tau_{max} = 10MPa)$, un couple permettant de vérifier l'équation III.46 est :

xl	δt
450 Å $\approx 100b$	2.25 s

TABLE III.3 – Paramètres de simulation

Nous pouvons remarquer que ces valeurs sont grandes comparées à celles habituellement utilisées en DDD pour d'autres matériaux ($xl \approx 10b$ et $\Delta t \approx 10^{-9}s$).

III.4.4.4 Vitesses des dislocations coin

Les vitesses des dislocations vis, basales ou prismatiques ont été déterminées précédemment. En ce qui concerne les dislocations coin non basales, d'après les observations réalisées (cf figure II.17 page 26), nous assignerons à ce type de dislocations une vitesse :

$$v_{cp} = 10 \times v_b \quad (\text{III.47})$$

avec v_b telle que définie par l'équation III.34.

Pour les dislocations coin basales, étant donné que leur densité est très faible et que nous ne possédons pas d'informations concernant leur mobilité, on leur attribuera arbitrairement une vitesse :

$$v_{cp} = 2 \times v_b \quad (\text{III.48})$$

Nous avons choisi une vitesse supérieure à celle des dislocations vis basales pour que les parties coin contribuent à l'extension de ces dernières.

III.4.4.5 Configuration numérique

Dans les simulations que nous avons réalisées, nous nous sommes placés dans une configuration simplifiée permettant d'étudier le mécanisme de multiplication par glissement dévié en lui-même. Pour cela, sauf mention contraire, nous considérerons la génération initiale de dislocations dans deux plans de base espacés de $50\mu m$, par deux sources de même vecteur de Burgers, situées du même côté de l'axe. Le diamètre du cylindre simulé est de 2mm et sa

hauteur de 3mm. Le nombre de segments simulés va en général jusqu'à environ 80000.

III.4.5 Fluage en torsion de la glace monocristalline simulé en DDD

Nous étudions ici l'influence du glissement dévié sur la plasticité de la glace déformée en torsion grâce à des simulations en DDD, pour lesquelles nous avons intégré le mécanisme de multiplication à travers l'algorithme explicité auparavant. Cela permet de véritablement obtenir du fluage et d'étudier l'influence de la contrainte sur la vitesse de déformation.

III.4.5.1 Effet du glissement dévié sur les courbes $\gamma = f(t)$

Les simulations tenant compte du glissement dévié révèlent que ce mécanisme peut effectivement se produire, permettant la multiplication des dislocations basales et ainsi la propagation de la déformation à un autre plan de base. Il est donc possible d'observer du fluage, comme cela est illustré par la figure III.27. L'évolution de la microstructure de dislocations correspondante est représentée en figure III.28.

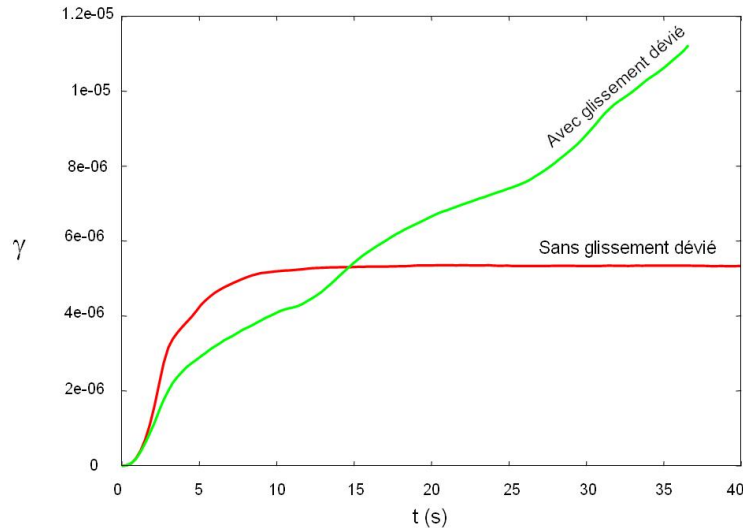


FIGURE III.27 – Simulation en torsion de monocristaux de glace avec et sans sans glissement dévié. Les simulations ont été réalisées pour une configuration simplifiée avec 2 plans espacés de $100\mu m$ contenant six sources chacun.

III.4.5.2 Loi de fluage

Nous avons réalisé des simulations pour différents niveaux de contrainte (τ_{max} de 0.1 à 0.15MPa) afin d'étudier la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation. Pour

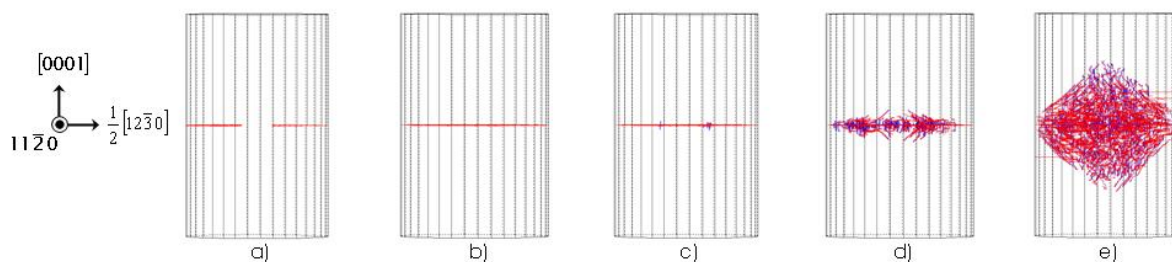


FIGURE III.28 – Evolution de la microstructure de dislocation au cours du fluage pour une configuration initiale de deux plans de base contenant chaque une source de dislocation.

l'ensemble de ces simulations, les courbes obtenues sont du type de celle présentée en figure III.27 (cas avec glissement dévié). L'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée en périphérie du cylindre est présentée en figure III.29, simultanément aux résultats obtenus expérimentalement. Bien qu'expérimentalement aucun état de fluage stationnaire n'ait été mis en évidence et que $\dot{\gamma}$ augmente avec γ , du fait que nous considérons des temps relativement courts, $\dot{\gamma}$ a été calculé par linéarisation de la courbe de fluage une fois passée la phase d'empilement. Comme cela a été signalé auparavant, les valeurs des vitesses de déformations obtenues numériquement ne peuvent être comparées aux valeurs expérimentales en raison du paramètre V intervenant dans le calcul de la déformation (relation III.24). En ajustant ce paramètre, résultats numériques et expérimentaux peuvent être représentés par une loi du type :

$$\dot{\gamma} \propto \tau^n \quad (\text{III.49})$$

Avec $n=2.4$, ce qui correspond à la partie supérieure de la fourchette usuellement considérée qui donne n compris entre 1.5 et 2.5 (cf partie II.3.2 page 22).

III.4.6 Autres mécanismes de multiplication envisageables

III.4.6.1 Multiplication par intersection des arbres de la forêt

Ce mécanisme se produit lorsqu'une dislocation va intersecter des dislocations non basales, à composante vis non nulle. Supposons une densité de dislocations de la forêt, réparties de façon homogène, de l'ordre de $10^7 m^{-2}$. En supposant une déformation homogène dans les plans de base, on peut écrire :

$$\gamma = \rho b x \quad (\text{III.50})$$

où x est le déplacement moyen des dislocations.

Le nombre de dislocations de la forêt qui sont intersectées est :

$$N_f = \frac{x}{\rho_f^{-1/2}} \quad (\text{III.51})$$

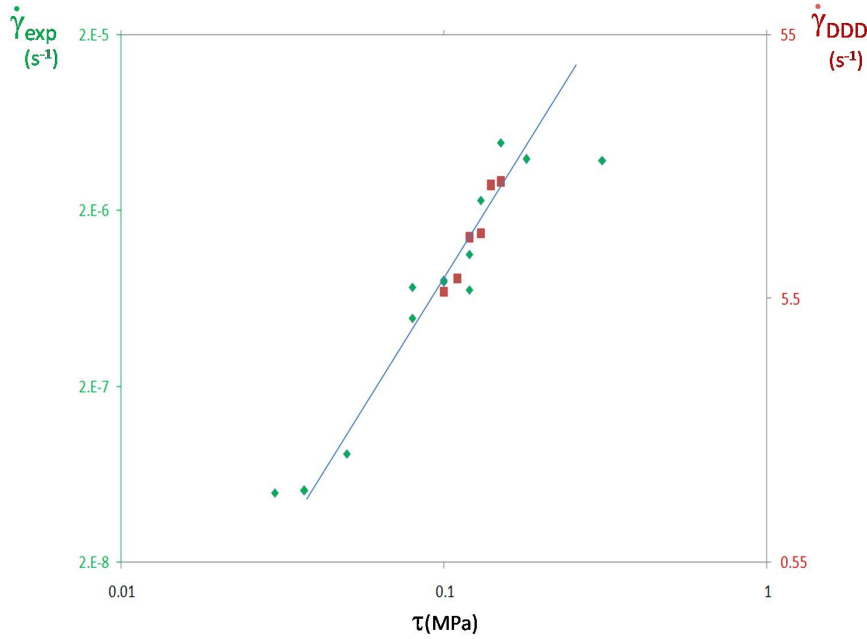


FIGURE III.29 – Evolution de la vitesse de déformation en torsion obtenue en DDD et expérimentalement ($\tau = 5\%$), en fonction de la contrainte appliquée en périphérie du cylindre. Une courbe du type $\dot{\gamma} \propto \tau^{2.4}$ a également été tracée.

Ce qui conduit à un épaississement dans la direction de l'axe c :

$$\Delta z = N_f \cdot c \quad (\text{III.52})$$

Si on suppose une déformation de 30% et une densité de dislocations basales de $10^{10} m^{-2}$, on obtient $x = 6.7 \cdot 10^{-2} m$, soit $N_f = 210$, conduisant à un épaississement $\Delta z = 1.5 \cdot 10^{-7} m$ qui est très faible en comparaison de ce qui a pu être observé expérimentalement (Montagnat *et al.* (2006)).

III.4.6.2 Montée des dislocations

La montée par nucléation et croissance d'un décrochement est d'un certain point de vue similaire au glissement de dislocation par nucléation et croissance de cran. Cependant, une différence majeure existe entre les deux mécanismes, la montée étant dépendante de la diffusion de défauts ponctuels (lacunes et interstitiels), en plus des forces élastiques.

Nous avons initialement écarté la possibilité pour les dislocations de monter du fait que la torsion est entièrement accommodée par des dislocations vis. Cependant, n'oublions pas que ces dislocations sont largement dissociées en deux partielles de Shockley à 30° , qui possèdent donc un caractère mixte et qui sont par conséquent susceptibles de monter. On pourrait donc envisager que le double cran nécessaire au passage d'une dislocation d'un plan de base à un

III.4. LES APPORTS DES SIMULATIONS EN DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DISCRÈTES

autre soit créé non pas par glissement dévié mais par montée des partielles. Un mécanisme issu des travaux de Thomson et Balluffi (1962a,b) est décrit par (Hirth et Lothe, 1982, p583), comme cela est illustré sur la figure III.30 pour le cas des matériaux CFC ou sur la figure III.31 pour l'adaptation de ce mécanisme à la glace. Dans un premier temps, des lacunes ou des interstitiels sont absorbés par la dislocation partielle (a,b) puis fusionnent pour former une boucle prismatique hors du plan de glissement de la dislocation (c). Le segment ayant monté se redissocie alors dans un nouveau plan de base (d) et, sous l'effet de la contrainte, les segments coin prismatiques glissent et contribuent ainsi à l'extension de la dislocation (d à f). Cet allongement mène à l'alignement de la ligne de dislocation avec sa direction vis. Notons que ce mécanisme serait, comme le mécanisme de glissement dévié en accord avec l'observation de segments coin non basaux plus rapides. Glissement dévié et montée apparaissent donc comme similaires, la différence essentielle étant liée au fait que la montée va être régie par la diffusion des défauts ponctuels et l'on peut donc s'attendre à ce qu'elle soit plus lente et donc moins probable.

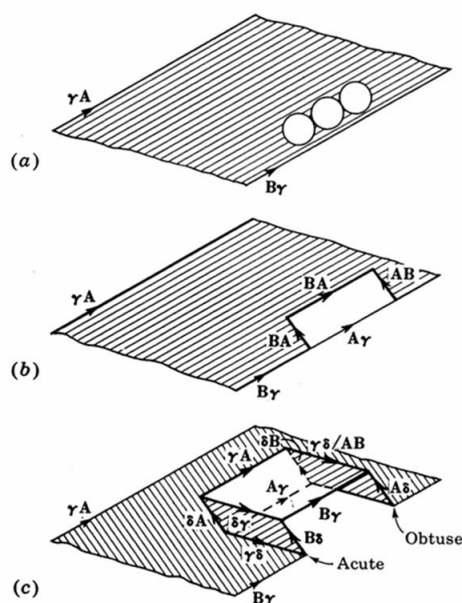


FIGURE III.30 – Représentation schématique du mécanisme

Une manière de discriminer les deux mécanismes est de réaliser une expérience de torsion-compression sur des échantillon dont l'axe c correspond à l'axe de torsion et de compression. En effet, dans cette configuration, le facteur de Schmid reste nul pour les systèmes prismatiques $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ et la compression n'apporte donc pas de contribution au glissement dévié. En revanche, la diffusion étant sensible à la pression hydrostatique, la compression devrait favoriser la montée des dislocations.

La figure III.32 présente les courbes de fluage obtenues pour deux expériences réalisées sur des échantillon similaires ($\varnothing=h=43\text{mm}$, même temps de sublimation), l'une en torsion simple

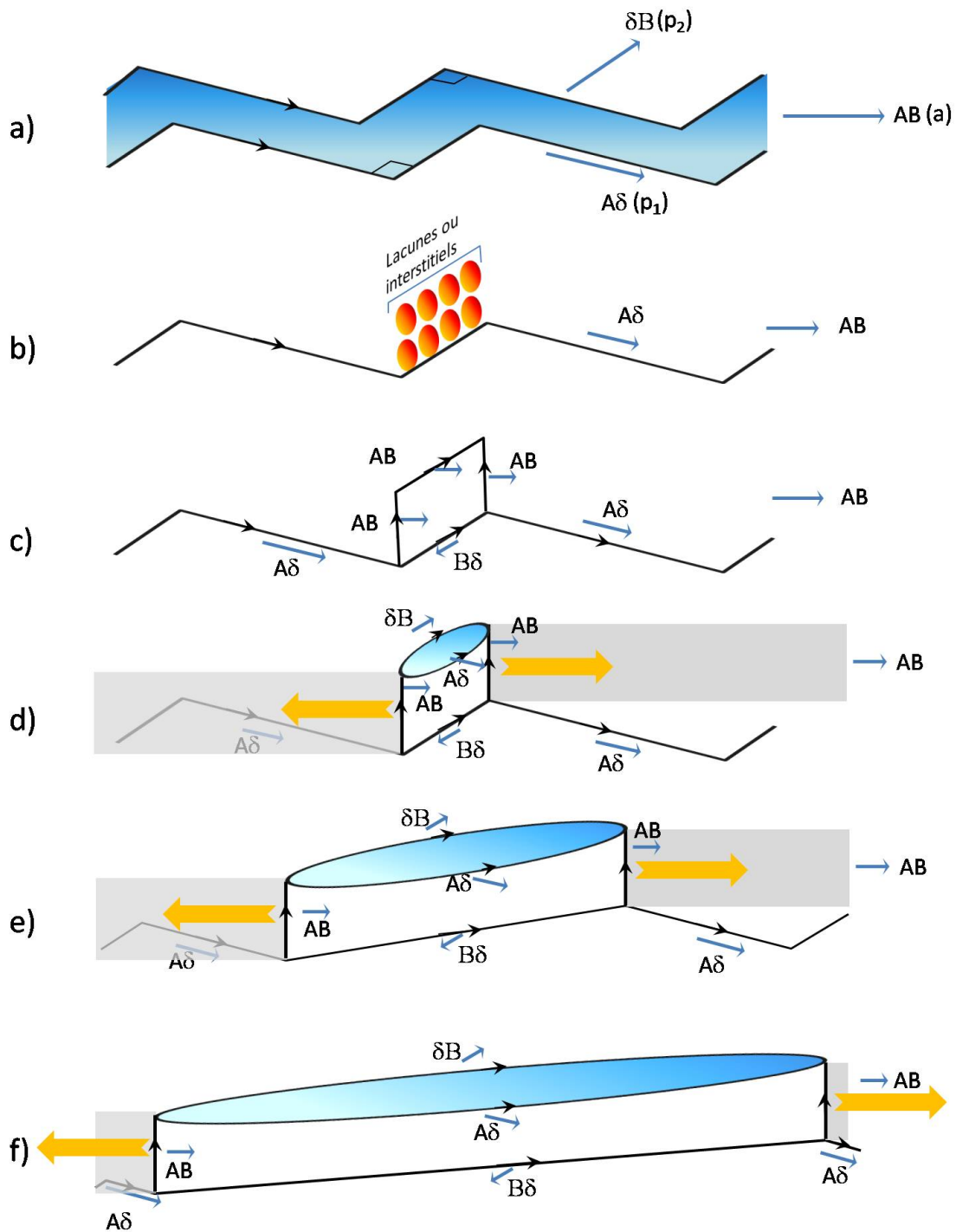


FIGURE III.31 – Mécanisme de montée envisagé dans la glace. Pour la description des étapes, se reporter au texte. Pour améliorer la compréhension, la dislocation partielle est discrétisée en segments vis et coin. A partir de b., seule la partielle de tête est représentée.

($\tau_{max} = 0.12MPa$), l'autre en torsion compression ($\tau_{max-TORSION} = 0.12MPa, \sigma > 1MPa$).

On constate que la vitesse de déformation pour l'échantillon déformé en torsion-compression

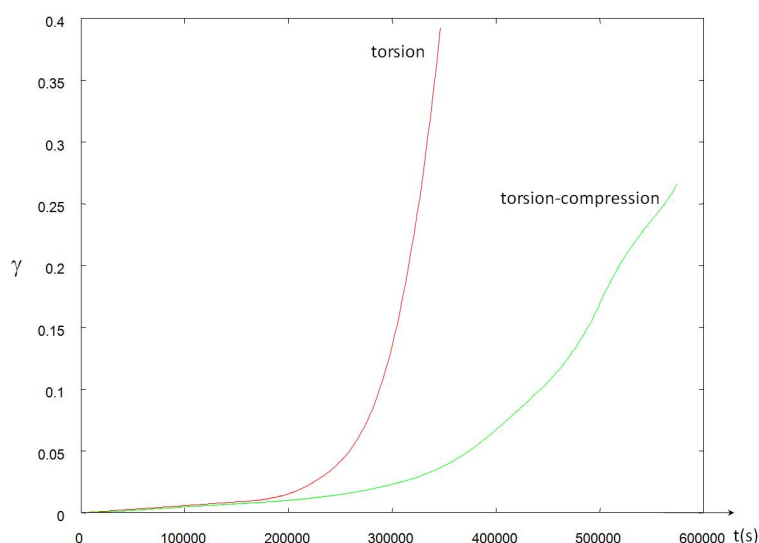


FIGURE III.32 – Courbes de fluage obtenues pour deux échantillons de dimensions $\varnothing=h=43\text{mm}$, d'état de surface similaire (temps de sublimation=5h) déformés en torsion ($\tau_{max} = 0.12\text{MPa}$) et torsion compression ($\tau_{max} = 0.12\text{MPa}$, $\sigma > 1\text{MPa}$).

est inférieure à celle que l'on peut constater pour la torsion simple. On remarque également que la vitesse de déformation obtenue pour l'essai de torsion-compression diminue vers 15% de déformation.

Pour expliquer ces différences de comportement entre les deux essais, on peut évoquer l'existence de frottements dans le cas de la torsion-compression. Cependant, la surface en contact pour l'application de la compression est petite (et préalablement lubrifiée) et les frottements ne semblent pas pouvoir expliquer une telle différence, d'autant plus que cela ne permettrait pas de justifier l'érouissage précocement observé.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, si la différence de comportement était due à la montée des dislocations, cela aurait dû entraîner une augmentation de la vitesse de déformation et non sa diminution puisqu'elle devrait faciliter la formation des segments prismatiques et donc la multiplication des dislocations basales.

Une autre hypothèse que l'on peut émettre est que la composante de compression permet l'activation de systèmes de glissement pyramidaux de vecteurs de Burgers $\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Ces segments constituent alors des obstacles au glissement des dislocations basales et expliquerait ainsi le comportement observé par l'existence d'un érouissage latent.

III.4.7 Discussion et conclusions sur l'étude par DDD

La modélisation en DDD a permis d'étudier un mécanisme particulier de multiplication des dislocations en se basant sur des évidences expérimentales et des considérations théoriques. Le glissement dévié de dislocations basales sur les plans prismatiques est considéré et la mobilité des dislocations est traduite par un algorithme à temps de résidence en tenant compte des lois de vitesses issues d'observations expérimentales ou du modèle de glissement dévié. Suivant ce mécanisme, la multiplication des dislocations, et donc le fluage, est rendu possible grâce à la mobilité des dislocations hors des plans de base, dont la force motrice est créée par les contraintes internes générées par les dislocations basales. Ce mécanisme permet de retrouver un exposant de la loi de fluage en accord avec les résultats expérimentaux, en dépit d'une gamme de contraintes assez étroite. En revanche, les temps relativement courts qui sont considérés en DDD et la configuration simplifiée considérée (deux plans de base initiaux) ne permettent pas de vérifier que ce mécanisme permet de reproduire l'accélération de la déformation constatée expérimentalement.

On peut remarquer que le mécanisme est "auto-entretenu" dans la mesure où le glissement basal conduit à la création de contraintes internes qui engendrent le glissement dévié, lui-même à l'origine de glissement de dislocations dans un nouveau plan de base et ainsi de suite.

Notons également que le processus de multiplication des dislocations basales par glissement dévié que nous proposons n'est pas en contradiction avec les mécanismes proposés jusqu'alors. Au contraire, ce mécanisme permet d'offrir une trame générale dans laquelle les mécanismes très spécifiques mis en évidence par topographie X peuvent s'inscrire. Ce mécanisme est notamment en accord avec le fait que l'accommodation de la déformation est réalisée par les dislocations basales $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$. De plus, la contribution de segments coin, non basaux et se déplaçant plus rapidement, à l'extension des dislocations basales est également inhérent au mécanisme. Nous insistons sur le fait que même si la contribution des dislocations non basales à la déformation totale est peu significative, ces segments sont indispensables à la multiplication des dislocations basales et donc à la pérennité de la déformation en fluage.

Signalons en revanche que si [Hondoh *et al.* \(1990\)](#) et [Shearwood et Whitworth \(1993\)](#) supposent que les dislocations vis $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ sont immobiles, nous soutenons au contraire que la mobilité des dislocations de vecteur de Burgers $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ est essentielle dans les plans prismatiques. Cependant, ces dislocations ne glissent pas à proprement parler dans ces plans mais se déplacent d'un plan de base à un autre (faible distance) avec une faible vitesse apparente. Par conséquent, ce mouvement n'est peut-être pas décelable sur les topogrammes.

Le glissement dévié des dislocations basales apparaît donc clairement comme le mécanisme limitant la plasticité de la glace : sans glissement dévié, il n'est pas possible de multiplier

III.4. LES APPORTS DES SIMULATIONS EN DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DISCRÈTES

les dislocations basales et donc d'expliquer le fluage. L'énergie d'activation associée à ce mécanisme va donc déterminer la vitesse de déformation en début d'essai en limitant le déclenchement des premiers événements de glissement dévié. En revanche, une fois la multiplication initiée, glissement basal et non basal se déroulent simultanément et l'énergie d'activation apparente n'est pas celle du mécanisme le plus lent, comme cela est le cas pour des mécanismes intervenant en série. L'énergie d'activation est dans ce cas très proche du mécanisme se produisant le plus fréquemment, le glissement basal dans notre cas. Cette énergie d'activation apparente pouvant être influencée (augmentée) par l'autre mécanisme si au cours de la déformation il existe des périodes où la poursuite de la déformation par le mécanisme prépondérant (glissement basal) nécessite le mécanisme le plus difficile (glissement dévié). Cela pourrait donc expliquer la valeur de l'énergie d'activation obtenue expérimentalement, très proche de la valeur donnée pour le glissement de dislocations vis basales individuelles, même si cette valeur doit être considérée avec les précautions qui ont été évoquées.

Un modèle tel que celui de [Louchet \(2004b\)](#) pour expliquer l'exposant de la loi de fluage (cf section [II.3.3.3](#), page [26](#)) ne peut donc être appliqué directement dans notre cas. La principale hypothèse mise en défaut dans notre cas est justement que la multiplication des dislocations basales, bien que dépendante de la formation des segments coin prismatiques par glissement dévié, fait également en grande partie intervenir les lois régissant le glissement basal et la production des dislocations basales ne peut-être considérée comme directement proportionnelle au produit de la vitesse des dislocations non-basales par leur vitesse.

Les principales limites du modèle DDD est qu'en raison des temps de calculs importants des simulations, il n'est possible d'effectuer que des simulations sur des temps relativement courts, pour des échantillons de petites dimensions et pour des configurations simplifiées. On peut donc s'interroger sur la validité des mécanismes suggérés aux échelles supérieures. La partie qui suit permet d'aborder la plasticité de la glace en considérant la multiplication des dislocations et leurs interactions de manière phénoménologique et d'ainsi modéliser le comportement de la glace en fluage pour des dimensions et des temps qui correspondent aux essais qui ont été réalisés.

Le chapitre [IV](#) permettra de revenir sur la manière dont la DDD prend en compte le comportement collectif des dislocations par l'analyse des hétérogénéités de déformation qui se développent au cours du fluage et de l'intermittence de la déformation.

III.5 Modèle basé sur la mécanique des champs de dislocations

Comme nous venons de le voir, la DDD bien qu'idéale pour l'étude de mécanismes spécifiques n'est pas en mesure, pour des raisons de capacités de calculs, de reproduire le comportement plastique macroscopique. De plus, toute extrapolation à des échelles supérieures par des opérations de moyenne doit être réalisée avec beaucoup de prudence en raison du comportement collectif des dislocations qui peut entraîner l'émergence de propriétés invariantes d'échelles.

On ressent donc la nécessité d'un modèle pouvant décrire la plasticité à l'échelle macroscopique qui reproduise également les hétérogénéités de déformations et tienne donc compte de leur origine : les contraintes internes. Nous présentons ici un tel modèle, issu d'une théorie récente basée non plus sur une description des dislocations individuelles mais sur la considérations de champs continus de dislocations (Acharya (2001)). Une particularité de ce modèle est qu'il réside également sur la distinction entre deux populations de dislocations : d'une part **les dislocations géométriquement nécessaires** qui accommodent les incompatibilités de réseau au cours de la déformation et sont responsables de la création de contraintes internes et d'autre part, **les dislocations statistiquement réparties** dont la distribution et la nature sont aléatoires et n'apportent pas, en moyenne, de contribution aux contraintes internes. On peut remarquer que cette distinction apparaissait déjà de manière sous-jacente dans l'analyse faite du mécanisme de multiplication par glissement dévié dans le cas de la torsion. En effet, les dislocations vis basales accommodent la déformation et sont à l'origine de la création des contraintes internes tandis que les dislocations coin prismatiques se compensent en moyenne et ne contribuent qu'à la multiplication des dislocations basales. La torsion de la glace monocristalline apparaît donc comme un cas d'étude idéal pour ce type de modèles.

Dans un premier temps, nous présenterons les principes de base du modèle et sa simplification utilisée pour modéliser la plasticité de la glace, développée par V. Taupin au cours de sa thèse (Taupin, 2007). Pour une présentation exhaustive du modèle et la description des méthodes de résolution numérique, se reporter à Acharya (2001); Taupin (2007); Fressengeas (2007).

Nous verrons ensuite, à travers quelques applications du modèle (torsion, vieillissement, effets de taille), les interprétations qui peuvent être faites du comportement mécanique de la glace.

III.5.1 Présentation du modèle

III.5.1.1 Dislocations géométriquement nécessaires et dislocations statistiquement réparties

La façon dont nous avons défini précédemment la distinction entre dislocations géométriquement nécessaires et statistiquement réparties est très qualitative et spécifique à notre géométrie et à notre matériau. D'une manière plus générale, il est possible de distinguer ces deux catégories en passant par la définition du vecteur de Burgers.

Considérons le passage d'une configuration de référence (R) à une configuration déformée (C). Dans le cadre d'une déformation élasto-plastique, le tenseur gradient de déformation F entre les deux configurations peut s'écrire :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \cdot \mathbf{F}_p \quad (\text{III.53})$$

où \mathbf{F}_p est la partie plastique de \mathbf{F} , la distorsion plastique, permanente du réseau cristallin due à la présence de dislocations. Si l'on considère une configuration intermédiaire (I) issue de cette seule transformation, on obtient un ensemble discontinu et incompatible. le tenseur \mathbf{F}_e représente la distorsion élastique nécessaire pour rétablir continuité et compatibilité entre (I) et (C). (figure III.33).

Le vecteur de Burgers \mathbf{b} est défini comme :

$$\mathbf{b} = - \oint_C \mathbf{F}_e^{-1} d\mathbf{x} \quad (\text{III.54})$$

indépendamment de C , le circuit de Burgers, pourvu qu'il entoure la dislocation.

Dans le cas où plusieurs dislocations sont présentes dans le matériau, l'équation III.54 représente alors le vecteurs de Burgers net de cet ensemble de dislocations traversant la surface délimitée par C . Cette fois-ci, le résultat dépend du choix de C . Si les dislocations sont distribuées aléatoirement, plus elles seront nombreuses et plus on tendra vers le cas limite où

$$\oint_C \mathbf{F}_e^{-1} d\mathbf{x} = \mathbf{0} \quad (\text{III.55})$$

Dans ce cas, ces dislocations considérées collectivement ne produisent donc pas d'incompatibilité de réseau. On parlera de **dislocations statistiquement réparties**(ou SSD pour "Statistically Stored Dislocations". Par la suite, nous les désignerons par la formulation abrégée : "dislocations statistiques".

Dans le cas contraire où le résultat de l'équation III.54 est non nul, il y a donc incompatibilité de réseau et on parlera alors de **dislocations géométriquement nécessaires** (souvent abrégé par "GND" pour "Geometrically Necessary Dislocations") ou de "dislocations en

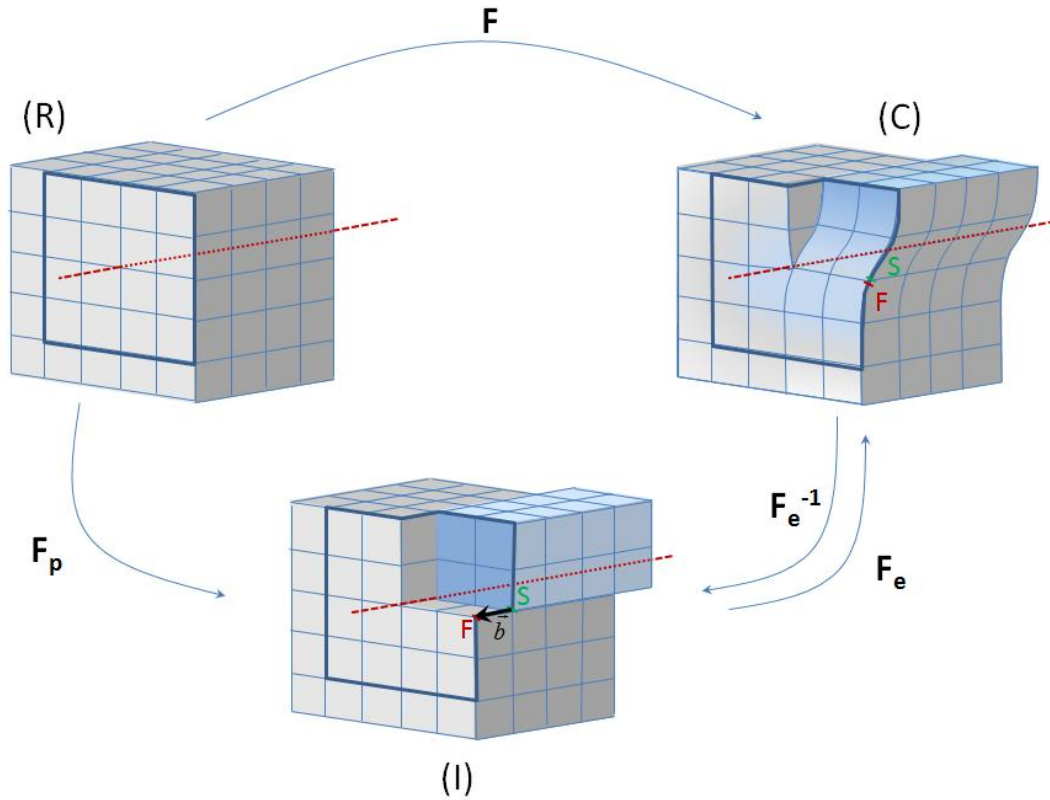


FIGURE III.33 – Représentation schématique des distorsions plastique et élastique d'un matériau.

excès” ou encore de “dislocations polaires”.

Notons que dans cette définition intervient une notion d'échelle et de choix du volume d'étude puisque une dislocation isolée est une dislocation en excès.

L'ensemble de ces considérations est illustré par la figure III.34

III.5.1.2 Distribution continue des dislocations

Une manière de décrire les dislocations non plus comme des entités discrètes mais de manière continue a été introduite par Nye (1953). On définit le tenseur de Nye α , également appelé parfois “tenseur densité de dislocations” par :

$$\alpha = n\mathbf{b} \otimes \mathbf{t} \quad (\text{III.56})$$

où n est le nombre de dislocations de vecteur de ligne unitaire \mathbf{t} et de vecteur de Burgers \mathbf{b} qui traversent un élément de surface unitaire normal à \mathbf{t} . Les composantes α_{ij} de ce tenseur s'écrivent :

$$\alpha_{ij} = nb_i t_j \quad (\text{III.57})$$

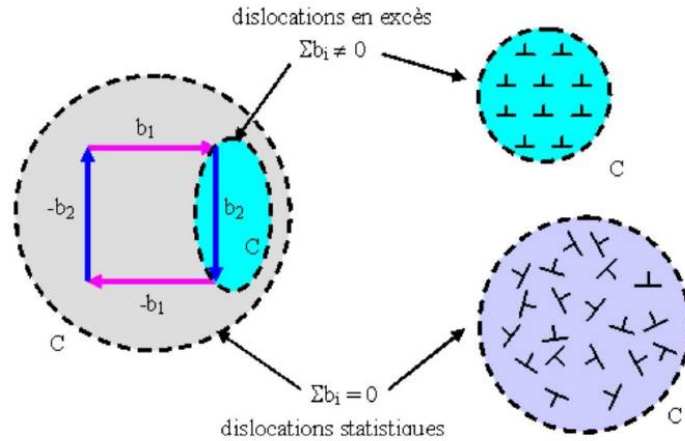


FIGURE III.34 – Représentation schématique de la différence entre dislocations géométriquement nécessaires et statistiquement réparties, suivant l'échelle et le choix du volume.

Elles s'expriment comme des mètres de vecteurs de burgers par unité de surface traversée, donc en m^{-1} .

On remarque donc que les dislocations vis, pour lesquelles \mathbf{b} et \mathbf{t} sont colinéaires vont être représentées par les termes diagonaux alors que les dislocations coin seront elles représentées par les termes non-diagonaux.

Notons également que deux populations de dislocations de même vecteur de Burgers mais de direction de ligne opposée auront globalement une contribution nulle au tenseur de Nye. Seules les dislocations en excès sont donc prises en compte par le tenseur de Nye, contrairement aux densités classiques de dislocations ρ exprimées en longueur de ligne de dislocations par unité de volume de matériau (m^{-2}) qui ne contiennent pas d'information sur la nature (vis ou coin) ou l'orientation des dislocations.

A partir de cette description, il est possible de définir le vecteur de Burgers net résultant d'une microstructure complexe de dislocation traversant une surface S de normale \mathbf{n} comme :

$$\mathbf{b} = \int_S \boldsymbol{\alpha} \cdot \mathbf{n} dS \quad (\text{III.58})$$

Par application du théorème de Stokes¹, on peut réécrire l'équation III.54 comme :

$$\mathbf{b} = - \oint_C \mathbf{F}_e^{-1} d\mathbf{x} = - \int_S \mathbf{rot}(\mathbf{F}_e^{-1}) \cdot \mathbf{n} dS \quad (\text{III.59})$$

1. $\int_C \mathbf{A} \cdot d\mathbf{x} = \int_S (\mathbf{rot} \mathbf{A}) \cdot \mathbf{n} dS$

et donc d'après l'équation III.58 :

$$\boldsymbol{\alpha} = -\mathbf{rot}(\mathbf{F}_e^{-1}) \quad (\text{III.60})$$

Par conséquent, le champ \mathbf{F}_e^{-1} sera compatible si et seulement si

$$\boldsymbol{\alpha} = -\mathbf{rot}(\mathbf{F}_e^{-1}) = \mathbf{0} \quad (\text{III.61})$$

D'après l'équation III.60 et la propriété de l'opérateur \mathbf{rot}^2 , on obtient la condition de fermeture :

$$\text{div } \boldsymbol{\alpha} = 0 \quad (\text{III.62})$$

III.5.1.3 Vitesse de distorsion plastique

Les dislocations sont à l'origine de la déformation plastique et par conséquent, l'évolution de cette population (en terme de densité, de type, etc...) est liée à la vitesse de distorsion plastique.

Considérons un ensemble de n dislocations se déplaçant à une vitesse moyenne V . On peut définir un flux f de vecteurs de Burgers pénétrant l'intérieur d'une courbe C délimitant une surface S que les dislocations percent. Le "débit" de vecteurs de Burgers correspondant est alors :

$$\mathbf{f} \cdot d\mathbf{x} = \mathbf{B}(\mathbf{V} \cdot d\mathbf{S}) = \mathbf{B}(\mathbf{V} \cdot \mathbf{t} \wedge d\mathbf{x}) \quad (\text{III.63})$$

où \mathbf{B} est le vecteur de Burgers. ce qui permet d'écrire :

$$\mathbf{f} = -\mathbf{B} \otimes \mathbf{t} \wedge \mathbf{V} = -\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \quad (\text{III.64})$$

et

$$\mathbf{f} \cdot \mathbf{F}_e = -\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \cdot \mathbf{F}_e \quad (\text{III.65})$$

La vitesse de distorsion plastique va s'écrire :

$$\dot{\mathbf{U}}_p \approx \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \quad (\text{III.66})$$

Plus particulièrement, il est possible de faire une distinction suivant l'échelle considérée. En effet, à grande échelle, la moyenne de la vitesse de distorsion $\langle \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \rangle$ peut être différente du produit des moyennes $\langle \boldsymbol{\alpha} \rangle$ et $\langle \mathbf{V} \rangle$:

$$\langle \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \rangle \neq \langle \boldsymbol{\alpha} \rangle \wedge \langle \mathbf{V} \rangle \quad (\text{III.67})$$

2. $\text{div}(\mathbf{rot } \mathbf{A})=0, \forall \mathbf{A}$

Il se peut par exemple qu'en présence de dislocations statistiques $\langle \boldsymbol{\alpha} \rangle$ soit nul sans pour autant que la vitesse de distorsion plastique soit nulle. On peut alors définir un tenseur de vitesse de distorsion plastique \mathbf{L}_p qui représente la contribution de ces dislocations statistiques à la vitesse de distorsion plastique totale :

$$\mathbf{L}_p = \langle \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} \rangle - \langle \boldsymbol{\alpha} \rangle \wedge \langle \mathbf{V} \rangle \quad (\text{III.68})$$

Il vient finalement :

$$\boxed{\dot{\mathbf{U}}_p = \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} + \mathbf{L}_p} \quad (\text{III.69})$$

III.5.1.4 Transport des dislocations

L'évolution dans le temps des densités de dislocations peut être exprimée à nouveau en considérant un flux de vecteurs de Burgers à travers une courbe C délimitant une surface S.

$$\frac{d(\mathbf{b})}{dt} = \frac{d}{dt} \int_S \boldsymbol{\alpha} \cdot \mathbf{n} d\mathbf{S} = \int_C \mathbf{f} \cdot d\mathbf{x} \quad (\text{III.70})$$

En appliquant le théorème de Stokes il vient :

$$\dot{\boldsymbol{\alpha}} = \text{rot } \mathbf{f} \quad (\text{III.71})$$

et d'après l'équation III.64, on obtient l'équation de transport :

$$\dot{\boldsymbol{\alpha}} = -\text{rot} (\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V}) \quad (\text{III.72})$$

et en présence de dislocations statistiquement réparties, cette équation peut se réécrire :

$$\boxed{\dot{\boldsymbol{\alpha}} = -\text{rot} (\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} + \mathbf{L}_p)} \quad (\text{III.73})$$

III.5.1.5 En résumé

En se plaçant dans le cadre des petites déformations ($\mathbf{F}_e^{-1} = \mathbf{1} - \mathbf{U}_e$), le problème va être entièrement défini grâce aux considérations et équations ci-dessous :

Il s'agit dans un premier temps de considérer que les distorsions sont le fruit de deux contributions, l'une incompatible (représentée par le symbole \perp), et l'autre compatible (représentée par le symbole \parallel). Le tenseur de distorsions élastiques \mathbf{U}_e peut alors se décomposer ainsi :

$$\mathbf{U}_e = \mathbf{U}_e^\perp + \mathbf{U}_e^\parallel \quad (\text{III.74})$$

Avec :

$$\mathbf{U}_e^{\parallel} = \text{grad } \mathbf{u} - \mathbf{U}_p^{\parallel} \quad (\text{III.75})$$

et

$$\text{rot } \mathbf{U}_e^{\perp} = \boldsymbol{\alpha} \text{ tel que } \text{div } \mathbf{U}_e^{\perp} = 0 \quad (\text{III.76})$$

A cela vient se rajouter les équations de mécanique classique reliant le tenseur des contraintes \mathbf{T} et la partie symétrique de \mathbf{U}_e , $\{\mathbf{U}_e\}$:

$$\mathbf{T} = \mathbf{C} : \{\mathbf{U}_e\} \quad (\text{III.77})$$

où \mathbf{C} est le tenseur des coefficients d'élasticité et l'équation d'équilibre :

$$\text{div } \mathbf{T} = 0 \quad (\text{III.78})$$

Il est également nécessaire de rajouter la loi d'évolution des densités de dislocations en excès, donnée par l'équation de transport :

$$\dot{\boldsymbol{\alpha}} = -\text{rot}(\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V}) \quad (\text{III.79})$$

et enfin les lois d'évolution de la partie compatible de la distorsion plastique \mathbf{U}_p^{\parallel} :

$$\dot{\mathbf{U}}_p^{\parallel} = (\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V})_{\parallel} \quad (\text{III.80})$$

Contrairement aux théories conventionnelles de la plasticité où les variables de champ sont les vitesses de déformation plastique et les contraintes, il s'agit ici des densités de dislocations et des contraintes. Il est donc nécessaire d'introduire des lois de comportement propre à la théorie présentée ici afin de relier ces quantités. Elles vont concerner la vitesse des dislocations ainsi que la partie compatible de la distorsion plastique. Nous les détaillerons dans un cas simplifié que nous présentons dans le paragraphe suivant.

III.5.2 Simplification 1D

La modélisation de la torsion de la glace lorsque l'axe c est colinéaire à l'axe de torsion autorise de nombreuses simplifications. Nous présentons ici le modèle développé par V. Taupin dans le cadre de sa thèse (Taupin (2007)). On se place le long d'un rayon de direction y et on suppose que la déformation plastique a lieu uniquement dans les plans de base. Cette configuration est représentée en figure III.35 On est donc dans une situation où la vitesse de déformation en cisaillement ϵ_{xz} est déterminée par la densité de dislocations

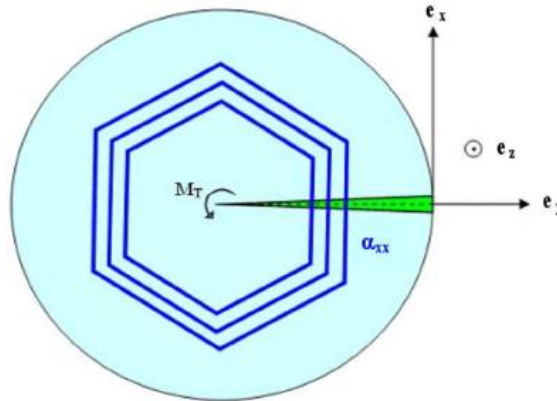


FIGURE III.35 – Configuration adoptée pour la modélisation 1D.

géométriquement nécessaires α_{xx} se déplaçant à la vitesse v_y et la densité de dislocations statistiquement réparties mobiles, ρ_m se déplaçant à la vitesse moyenne v en suivant la relation d'Orowan.

$$2\dot{\epsilon}_{xz} = \alpha_{xx}v_y + \rho_m bv \quad (\text{III.81})$$

La condition d'équilibre donne :

$$\frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial x} = 0 \text{ et } \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial z} = 0 \quad (\text{III.82})$$

L'évolution de la densité de dislocations vis en excès est donnée par l'équation de transport :

$$\dot{\alpha}_{xx} = -\frac{\partial(\boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{V} + \mathbf{L}_p)}{\partial y} \quad (\text{III.83})$$

Il est ensuite considéré que la déformation est purement élastique et la contrainte en cisaillement s'écrit :

$$\sigma_{xz} = r\tau_{max} = \frac{y}{R}\tau_{max} \quad (\text{III.84})$$

Un certain nombre d'équations vient ensuite décrire l'évolution des différentes densités de dislocations.

En se multipliant, a priori par glissement dévié (cf partie précédente), les dislocations vis basales créent des segments coins non basaux qui constituent des obstacles au glissement des dislocations et peuvent être considérées comme des dislocations statistiquement sessiles. En désignant par β la fraction de dislocations vis basales qui va former ces dislocations sessiles, on peut écrire :

$$\dot{\rho}_s = \beta \dot{\alpha}_{xx} \quad (\text{III.85})$$

En considérant que le double glissement dévié permet la multiplication des dislocations

par création de boucles dipolaires, on peut considérer ces boucles comme des dislocations statistiques mobiles ρ_m dont l'évolution est donnée par :

$$\dot{\rho}_m = \left(\frac{C_1}{b^2} - C_2 \rho_m \right) |\dot{\epsilon}_{xz}| \quad (\text{III.86})$$

où C_1 et C_2 sont des coefficients représentant respectivement la multiplication et l'annihilation ou l'immobilisation des dislocations. L'évolution de la contrainte interne σ_μ est établie phénoménologiquement par :

$$\dot{\sigma}_\mu = \tilde{\alpha} \mu \alpha_{xx} v_y - \frac{|v_y|}{\hat{\alpha} b} \sigma_\mu \quad (\text{III.87})$$

où $\tilde{\alpha}$ et $\hat{\alpha}$ sont des constantes. Cette loi d'écroutissage cinématique ne fait intervenir que la mobilité des dislocations en excès, les dislocations statistiques ne créant pas de contraintes internes directionnelles. On remarque que la valeur à l'équilibre de la contrainte interne ($\dot{\sigma}_\mu=0$) ne dépend pas de la vitesse des dislocations mais uniquement de la densité de dislocations en excès, elle s'écrit :

$$\sigma_\mu = \frac{\tilde{\alpha} \mu \alpha_{xx} v_y}{|v_y|} \hat{\alpha} b \quad (\text{III.88})$$

La vitesse des dislocations est quant à elle exprimée comme :

$$v = v_y = v_0 \text{sign}(\sigma_{xz} - \sigma_\mu) \left(\frac{\sigma_{xz} - \sigma_\mu}{\sigma_0 + \sigma_h} \right)^2 \quad (\text{III.89})$$

Dans cette équation, $\sigma_{xz} - \sigma_\mu$ est la contrainte effective, σ_0 et v_0 sont les contrainte et vitesse de référence issus de données expérimentales telles que celles présentées en figure II.15 (page 23) traduisant le comportement des dislocations individuelles. La contrainte σ_h représente l'écroutissage isotrope lié aux dislocations statistiques sessiles et s'écrit :

$$\sigma_h = \bar{\alpha} \mu b \sqrt{\rho_s} \quad (\text{III.90})$$

où $\bar{\alpha}$ est une constante.

La figure III.36 présente le schéma numérique utilisé pour résoudre l'ensemble des équations explicitées précédemment.

III.5.3 Applications à la simulation du fluage en torsion de la glace

Ce modèle continu, et notamment la considération des dislocations en excès, leur transport et l'évolution de leur densité permet d'apporter une interprétation à certaines caractéristiques de la déformation plastique dont nous présentons ci-dessous plusieurs exemples.

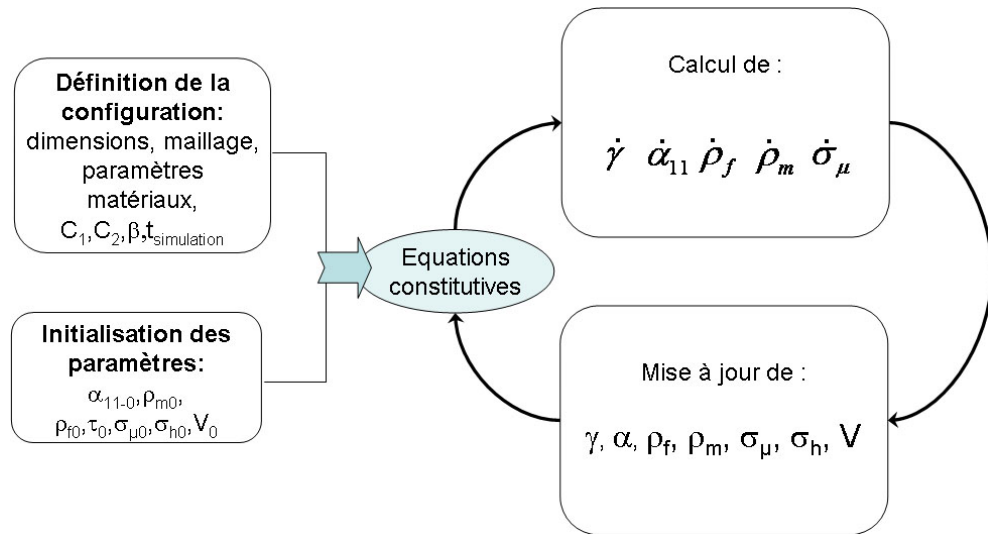


FIGURE III.36 – Schéma de résolution numérique du modèle FDM dans sa version simplifiée 1D.

III.5.3.1 Simulation en torsion simple

Grâce au modèle présenté précédemment, il est possible de traduire très fidèlement le comportement viscoplastique du monocristal de glace déformé en torsion, comme cela est illustré sur la figure III.37 où les courbes expérimentales et numériques se superposent parfaitement. La figure III.38 représente l'extrapolation du comportement en fluage au delà de la déformation atteinte expérimentalement ainsi que la courbe de fluage dérivée. On remarquera le comportement similaire à celui observé expérimentalement aux grandes déformations (cf figure III.6) : une augmentation de la vitesse de déformation au cours de l'essai, suivie, sans qu'il y ait eu de véritable état stationnaire, d'une brutale diminution. Les paramètres utilisés pour cette simulation figurent dans le tableau III.4, la densité α_{xx} a été choisie de telle sorte qu'il décroît linéairement depuis la surface jusqu'au centre du cylindre où elle est nulle.

		$\ b\ $	μ	β	$\bar{\alpha}$	$\tilde{\alpha}$	$\hat{\alpha}$
		$4.5 \cdot 10^{-10} m$	3 GPa	0.1	0.2	$1.48 \cdot 10^{-3}$	$1.2 \cdot 10^5$
C_1	C_2	σ_0	v_0		ρ_{m0}	ρ_{s0}	$\alpha_{xx0}(R)$
$1.36 \cdot 10^{-8}$	15	0.12 MPa	$5.13 \cdot 10^{-7} m/s$		$2.2 \cdot 10^8 m^{-2}$	$2.8 \cdot 10^9 m^{-2}$	$0.25 m^{-1}$

TABLE III.4 – Paramètres et conditions initiales utilisés pour la modélisation de la torsion du monocristal de glace.

L'accélération du fluage au cours peut être directement relié à l'augmentation de la densité de dislocations géométriquement nécessaires au cours de l'essai (figure III.39), en raison des gradients de contrainte appliquée que l'essai de torsion impose qui impliquent des gradients de la vitesse des dislocations depuis la périphérie jusqu'au centre du cylindre. On peut attribuer

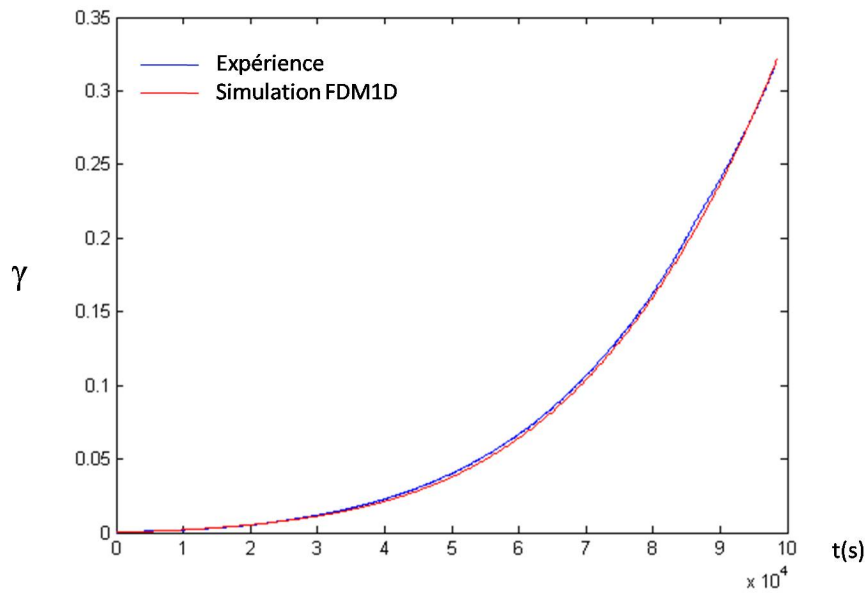


FIGURE III.37 – Courbes de fluage obtenues expérimentalement et au moyen du modèle de champs continus de dislocations 1D pour le fluage d’un monocristal de glace de dimensions $\varnothing=h=24.5\text{mm}$ déformé en torsion sous $\tau = 0.12\text{MPa}$ en périphérie du cylindre.

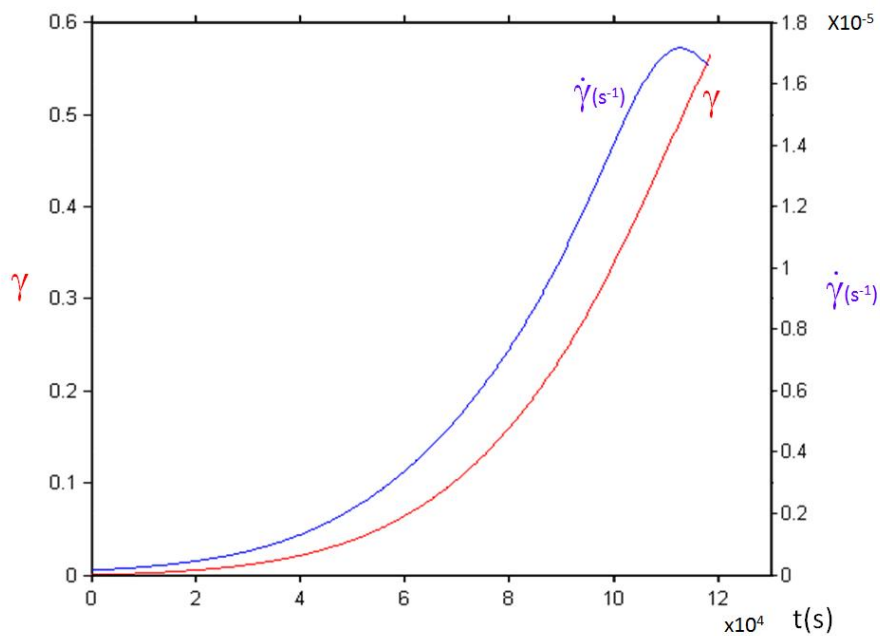


FIGURE III.38 – Courbe de fluage et sa dérivée simulées pour le même échantillon et les mêmes conditions que l’essai présenté en figure III.37, extrapolées à des déformations supérieures.

le comportement en fin d’essai à l’influence des contraintes internes créées par les dislocations géométriquement nécessaires qui atteignent environ 13% de la contrainte appliquée (figure

III.40).

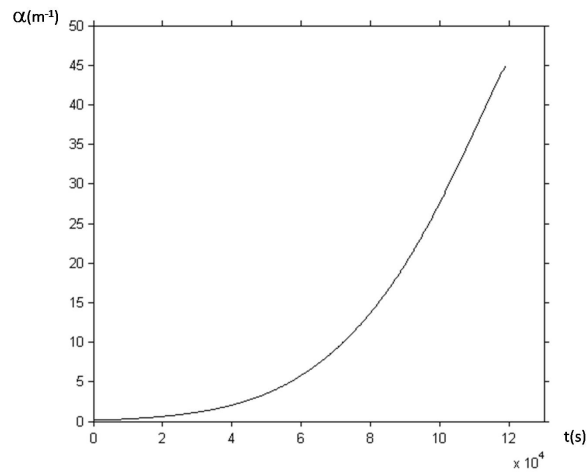


FIGURE III.39 – Evolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires moyenne au cours d'un essai de torsion

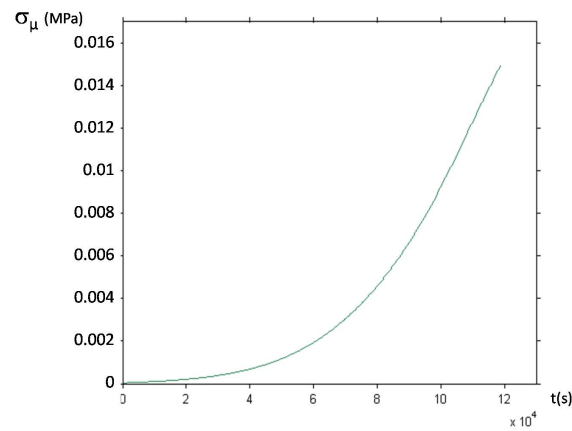


FIGURE III.40 – Evolution des contraintes internes moyennes au cours d'un essai de torsion.

III.5.4 Torsion inverse et relaxation des contraintes internes

Nous avons également réalisé des essais de torsion pour lesquels l'échantillon, après avoir été déformé une première fois à couple constant donné, a subit ensuite une déformation en torsion inverse par application du même couple, mais de signe opposé.

A l'issue de tels essais, on obtient des courbes de fluage du type de celle présentée en figure III.41.

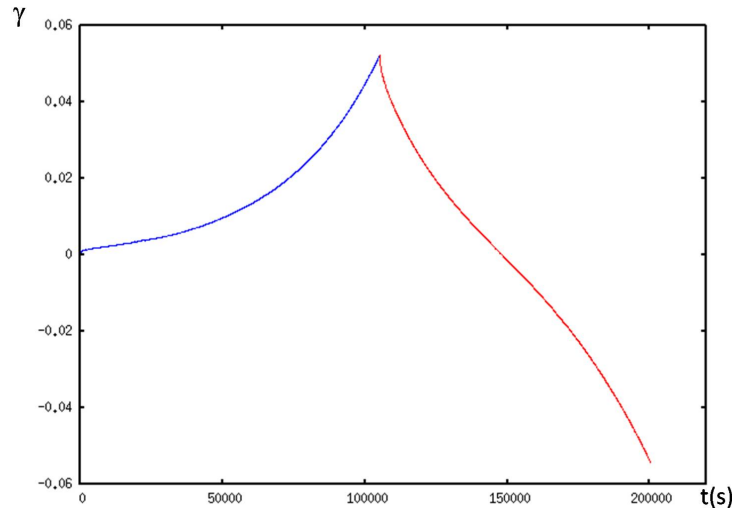


FIGURE III.41 – Echantillon de glace monocristalline ($\varnothing=46\text{mm}$, $h=50\text{mm}$) déformé à $T \approx -11^\circ\text{C}$ en torsion directe (bleu) et inverse (rouge) sous $\tau_{max} = 0,1\text{MPa}$ en périphérie de l'échantillon.

La première partie de la courbe révèle l'adoucissement que nous avons évoqué auparavant. Ensuite, immédiatement après avoir inversé le signe du moment de torsion, la vitesse de déformation augmente (en valeur absolue) par rapport à sa valeur en fin de torsion directe. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'en plus de la contrainte appliquée, les contraintes internes créées lors de la torsion directe (qui sont désormais de même signe que la contrainte appliquée) agissent sur les dislocations.

Il s'en suit alors une deuxième phase, qui s'étend jusqu'à une déformation de l'ordre de ce qui avait été atteint en torsion directe, où la vitesse de déformation diminue. Ceci est une conséquence de la diminution des contraintes internes (et donc de la contrainte effective τ^*) et de la densité de dislocations géométriquement nécessaires. En effet, comme initialement $\tau^* > \tau_{app}$, le système va tendre vers un état d'équilibre et les dislocations positives, qui sous l'effet du changement de signe de la contrainte changent de sens de glissement vont quitter le cristal, permettant ainsi la diminution du champ de contraintes internes. D'autre part, la contrainte effective ayant changé de signe, des dislocations négatives vont être nucléées et donc s'annihiler avec les dislocations positives déjà présentes. Les interactions ou immobilisations entre les dislocations positives et des dislocations non-basales (forêts, segments

prismatiques créés au cours du glissement dévié) peuvent également contribuer à la diminution de la vitesse de déformation.

A l'issue de cette phase, les dislocations négatives deviennent majoritaires, un nouvel empilement se forme, auquel est associé un nouveau champ de contraintes internes et $\dot{\gamma}$ augmente à nouveau, de façon similaire à la tendance observée en torsion directe.

Comme dans le cas de la torsion simple, l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires et leur transport, sur lesquels repose la théorie mécanique des champs de dislocations, régissent la plasticité de la glace en torsion inverse. Des simulations avec le modèle FDM dans sa version complète (3D, intégrée par éléments finis) et dans sa version simplifiée 1D ont été réalisées afin de modéliser le comportement décrit ci-dessus. La figure III.42 présente une courbe expérimentale obtenue en torsion bidirectionnelle et sa modélisation par les deux versions du code FDM. La figure III.43 montre l'évolution de la densité de

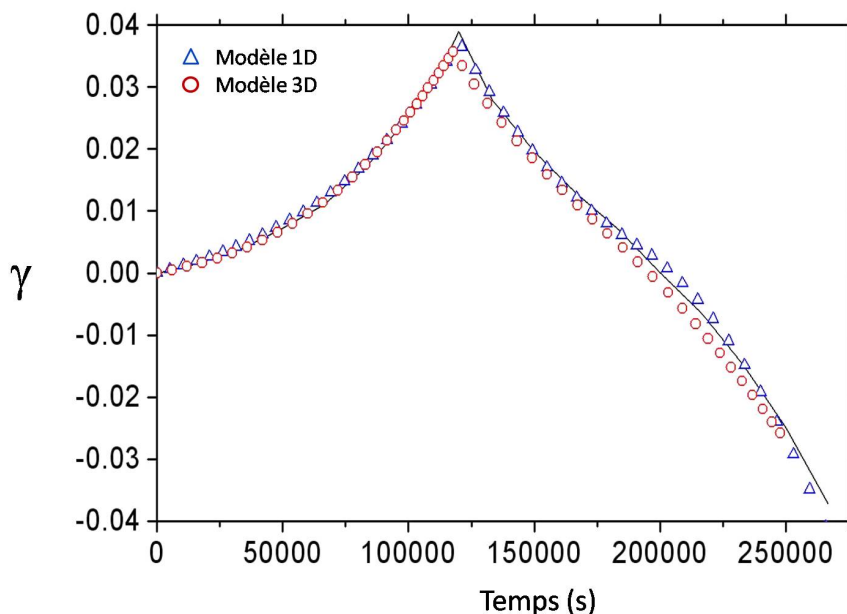


FIGURE III.42 – Courbe de fluage obtenue en torsion directe et inverse pour un échantillon de dimensions $\varnothing=30\text{mm}$, $h=40\text{mm}$ déformé à -13°C sous $\tau_{max} = 0.1\text{MPa}$ en périphérie du cylindre et sa modélisation par le modèle FDM 1D (\triangle) et 3D (\circ). (Taupin, 2007).

dislocations géométriquement nécessaires en fonction du rayon, pour différents instants de la déformation. Les tendances observées correspondent bien à l'analyse qui a été présentée précédemment.

III.5.4.1 Effets de taille

Du fait des gradients de contrainte générés par l'essai de torsion, les dislocations basales apparaissent comme des dislocations en excès créant des champs de contrainte à longue dis-

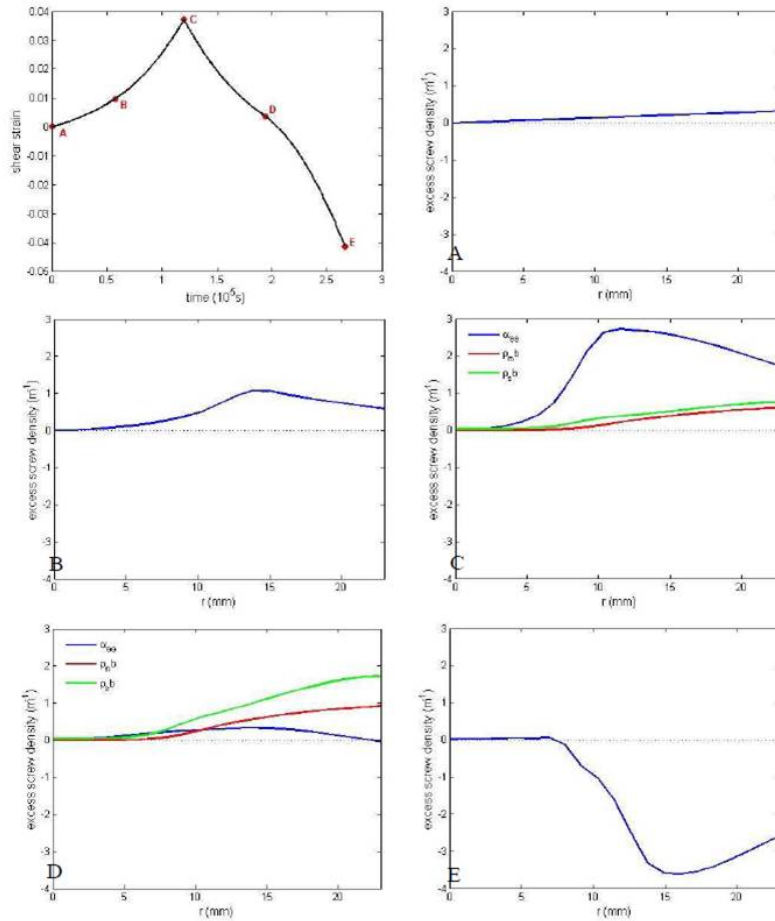


FIGURE III.43 – Evolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires en fonction du rayon à différents instants de la déformation (points rouges sur la courbe de fluage). Les densités de dislocations statistiques mobiles et sessiles sont également tracées pour comparaison. d’après (Taupin, 2007).

tance. La forte anisotropie de ce matériau permet d’analyser et d’interpréter de manière simple les effets de taille mis en évidence expérimentalement. En effet, comme on peut le constater sur la figure III.44, on observe une augmentation de la vitesse de déformation lorsque l’on diminue le diamètre de l’échantillon. Cette tendance est opposée à celle qui a pu être observée sur des échantillons métalliques qui sont au contraire plus durs lorsque leurs dimensions sont réduites (Fleck *et al.* (1994)). Cependant, la nature polycristalline du matériau, les différences de tailles de grain et les nombreux systèmes de glissement activés rendent l’interprétation de ces essais complexe.

Des essais et des simulations réalisées avec le modèle continu présenté précédemment, tant dans sa version complète 3D que dans la version 1D simplifiée, avaient permis de mettre en évidence et interpréter cet effet de taille (Taupin *et al.* (2007)). Cependant, ces essais

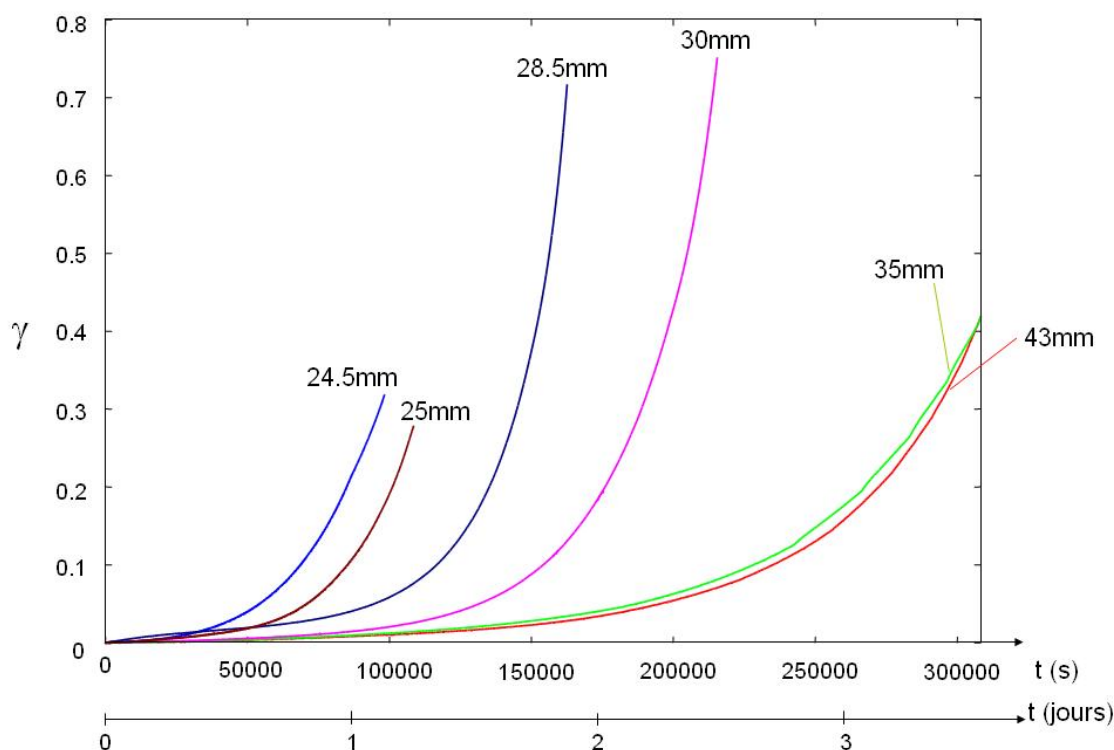


FIGURE III.44 – Courbes de fluage obtenues pour des monocristaux de glace de différents diamètres (mais toujours avec $\varnothing/h=1$) tous déformés dans les mêmes conditions ($T=-12.5^{\circ}\text{C}$, $\tau_{max} = 0.12\text{MPa}$, temps de sublimation=5h). Le diamètre de l'échantillon est précisé à côté de chaque courbe.

avaient été réalisés dans des conditions expérimentales bien souvent différentes (T° , τ_{max} , état de surface) et les résultats auraient pu être biaisés par ces différences. Pour cette raison, nous présentons en figure III.44 les résultats obtenus pour des échantillons déformés à la même température, sous la même contrainte appliquée en périphérie de l'échantillon, avec un état de surface similaire (même temps de sublimation) et pour un même rapport \varnothing/h .

La figure III.45 montre la modélisation de ce comportement, jusqu'à 10% de déformation, obtenue avec le modèle FDM1D. Ces résultats sont issus de simulations pour lesquelles les paramètres qui ont été modifiés par rapport à la simulation présentée en figure III.37 sont ceux qui définissent les conditions initiales et sont liés à la qualité du cristal et les conditions de chargement. Dans le tableau III.5 est regroupé l'ensemble de ces paramètres.

La figure III.46 représente le temps normalisé pour atteindre 10% de déformation en fonction du rayon.

Bien que des différences de qualité (densité de dislocations) soit inévitables d'un cristal à un autre, tout comme une erreur sur la valeur de la contrainte appliquée (cette erreur augmente pour les petits diamètres puisque le rapport $F_{frottement}/\text{Poids}$ appliqué augmente

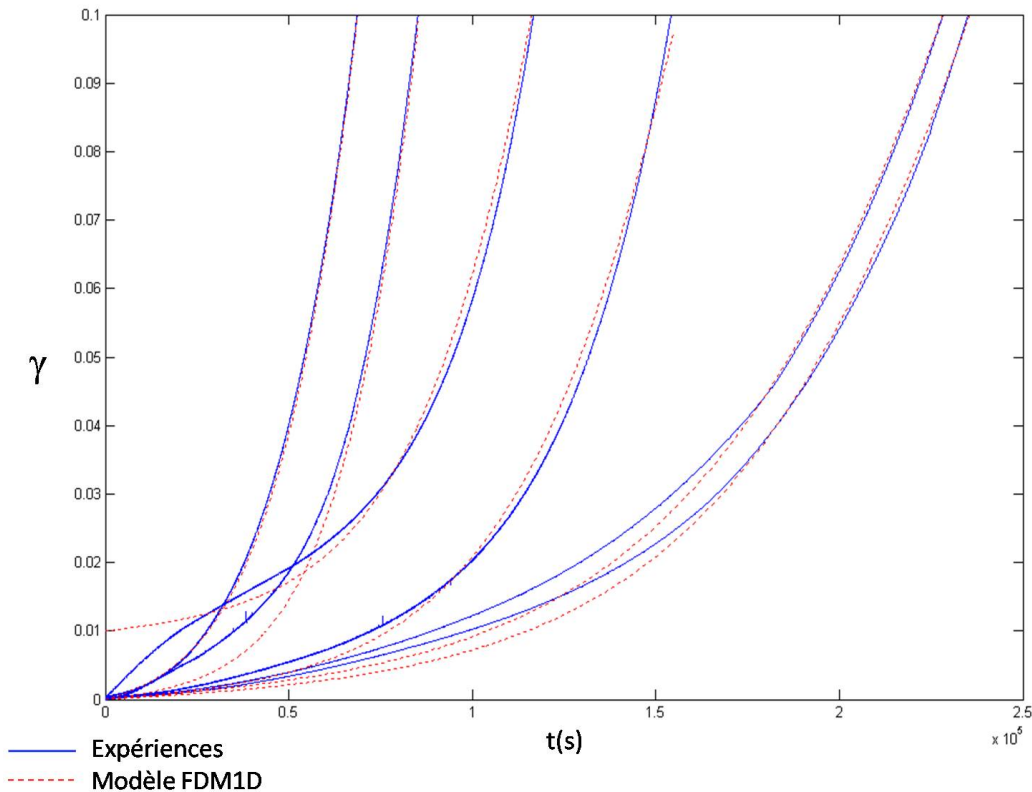


FIGURE III.45 – Simulations de l’effet de taille observé expérimentalement.

quand le diamètre diminue), on peut se demander quelle est la prise en compte de cet effet de taille intrinsèque au modèle. Pour déterminer cela, nous avons réalisé des simulations en faisant varier uniquement le diamètre de l’échantillon. Les résultats obtenus jusqu’à une déformation de 10% sont présentés sur la figure III.47 où sont également rappelés les résultats expérimentaux. Ils ont été obtenus à partir des paramètres présentés dans le tableau III.5 avec comme conditions initiales celles de l’échantillon de plus petit diamètre. La figure III.48 permet de visualiser le décalage entre les résultats expérimentaux et l’estimation du modèle FDM1D et la figure III.49 permet de comparer les tendances des effets de taille expérimental et numérique.

Interprétation On peut interpréter ce comportement de la manière suivante : la réduction du diamètre de l’échantillon entraîne, à contrainte maximale équivalente, de plus forts gradients. Ces gradients favorisent la nucléation de nouvelles dislocations vis responsables de la déformation plastique et donc favorisent l’adoucissement du matériau. On peut toutefois noter qu’une densité plus importante de dislocations en excès implique un champ de contraintes internes plus important, qui s’oppose au mouvement des dislocations imposé par la contrainte macroscopique, et donc à l’effet de taille observé. On peut donc s’attendre à ce que pour des diamètres très petits, le ralentissement de la déformation dû à la contrainte

	$v_0(m/s)$	$\rho_{m0}(m^{-2})$	$\rho_{s0}(m^{-2})$	$\alpha_{xx0}(R)(m^{-1})$
Ø24.5mm	$5.15 \cdot 10^{-7}$	$2.2 \cdot 10^8$	$2.6 \cdot 10^9$	0.25
Ø25mm	$6 \cdot 10^{-7}$	$9 \cdot 10^6$	$5.1 \cdot 10^9$	0.15
Ø28.5mm	$5 \cdot 10^{-7}$	$9 \cdot 10^6$	$1.2 \cdot 10^{10}$	0.19
Ø30.5mm	$5 \cdot 10^{-7}$	$9 \cdot 10^6$	$2.9 \cdot 10^{10}$	0.16
Ø35mm	$5 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^5$	$1.1 \cdot 10^{11}$	0.23
Ø43mm	$5.8 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^6$	10^{11}	0.15

TABLE III.5 – Paramètres des simulations FDM1D présentées en figure III.45.

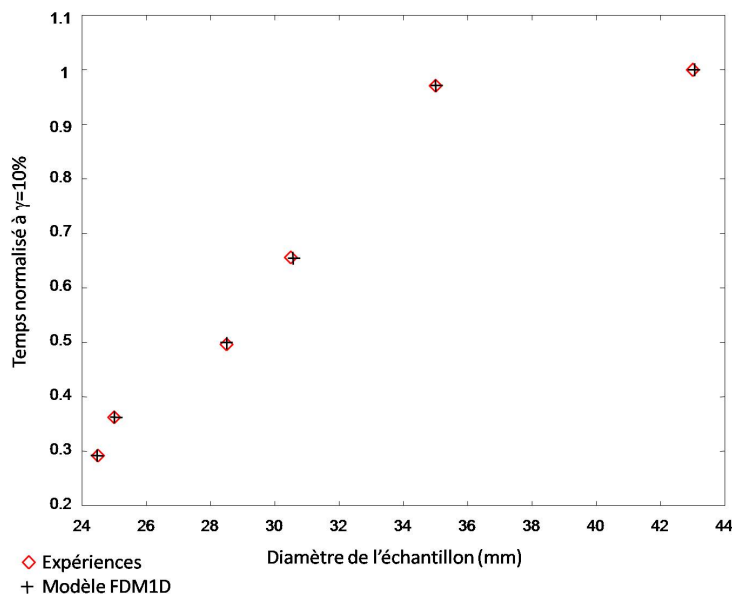


FIGURE III.46 – temps normalisé pour atteindre 10% de déformation.

interne devienne prépondérant devant l'effet adoucissant du aux gradients, entraînant un durcissement du matériau quand le diamètre diminue. Ainsi, les effets de taille classiques constatés par *Fleck et al. (1994)* peuvent être interprétés avec ce raisonnement. Des simulations réalisées par *Taupin (2007, p97)* en utilisant le même modèle (1D) que précédemment en ayant simplement adapté les paramètres matériau au cas de l'acier ($\mu=200\text{GPa}$) et les dimensions des échantillons (de 2.5 à 50 μm) ont permis de retrouver cet effet de durcissement quand la taille des échantillons diminue. L'auteur souligne que contrairement au modèle proposé par *Fleck et al. (1994)* qui propose d'expliquer le phénomène par davantage de durcissement isotrope dû à une densité de dislocations (statistiques et en excès) plus importante, il faut plutôt l'expliquer par une augmentation du durcissement anisotrope dû à une densité de dislocations en excès plus importante. Notons toutefois que dans le cas des expériences réalisées sur le cuivre, il s'agissait de polycristaux et que plusieurs systèmes de glissements étaient certainement activés; il se peut donc que l'écroutissage isotrope ait joué un rôle non négligeable. *Taupin (2007)* ajoute également qu'un modèle tel que celui de

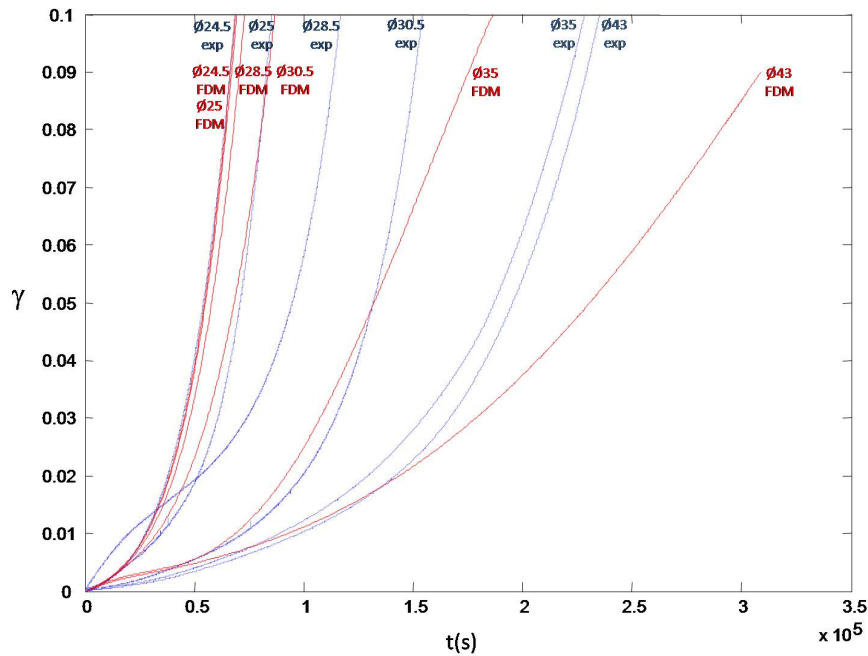


FIGURE III.47 – Courbes de fluage obtenues avec le modèle FDM1D lorsque le seul paramètre est le diamètre de l'échantillon.

Fleck *et al.* (1994) ne permettrait pas de rendre compte de l'effet de taille "inverse" observé dans la glace puisque dans ce cas, une augmentation de la densité de dislocations n'entraîne pas d'augmentation du durcissement. Enfin, il note que les théories conventionnelles de la plasticité, dont les variables sont les vitesses de déformation et les contraintes, ne pourraient pas non plus rendre compte des effets de taille complexes observés, qui sont eux basés sur la compétition entre l'évolution de la densité de dislocations et l'évolution de la mobilité des dislocations.

III.5.4.2 Vieillessement

Le vieillissement physique d'un matériau fait référence à l'évolution de sa microstructure ou de ses propriétés en l'absence de tout facteur externe. Des expériences de fluage en compression sur des monocristaux de glace où se sont succédées des phases de chargement et des phases de vieillissement (vieillessement statique - pas de contrainte appliquée) ont été réalisées par Richeton (2006). Ces essais révèlent un comportement particulier dans la mesure où la vitesse de déformation en début de chargement après une période de vieillissement est plus grande que la vitesse de déformation en fin de période de chargement précédente (Taupin *et al.* (2008); Taupin (2007)). Une analyse par émission acoustique de la localisation des épencentres des avalanches de dislocations a montré l'existence de corrélations à longue distance entre les événements. Cela suggère l'existence d'un champ de contraintes internes et la présence de dislocations en excès. Cependant, dans le cas de la compression, il n'existe

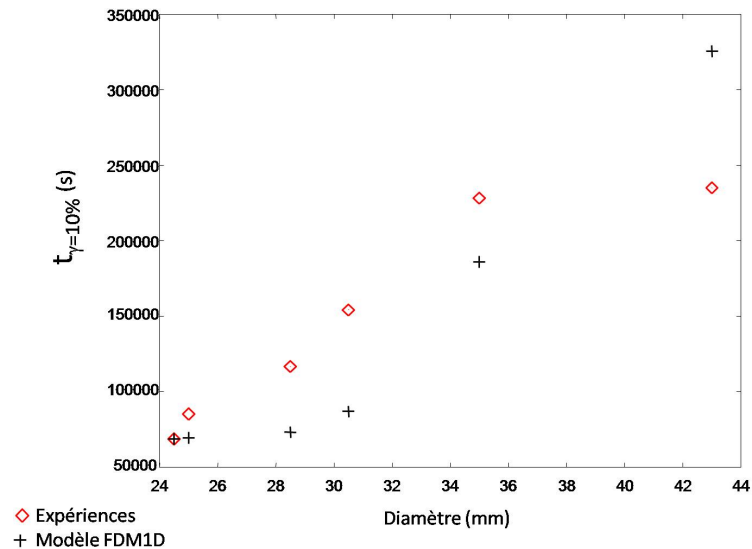


FIGURE III.48 – Temps nécessaire pour atteindre 10% de déformation : résultats expérimentaux et numériques lorsque seul le diamètre de l'échantillon est modifié.

pas de gradient de contrainte permettant de générer des dislocations en excès, on peut donc se demander si cette activité plastique hétérogène et la particularité observée au cours du vieillissement ne sont pas dus aux conditions aux limites et à une éventuelle hétérogénéité du chargement, entraînant des gradients. Pour cette raison, nous avons réalisé le même type d'expérience, en torsion. La figure III.50 montre la courbe de fluage obtenue pour un échantillon de dimensions $\varnothing=h=43\text{mm}$ déformé à -18°C sous une contrainte en périphérie du cylindre de 0.12MPa ayant subi deux cycles de vieillissement. La figure III.51 est la dérivée de la courbe précédente, pour l'intervalle de temps ayant concerné les cycles de vieillissement.

Ce essai révèle plusieurs caractéristiques liées à la réorganisation des dislocations au sein du matériau :

- * On constate, comme en compression, une augmentation de la vitesse de déformation après une phase de vieillissement, par rapport à la vitesse de déformation juste avant. Après la première période de vieillissement, la vitesse est multipliée par un facteur ≈ 1.6 ; après la deuxième phase de vieillissement, la vitesse augmente de $\approx 75\%$.
- * On remarque également une diminution de la déformation au moment du déchargement qui n'était perceptible que pour un seul essai de compression, certainement du fait des faibles niveaux de déformation atteints dans ces essais (de l'ordre de 0.1%). En effet, on peut associer cette déformation inverse à l'élimination des dislocations introduites au cours du chargement, sous l'effet de la contrainte interne. Ceci est corroboré par le fait que la vitesse de déformation, en valeur absolue, diminue pendant la phase de vieillissement, témoignant d'un retour à l'équilibre du système.

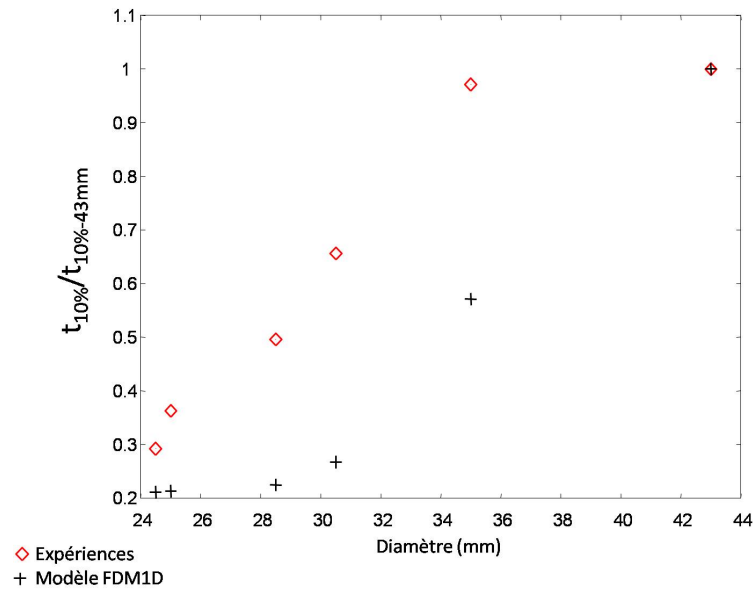


FIGURE III.49 – Temps normalisé pour atteindre 10% de déformation, résultats expérimentaux et numériques lorsque seul le diamètre de l'échantillon est modifié.

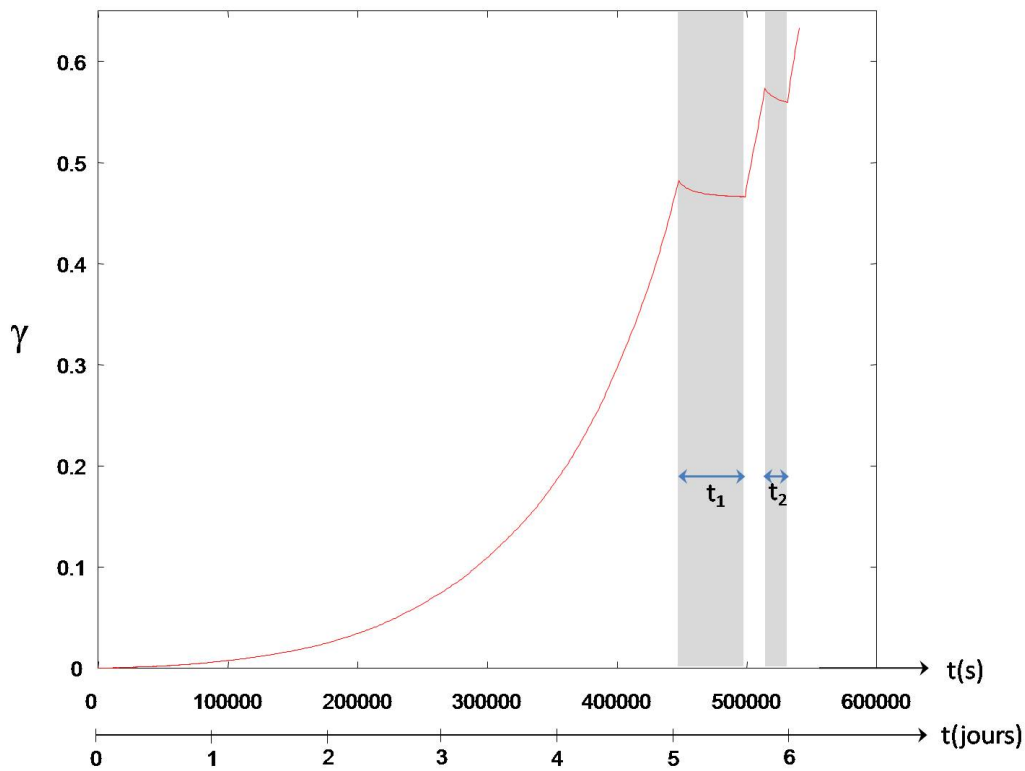


FIGURE III.50 – Courbe de fluage pour un monocristal de dimensions $\varnothing=h=43\text{mm}$ déformé à -18°C sous une contrainte en périphérie du cylindre de 0.12MPa ayant subi le cycle de chargement suivant : chargement pendant 125h, vieillissement 14.3h, chargement 5h, vieillissement 4.8h.

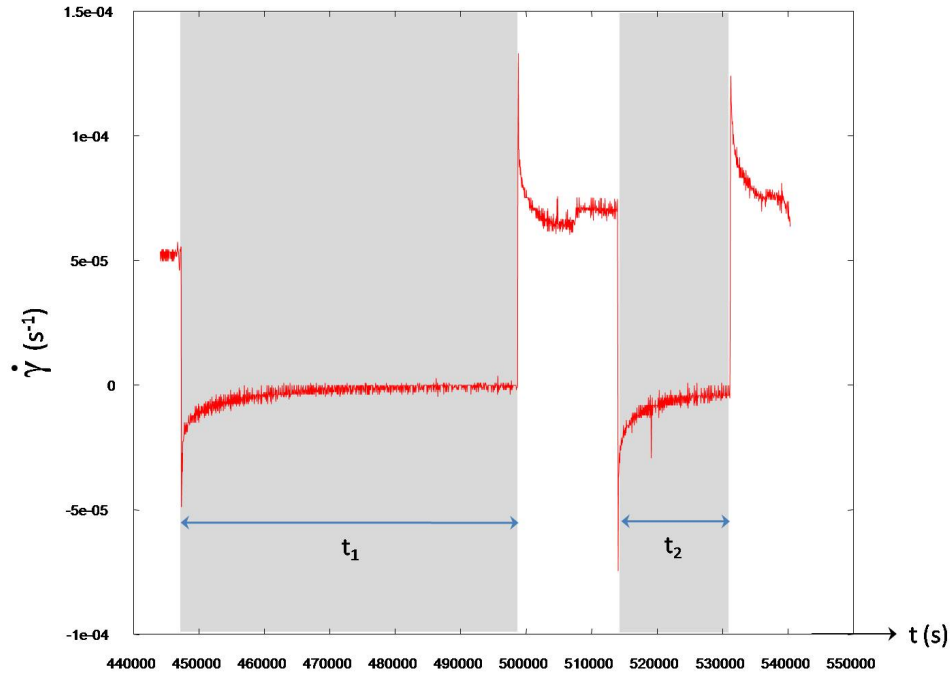


FIGURE III.51 – Courbe dérivée de celle présentée en figure III.50 pour l’intervalle de temps concernant les cycles de vieillissement

Au cours de la phase de chargement, la densité de dislocations en excès augmente et entraîne la création d’une contrainte interne cinématique directionnelle, opposée à la contrainte appliquée. Lorsque le chargement est retiré, le système se retrouve hors équilibre. Localement, au sein du matériau, la contrainte effective change de signe ($\tau_{int} > \tau_{app}$) et les dislocations en excès sont poussées vers l’extérieur du cylindre. Lorsque l’on charge à nouveau, la contrainte effective change elle aussi à nouveau de signe. Deux aspects rentrent alors en compétition : d’une part la densité de dislocations en excès a diminué pendant la phase de vieillissement, entraînant une baisse de la vitesse de distorsion et d’autre part, cette diminution de ρ_{GND} entraîne une diminution de la contrainte interne et donc une augmentation de la contrainte effective, en valeur absolue, ce qui implique une augmentation de la vitesse des dislocations et donc de la vitesse de distorsion. Les résultats expérimentaux suggèrent que le deuxième facteur est prépondérant devant le premier.

Des simulations réalisées avec le modèle continu 1D pour la compression permettent de mettre en évidence l’ensemble de ces réflexions (Taupin (2007); Taupin *et al.* (2008)). La figure III.52 reproduit les courbes de fluage et leur dérivée pendant les phases de chargement obtenues expérimentalement et numériquement, dans le cas de la compression.

Les figures III.53 et III.54 illustrent bien l’établissement d’un champ de contraintes in-

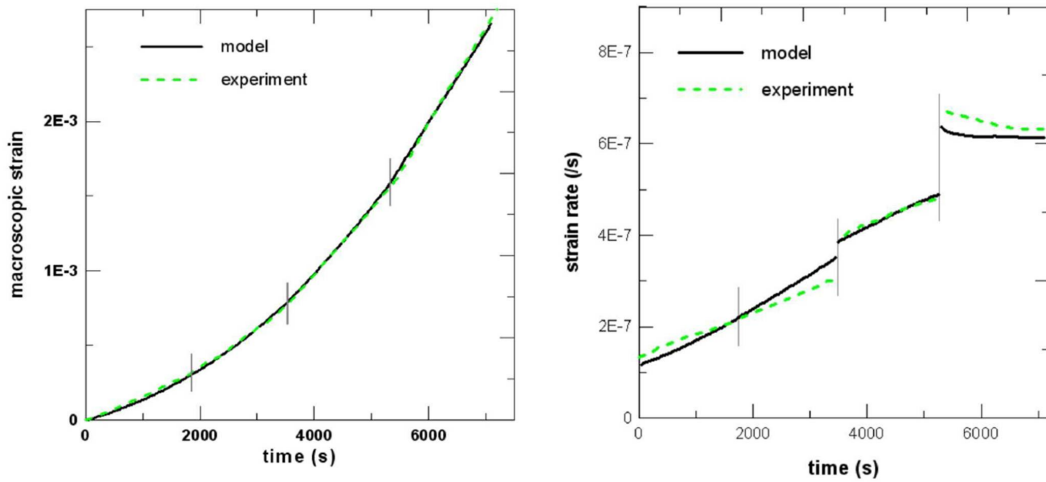


FIGURE III.52 – Courbes de fluage et leur dérivée obtenues pour le fluage en compression de monocristaux de glace. Les phases de vieillissement ne sont pas représentées, ni la déformation inverse obtenue pendant ces phases. Taupin *et al.* (2008); Taupin (2007).

ternes pendant les phases de chargement, associé à l'augmentation de la densité de dislocations en excès ainsi que leur relaxation au cours du vieillissement, entraînant la diminution de α .

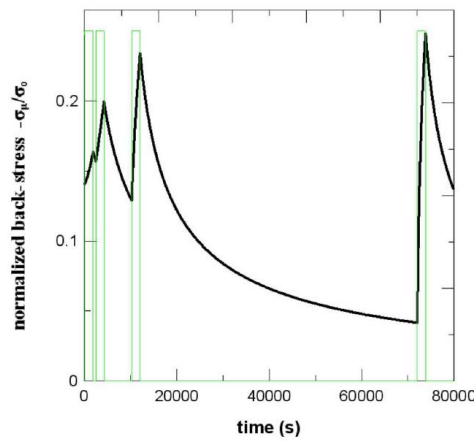


FIGURE III.53 – Evolution de la contrainte interne directionnelle au cours de la simulation de cycles de vieillissement en fluage-compression (même essai que celui présenté en figure III.52 (Taupin *et al.*, 2008; Taupin, 2007)).

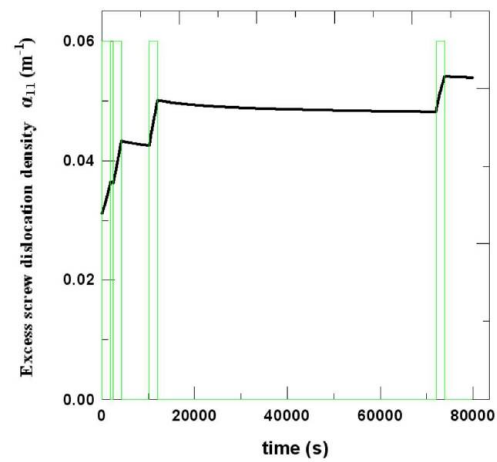


FIGURE III.54 – Evolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires au cours de la simulation de cycles de vieillissement en fluage-compression (même essai que celui présenté en figure III.52 (Taupin *et al.* (2008); Taupin (2007))).

III.5.5 Conclusions sur la modélisation FDM

La théorie mécanique des champs de dislocations permet une description continue de la dynamique des dislocations particulièrement bien adaptée au cas de la torsion de la glace dont le comportement est conditionné par l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires et le transport de ces dislocations. Plusieurs exemples ont permis de valider ce modèle y compris dans sa formulation 1D :

- * La modélisation de la torsion simple et bidirectionnelle a montré que le comportement en fluage de la glace monocristalline est conditionné par l'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires, leur transport et les contraintes internes qu'elles génèrent.
- * Des effets de taille de l'échantillon sont mis en évidence expérimentalement : plus l'échantillon est petit, plus le temps qu'il faut pour atteindre un niveau de déformation est court. Ces effets de taille apparaissent comme la conséquence du gradient de contrainte appliquée, qui augmente, à contrainte en périphérie de l'échantillon constante, lorsque le diamètre de l'échantillon diminue. De plus forts gradients de contrainte impliquent une plus grande multiplication des dislocations géométriquement nécessaires et expliquent donc l'adoucissement observé quand le diamètre diminue.
- * Le réarrangement des dislocations au cours du vieillissement entraîne une augmentation de la vitesse de déformation par rapport à sa valeur avant le vieillissement lorsque l'échantillon est à nouveau sous charge. Ceci montre que l'effet de la relaxation des contraintes internes au cours du vieillissement est prépondérant devant l'effet de diminution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires.

En revanche, ce modèle ne peut se passer d'une formulation phénoménologique pour certains paramètres et leur évolution et est donc dépendant de données expérimentales ou de données numériques issues de simulations à l'échelle inférieure (par exemple DDD). On peut également souligner le fait que la loi d'écrouissage (cf. équation III.90 n'est peut être pas bien adaptée dans le cas de la glace où la densité de dislocations de la forêt reste faible, cela explique peut-être la tendance du modèle à sous-estimer la vitesse de déformation.










III.6 Conclusions du chapitre III

La déformation en torsion d'échantillons de glace monocristalline ayant l'axe c colinéaire à l'axe de torsion permet de solliciter les plans de base en cisaillement pur. L'activation des seuls systèmes basaux dans cette configuration ne permettant pas d'expliquer le fluage observé expérimentalement, nous avons émis l'hypothèse que les systèmes prismatiques $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ sont également activés, sous l'effet des contraintes internes créées par les empilements de dislocations vis basales.

L'intégration d'un modèle de glissement dévié adapté à la glace (lois de vitesse, algorithme à temps de résidence) au code DDD a permis de reproduire du fluage et de retrouver une loi de fluage sous la forme $\dot{\gamma} \propto \tau^n$ avec un exposant $n \approx 2.4$, en accord avec les données expérimentales. Une autre approche basée sur une théorie récente de mécanique des champs de dislocations a permis de modéliser la plasticité du monocristal de glace déformé en fluage grâce à une description continue des dislocations et de leurs interactions. La distinction entre dislocations géométriquement nécessaires et statistiquement réparties est essentielle dans ce modèle et différents comportements mis en évidence expérimentalement (torsion simple et inverse, effets de taille, vieillissement) ont pu être interprétés en terme d'évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires et de leur transport ainsi qu'en terme de contraintes internes dues à ces dislocations.

Les deux modèles utilisés sont complémentaires puisque les échelles de temps et d'espace qui ne pouvaient être atteintes avec la DDD le sont avec le modèle FDM et que, inversement, la DDD s'affranchit de lois de comportement phénoménologiques grâce à la description des dislocations individuelles.

Ce qu'il faut retenir du chapitre III

-  Essai de torsion idéal pour l'étude de la plasticité de la glace.
-  Activation de systèmes de glissement non basaux nécessaire pour expliquer le fluage de la glace.
-  $Q_{apparente} \approx Q_{vis\ basales}$.
-  Le glissement dévié des dislocations basales dans les plans prismatiques est envisageable.
-  La loi de fluage pourrait être expliquée par le glissement dévié.
-  Le modèle FDM reproduit le comportement en fluage à l'échelle des essais.
-  Le comportement en fluage peut être expliqué en terme d'évolution de la densité et du transport des dislocations géométriquement nécessaires.
-  DDD et FDM révèlent l'importance des contraintes internes pour le fluage.
-  DDD et FDM sont complémentaires.

Chapitre IV

Mise en évidence et caractérisation des hétérogénéités de déformation

IV.1 Introduction

Grâce à l'étude présentée dans le chapitre précédent, nous avons suggéré un mécanisme de multiplication des dislocations pouvant interpréter les principales caractéristiques du comportement mécanique du monocristal de glace. Ce mécanisme est basé sur l'existence de contraintes internes à longue distance générées par la présence de dislocations géométriquement nécessaires. La déformation se produit donc au sein du matériau d'une façon qui n'est pas totalement aléatoire et donc prévisible, dans une certaine mesure. Dans le chapitre qui vient, nous allons voir que la déformation est hétérogène, grâce à des analyses de la répartition de la déformation le long des échantillons. Ceci sera fait à partir de résultats expérimentaux et numériques (DDD). Nous évoquerons également le caractère intermittent de la déformation.

IV.2 Analyse expérimentale de la distorsion du réseau cristallin

IV.2.1 Principe de la diffraction de rayons X durs

Afin de caractériser les distorsions du réseau cristallin de nos échantillons déformés en torsion, nous avons utilisé un diffractomètre développé conjointement par l'Institut Laue Langevin (ILL) (Grenoble, France) et le Laboratoire de Spectrométrie Physique (CNRS/Université Joseph Fourier-Grenoble) (Bastie et Hamelin (1996); Hamelin et Bastie (1998)). La diffraction de rayons X est particulièrement bien adaptée à la glace du fait de sa très faible absorption des rayons X et le dispositif utilisé permet d'analyser en volume des échantillons de plusieurs millimètres d'épaisseur dans des temps très courts (le temps d'acquisition d'un cliché est de quelques secondes). Une photographie de l'installation est détaillée en figure IV.1. La figure

IV.2 montre la cellule de refroidissement utilisée et les différents degrés de liberté permettant l'orientation de l'échantillon dans le faisceau de rayons X.

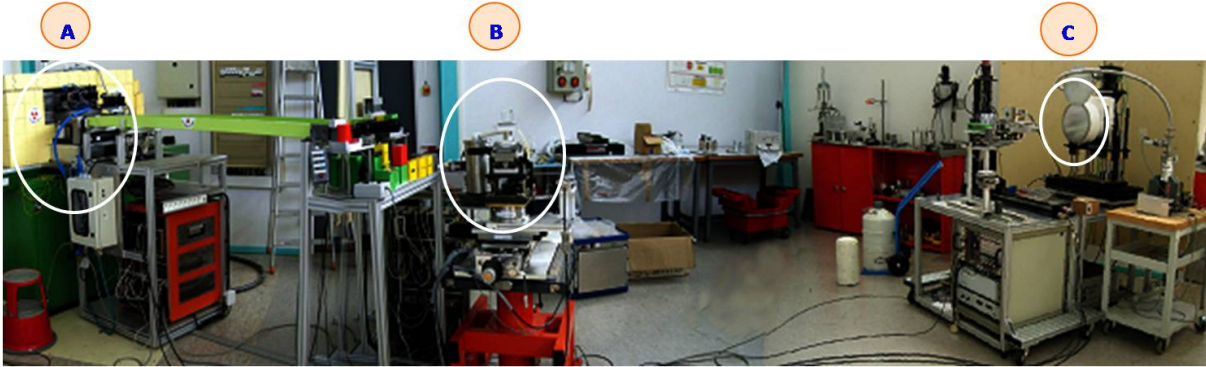


FIGURE IV.1 – Photographie de l'installation de diffraction de rayons X durs à l'ILL (Grenoble, France). A. Générateur de rayons X ; B. Cellule de refroidissement et table goniométrique ; C. Détecteur.

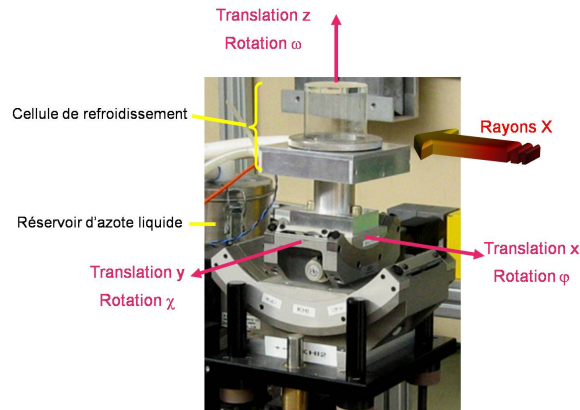


FIGURE IV.2 – Cellule de refroidissement et axes de translation et rotation de la table goniométrique sur laquelle elle est fixée.

Le principe de cette méthode de diffraction est schématisé en figure IV.3. Les rayons X utilisés sont dits “durs” en raison de leurs hautes énergies (de 100 à 400keV). Ils sont émis sous forme d'un faisceau ponctuel (foyer de l'ordre du mm²) divergent et polychromatique (toutes les longueurs d'onde correspondant à la gamme d'énergies considérées sont couvertes, c'est à dire de 0.03 à 0.12Å).

En considérant les relations :

$$\lambda_{\text{Å}} = \frac{12.4}{E_{\text{keV}}} \quad (\text{IV.1})$$

et

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (\text{IV.2})$$

où λ est la longueur d'onde considérée, d , la distance interréticulaire de la famille de plans

IV.2. ANALYSE EXPÉRIMENTALE DE LA DISTORSION DU RÉSEAU CRISTALLIN

crystallographiques considérée et θ , l'angle de Bragg correspondant, on s'aperçoit que grâce aux fortes énergies utilisées, les angles de Bragg vont être très faibles (environ 1 degré), ce qui permet de considérer que les lignes de diffraction obtenues pour l'ensemble des familles de plans réticulaires se situent toutes dans un seul et même plan, perpendiculaire au faisceau direct, dans lequel est placé le détecteur.

Lorsque ce faisceau traverse un cristal parfait, les rayons X diffractés par les plans appartenant à une même famille cristallographique convergent suivant une même ligne située à une distance du cristal égale à la distance source-cristal. Les diagrammes de Laue obtenus sont

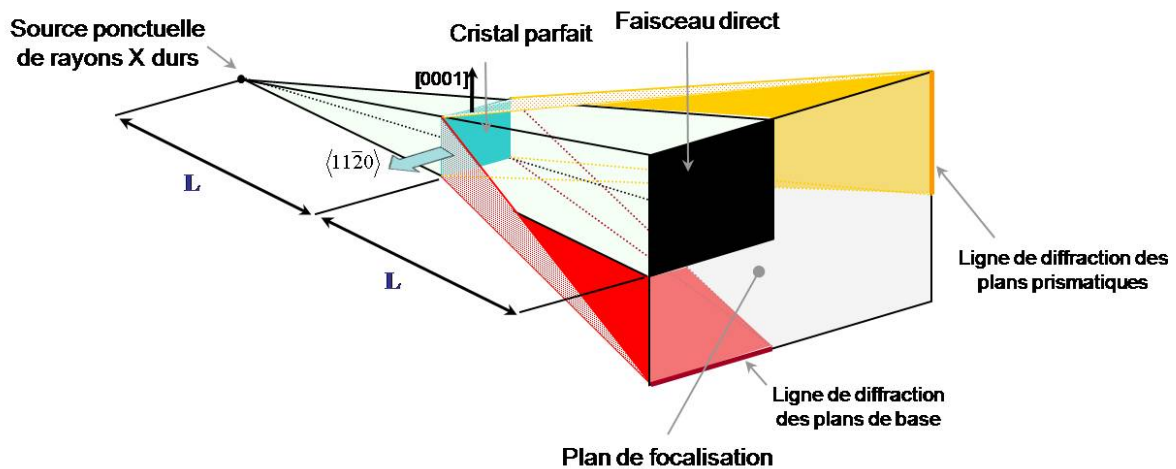


FIGURE IV.3 – Schéma de principe de la méthode de diffraction utilisée dans le cas d'un cristal parfait, exemple les plans de base et prismatiques de la glace).

donc de taille raisonnable et possèdent en outre deux propriétés essentielles :

- * La finesse des lignes de diffraction dépend à la fois de la perfection du cristal et de son épaisseur (pour un cristal infiniment mince, la largeur des lignes est égale à la taille du foyer générateur). Cependant, étant donné que les angles de Bragg sont très petits, ce dernier paramètre n'aura que peu d'influence et la largeur des lignes dépend essentiellement de la qualité du cristal. L'élargissement des taches de diffraction est également appelé **mosaïcité** et s'explique par la présence de dislocations statistiquement réparties.
- * Les coordonnées θ des lignes de diffraction dans le plan de focalisation ne dépendent que de l'orientation angulaire des plans diffractants. On peut donc obtenir une mesure très précise de l'orientation des plans réticulaires (et donc de leurs éventuelles désorientations relatives) suivant la précision du détecteur et la distance générateur-échantillon (égale à la distance échantillon-détecteur). Pour l'installation utilisée, la précision est de l'ordre de la dizaine de secondes d'arc. La **distorsion continue** $\Delta\theta$ représente la mesure de la désorientation relative des plans cristallographiques d'un

bout à l'autre de l'échantillon. Elle traduit la présence de dislocations géométriquement nécessaires ayant accommodé la déformation macroscopique. On peut d'ailleurs relier ρ_{DGN} et $\Delta\theta$ par la relation :

$$\rho_{DGN} = \frac{\Delta\theta}{bD_e} \quad (IV.3)$$

obtenue à partir des équations de courbure du réseau données par Ashby (1970) dans laquelle b est le module du vecteur de Burgers et D_e la longueur de l'échantillon illuminée par le faisceau de rayons X.

Ainsi, lors de l'analyse d'un cristal imparfait on pourra relier l'élargissement et la position des lignes diffractées à la déformation du réseau cristallin (figure IV.4). Ce schéma met également bien en évidence la possibilité de localiser ces distorsions dans l'échantillon.

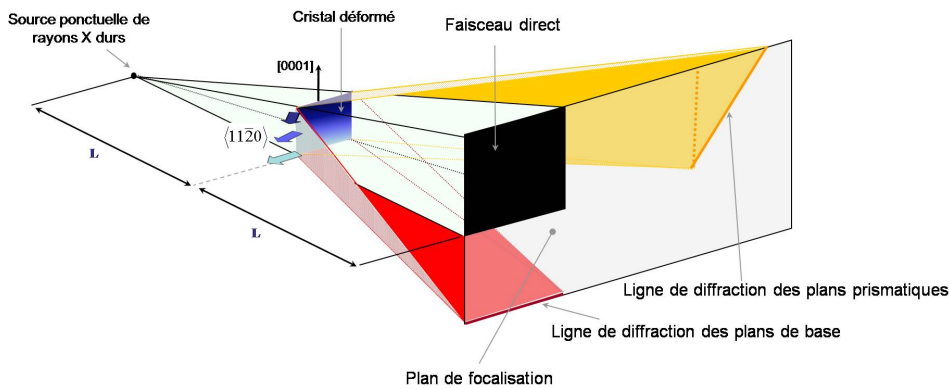


FIGURE IV.4 – Principe de la diffraction de rayons X durs dans le cas d'un cristal déformé en torsion autour de l'axe c , effet sur les taches basales et prismatiques.

Etant donnée la géométrie de nos essais de torsion, c'est avant tout la distorsion des plans prismatiques qu'il est utile de caractériser. Pour ce faire, nous analysons des lames radiales (de dimensions $\approx l = h = 20mm$ et $e = 2mm$) extraites des échantillons déformés (figure IV.5). Ces lames sont fixées sur des supports en cuivre au moyen d'une graisse assurant la conduction thermique et placées dans la cellule de refroidissement où elles sont maintenues à une température négative grâce à une circulation d'azote liquide dans le porte-échantillon.

La figure IV.6 résume l'ensemble des informations qu'il est possible d'obtenir sur les diagrammes de Laue pour une lame avec l'axe c vertical et pour un cristal présentant des distorsion des plans basaux et prismatiques. Si l'échantillon est orienté de façon à ce que l'axe c soit horizontal, la tache basale est alors celle qui est à l'horizontale du faisceau direct et la tache prismatique celle qui est à sa verticale. Notons que, plutôt que d'exposer l'ensemble du cristal aux rayons X, il peut être souhaitable de ne l'éclairer qu'à travers une fente de 1 à 2 mm de large. Ainsi, dans une configuration telle que celle présentée sur la figure IV.6,

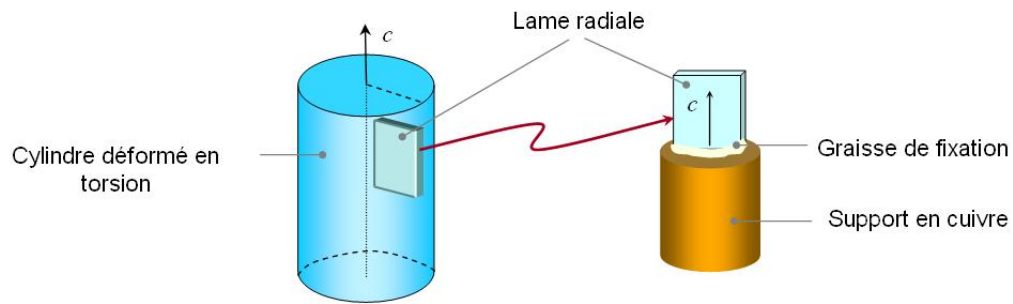


FIGURE IV.5 – Préparation des échantillons pour l’analyse par diffraction de rayons X durs.

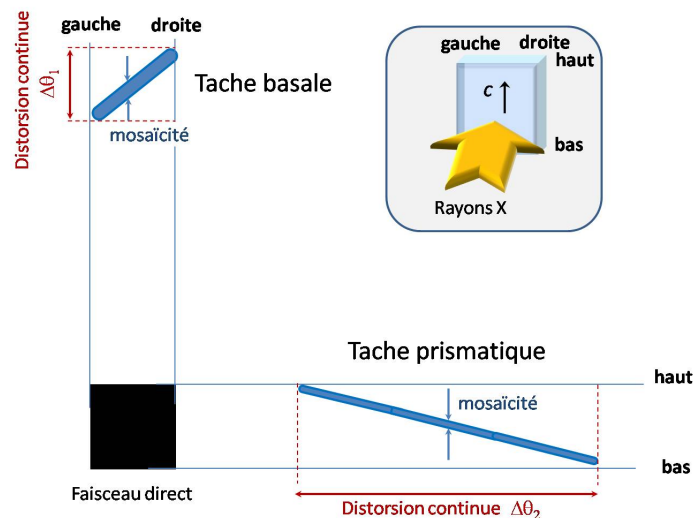


FIGURE IV.6 – Diagramme de Laue schématique où sont représentées les taches de diffraction des plans de base et des plans prismatiques pour la configuration précisée dans l’encadré

l’utilisation d’une fente verticale permet d’effectuer plusieurs analyses à différentes valeurs de rayon, ce qui offre la possibilité de déceler d’éventuelles différences en fonction du rayon, tout en conservant l’information sur toute la hauteur du cristal et donc sur l’ensemble de la distorsion.

IV.2.2 Mise en évidence d’hétérogénéités de déformation

IV.2.2.1 Cristal non déformé

La figure IV.7 est le diagramme de diffraction obtenu pour un échantillon non déformé. Les taches de diffraction des plans de base, des plans prismatiques $\{1\bar{1}00\}$ et de plans pyramidaux sont visibles. On constate qu’initialement la distorsion continue tout comme la mosaïcité sont très faibles et permet ainsi de s’assurer de la bonne qualité des cristaux avant déformation.

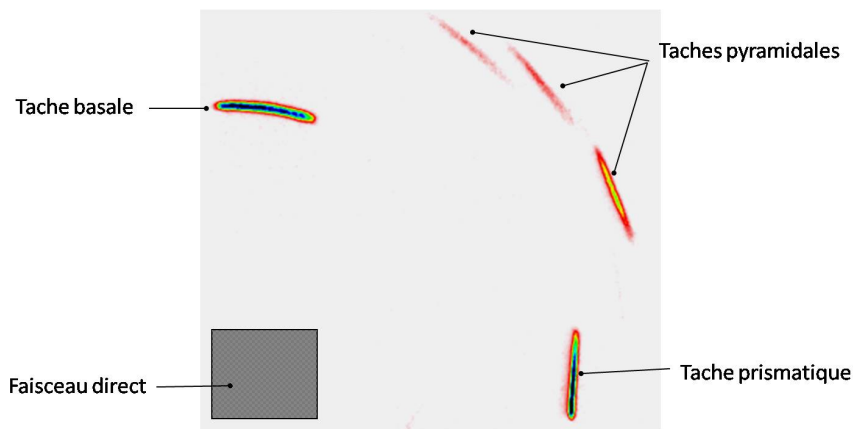


FIGURE IV.7 – Diagramme de Laue pour un monocristal de glace non déformé

IV.2.2.2 Cristal déformé

La figure IV.8 représente le diagramme de diffraction obtenu pour un échantillon de dimensions $\varnothing=h=43\text{mm}$ déformé à $-12,5^\circ\text{C}$ sous $\tau_{max}=12\text{MPa}$ jusqu'à environ 0.5%, ce qui correspond à une distorsion de $1.3 \cdot 10^{-2}^\circ/\text{mm}$. La distorsion continue mesurée est de $\approx 0.35^\circ$, pour une lame de 24mm de long soit une distorsion de l'ordre de $1.45 \cdot 10^{-2}^\circ/\text{mm}$, ce qui permet de vérifier l'homogénéité de la déformation. On remarque également une augmentation de la mosaïcité pour la tache basale sans pour autant qu'elle ne présente de distorsion continue, la densité de dislocations statistiquement réparties augmente donc sans que les plans de base ne soient distordus par des dislocations géométriquement nécessaires.

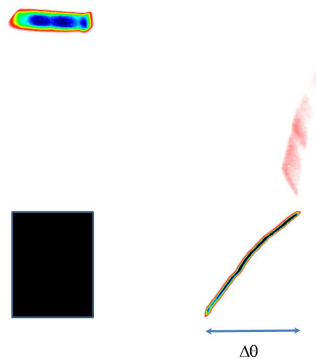


FIGURE IV.8 – Diagramme de diffraction pour un monocristal présentant une distorsion des plans prismatiques de $1.45 \cdot 10^{-2}^\circ/\text{mm}$

IV.2.2.3 Hétérogénéité du signal

La figure IV.9 est la tache de diffraction des plans prismatiques obtenue pour un échantillon plus fortement déformé ($1.5^\circ/\text{mm}$). On peut y voir clairement que l'intensité diffractée

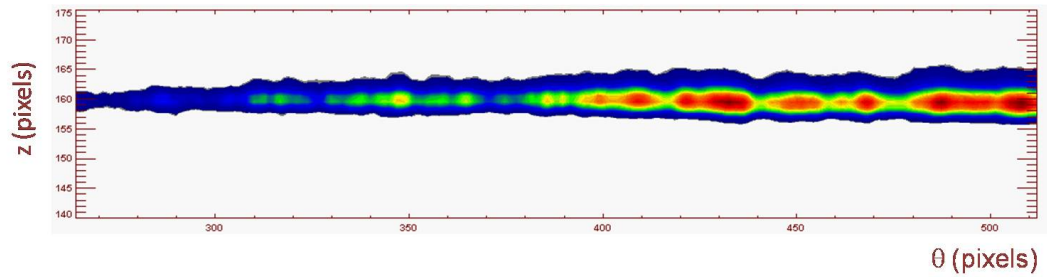


FIGURE IV.9 – Cliché de diffraction (partiel) des plans prismatiques pour un échantillon fortement déformé.

n'est pas homogène le long de l'échantillon, ce qui témoigne de l'existence d'hétérogénéités de déformation. La figure IV.10 suggère que ce caractère hétérogène augmente avec la déformation.

Dans notre cas où les échantillons sont fortement distordus, nous pouvons appliquer la théorie cinématique de la diffraction. Cette théorie suppose qu'une onde n'est diffractée qu'une seule fois par un atome, chaque élément de volume du matériau diffractant indépendamment des autres. Quand cette théorie est applicable (cristaux très distordus ou très fins), **l'intensité diffractée est proportionnelle au volume diffractant.**

Dans le cas de notre sollicitation en torsion, des plans prismatiques qui diffractent au même angle de Bragg appartiennent à un volume de cristal parfait, délimité par deux plans contenant des dislocations, que l'on dénommera par la suite "ligne de glissement". Le nombre et la mobilité des dislocations contribuant à ces lignes de glissement va déterminer l'incrément de distorsion ($\Delta\theta$) entre deux volumes non déformés. (figure IV.11).

Etant donné que lorsque des plans prismatiques diffractent à un θ différent cela implique qu'ils sont situés à une altitude z différente (attention, la réciproque n'est pas forcément vraie, surtout à petite déformation), on se rend compte que dans le cas idéal d'une résolution spatiale (en z) infinie et pour une lame parfaitement parallélépipédique, pour tous les points du plan (θ, z) où le cristal diffracterait, l'intensité diffractée aurait la même intensité (figure IV.12 A)). Les variations dans l'intensité diffractée le long de la tache de diffraction sont donc la conséquence de la résolution spatiale finie ($\delta z_0 = 0.35 \text{ mm/pixel}$) de l'appareillage (figure IV.12 C)).

La résolution angulaire finie ($\delta\theta_0 = 0.17' / \text{pixel}$) occasionne quant à elle une imprécision d'une autre nature : elle implique que des plans distordus de moins de $\delta\theta_0$ diffracteront à la même valeur de θ (figure IV.12 B)).

La combinaison de ces deux effets a pour conséquence qu'un point du plan (θ, z) réel représentera un volume de hauteur inférieure ou égale à δz_0 pouvant contenir des lignes de glissement telles que la somme des distorsions engendrées par chacune est inférieure ou égale à $\delta\theta_0$ (figure IV.12 D)).

On peut donc traduire l'intensité diffractée en un point par une densité de dislocations géométriquement nécessaires puisque la distorsion angulaire entre deux points donne la quantité de défauts nécessaires à accommoder cette distorsion et l'intensité diffractée donne accès au volume dans lequel se répartissent ces dislocations.

Cette densité est donnée par :

$$\rho = \frac{\Delta\theta}{bh} \quad (\text{IV.4})$$

La caractérisation par diffraction de rayons X durs des distorsions de nos échantillons va donc nous permettre d'établir la répartition de la densité de dislocations géométriquement nécessaires le long de l'échantillon.

Bien que la précision de cette analyse soit liée aux résolutions spatiale et angulaire du dispositif, **l'augmentation de la déformation en torsion permet d'améliorer la précision spatiale.** En effet, dans le cas de la torsion, il existe une relation strictement monotone entre la distorsion continue $\Delta\theta$ d'un point du cristal et sa position dans l'échantillon : deux points diffractant à des θ différents sont nécessairement à des altitudes différentes. Ainsi, en augmentant la déformation, on multiplie le nombre de points de mesure en θ et on divise d'autant la résolution spatiale.

A titre d'exemple, pour une hauteur de cristal analysée de 1cm extraite d'un cylindre de rayon $R=20\text{mm}$ déformé à 50%, la distorsion des plans prismatiques s'étend sur ≈ 0.25 radians ce qui correspond à un peu plus de 5000 pixels. En considérant une déformation homogène d'un bout à l'autre de l'échantillon, la résolution spatiale δz va être définie comme :

$$\delta z = \frac{Z}{N_{p\theta}} \quad (\text{IV.5})$$

où Z est la hauteur et $N_{p\theta}$ le nombre de pixels correspondant à la distorsion totale $\Delta\theta$ de la partie du cristal analysée. On aura alors une résolution δz inférieure à $5\mu\text{m}$, ce qui est comparable à la résolution qu'il est possible d'obtenir par topographie X en rayonnement synchrotron dont la mise en oeuvre est autrement plus compliquée.

IV.2.3 Analyse des hétérogénéités

IV.2.3.1 Reconstruction du signal

L'installation ne permet pas l'acquisition d'un diagramme de Laue représentant des distorsions supérieures à environ 1° , dans le cas d'échantillons fortement distordus, il va donc être nécessaire d'effectuer plusieurs acquisitions successives en faisant pivoter l'échantillon autour de l'axe ω si l'échantillon est analysé avec l'axe c vertical ou autour de l'axe χ s'il est avec l'axe c horizontal (cf figure IV.2), et de reconstruire ensuite le signal total.

De plus, au signal intrinsèque qui fait l'objet de notre intérêt se superposent d'autres signaux que nous nous sommes appliqués à éliminer afin qu'ils n'induisent pas de périodicité dans le signal reconstruit. Ces signaux parasites sont :

La tendance du bruit de fond La figure IV.13A) présente un cliché où aucun plan n'est en condition de diffraction et pour lequel le contraste fait ressortir le bruit de fond. Son origine provient de la diffusion du faisceau direct. Pour déterminer le rôle de la cellule en plexiglas dans cette diffusion, deux clichés ont été pris successivement, un avec (figure IV.13A)) et l'autre (figure IV.13 B)) sans la cellule en plexiglas. La figure IV.13C) est la différence entre ces deux clichés. Elle ne dépasse que très ponctuellement les 5000 coups, et représente donc une contribution de la cellule en plexiglas dans la diffusion inférieure à environ 10%.

On soustraira donc au signal brut la valeur du bruit de fond obtenue par linéarisation de ce signal sur la fenêtre de θ correspondante. Cette correction est en outre un moyen de s'affranchir de la variabilité dans la sensibilité de détection des pixels qui pourrait induire une erreur récurrente si elle n'était pas corrigée.

L'évolution de l'intensité diffractée avec l'angle de Bragg, θ L'intensité diffractée I varie en fonction de la longueur d'onde et donc de θ (cf relation IV.2). On a : $I \propto \theta^2$ (Schneider (1974a,b)), le signal sera donc également corrigé de cette tendance.

IV.2.3.2 Echantillons analysés

Nous avons analysé différents échantillons, tous de mêmes dimensions ($\varnothing=h \approx 43mm$) et déformés dans les mêmes conditions ($T=-12^\circ C$, $\tau_{max} = 0.12MPa$) mais à des niveaux de déformation différents. Le tableau IV.1 résume les caractéristiques dimensionnelles et de déformation des différents échantillons analysés. La résolution moyenne est également indiquée. Seules les taches prismatiques ont été analysées, les taches basales présentent

également de légères distorsions continues complexes qui sont certainement reliées à l'erreur d'alignement de l'axe c avec l'axe de torsion. Elles présentent également une mosaïcité qui augmente avec la déformation. Ceci est du à l'augmentation de la densité de dislocations statistiquement réparties qui distordent ces plans, ce qui est en accord avec le mécanisme de glissement dévié proposé et la création de segments coins prismatiques perturbant les plans de base.

Ech. N°	Dimensions analysées (mm)			Fenêtre d'analyse		distorsion locale (°/mm)	$\langle \text{résolution} \rangle$ (mm)
	h	l	e	$\Delta\theta$ (°)	Δh (mm)		
1	50	21.5	4	0.354	23.8	$1.45 \cdot 10^{-2}$	0.175
2	50.5	19	3.5	3.247	30	$1.07 \cdot 10^{-1}$	$2.6 \cdot 10^{-2}$
3	31	22	3	30	18	1.63	$1.7 \cdot 10^{-3}$

TABLE IV.1 – Dimensions et distorsions des échantillons analysés en diffraction de rayons X durs.

L'analyse présentée dans la section précédente permet de définir un profil précis de la répartition spatiale des distorsions. Le tableau IV.2 regroupe les caractéristiques des volumes (représentés par leur hauteur h) distordus de $\delta\theta_0 = 0.17'$. On s'aperçoit que l'on est en mesure de détecter des hauteurs inférieures à $0.3\mu m$ pour les zones les plus distordues du cristal.

Ech. N°	h_{min} (mm)	h_{max} (mm)	$\langle h \rangle$ (mm)	σ_h (mm)
1	$4 \cdot 10^{-2}$	$4.8 \cdot 10^{-1}$	$1.9 \cdot 10^{-1}$	$9 \cdot 10^{-2}$
2	$5.2 \cdot 10^{-3}$	$1.17 \cdot 10^{-1}$	$3.1 \cdot 10^{-2}$	$1.8 \cdot 10^{-2}$
3	$3 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$2.2 \cdot 10^{-3}$	$1.1 \cdot 10^{-3}$

TABLE IV.2 – Caractéristiques de la distribution des hauteurs des volumes distordus de $\delta\theta_0 = 0.17'$. h_{min} =hauteur minimale, h_{max} =hauteur maximale, $\langle h \rangle$ = hauteur moyenne, σ_h = écart-type.

Il est ensuite possible de traduire cela en terme de densités de dislocations et d'obtenir les profils $\rho(z)$ présentés en figure IV.14.

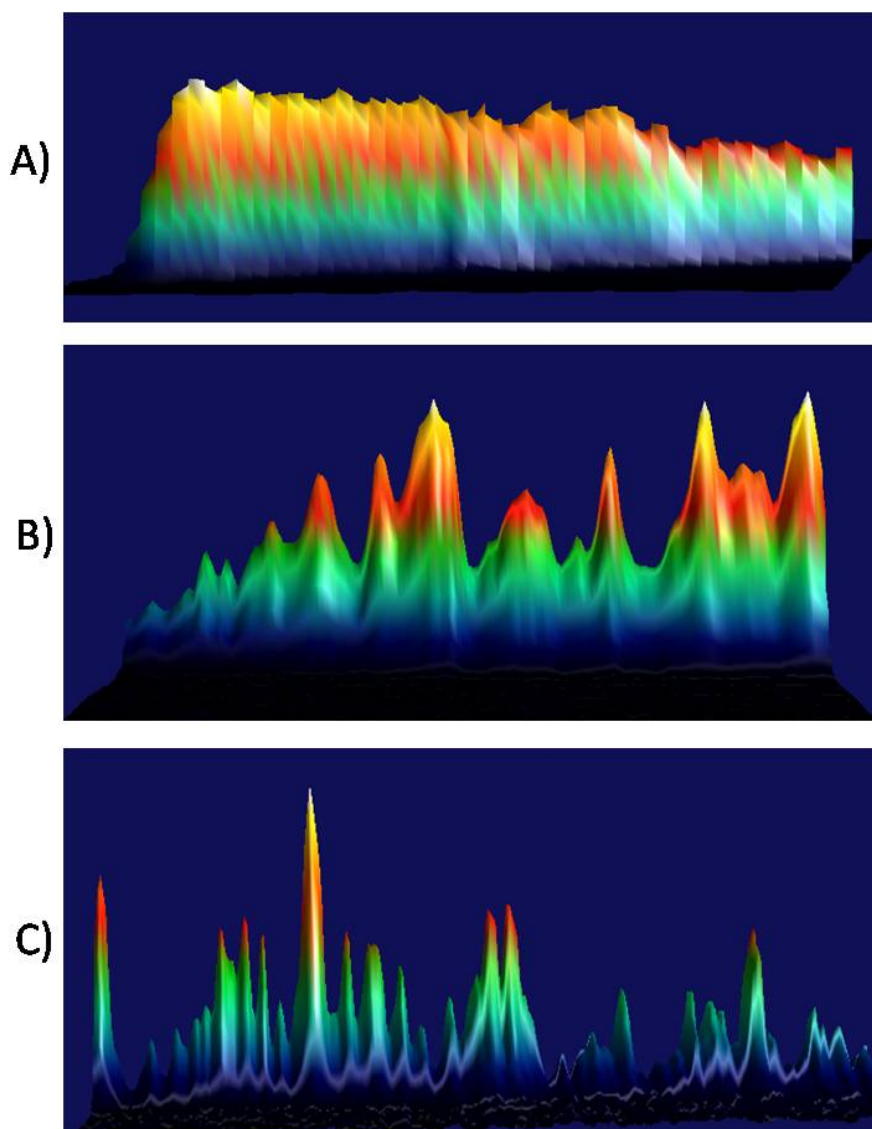


FIGURE IV.10 – Représentation en 3 dimensions des taches de diffraction des plans prismatiques pour des échantillons de plus en plus distordus (A) : $1.45 \cdot 10^{-2} \text{°/mm}$; B) : $1.07 \cdot 10^{-1} \text{°/mm}$; C) : 1.63°/mm .

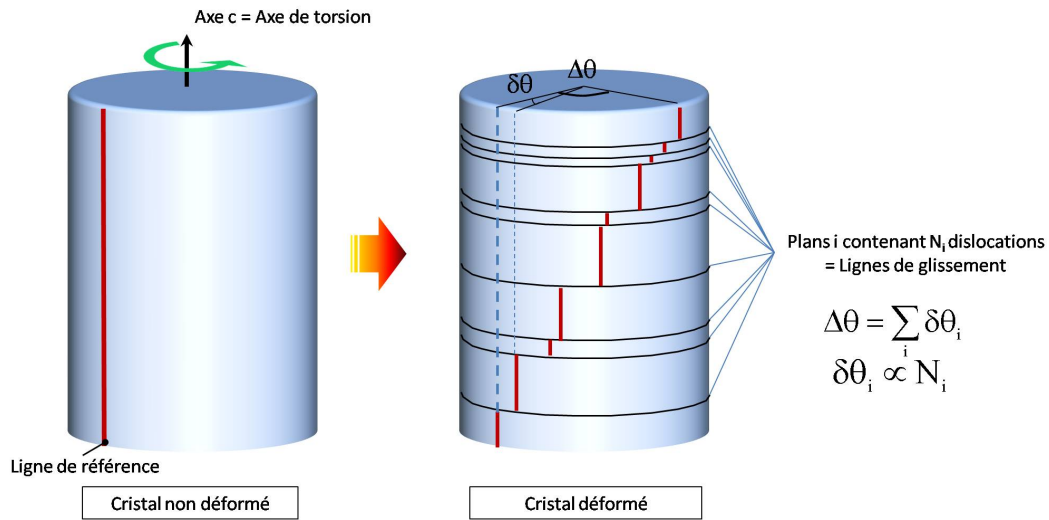


FIGURE IV.11 – Représentation schématique de la déformation en torsion

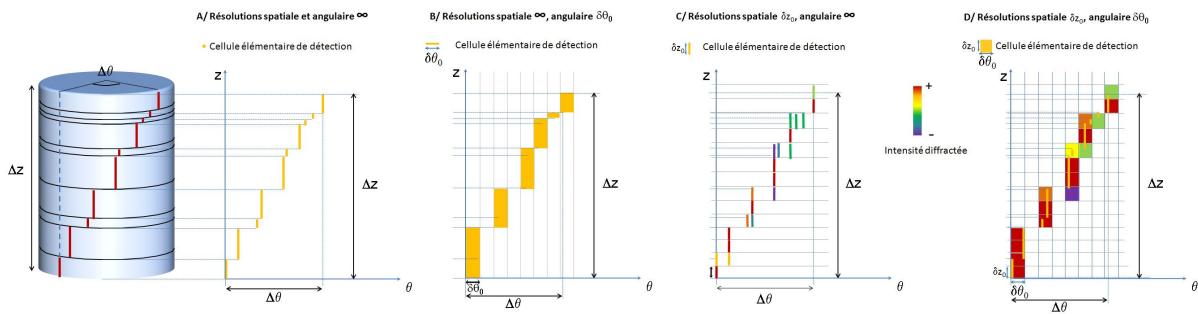


FIGURE IV.12 – Représentation schématique d'un diagramme de diffraction suivant la résolution spatiale et angulaire.

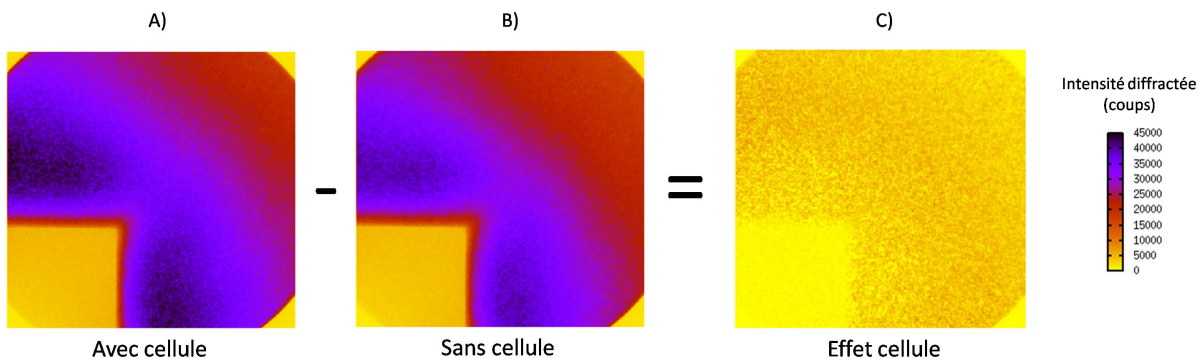


FIGURE IV.13 – clichés

IV.2. ANALYSE EXPÉRIMENTALE DE LA DISTORSION DU RÉSEAU CRISTALLIN

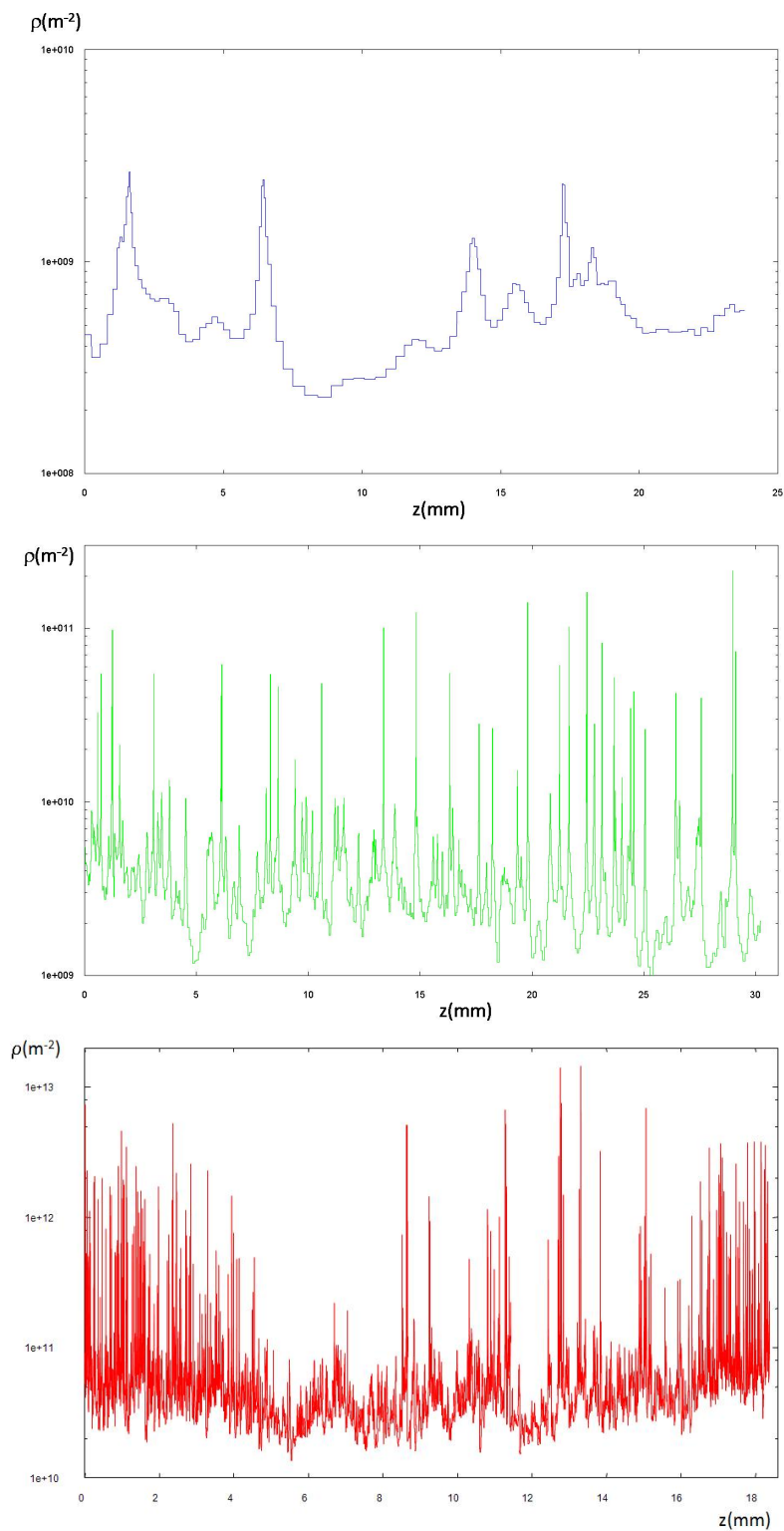


FIGURE IV.14 – Répartition de la densité de dislocations le long de l'échantillon pour les différents échantillons (haut : échantillon 1 ; milieu : échantillon 2 ; bas : échantillon 3).

Dans le tableau IV.3, nous avons regroupé les caractéristiques statistiques de la distribution des densités de dislocations le long de l'échantillon.

Ech. N°	$\rho_{min}(m^{-2})$	$\rho_{max}(m^{-2})$	$\langle \rho \rangle (m^{-2})$	$\sigma_{\rho}(m^{-2})$	$\frac{\sigma_{\rho}}{\langle \rho \rangle}$
1	$2.3 \cdot 10^8$	$2.65 \cdot 10^9$	$7.72 \cdot 10^8$	$5 \cdot 10^8$	$6.5 \cdot 10^{-1}$
2	$9.4 \cdot 10^8$	$2.14 \cdot 10^{11}$	$6.63 \cdot 10^9$	$1.35 \cdot 10^{10}$	2.04
3	$1.35 \cdot 10^{10}$	$1.45 \cdot 10^{13}$	$1.02 \cdot 10^{11}$	$3.9 \cdot 10^{11}$	3.8

TABLE IV.3 – Caractéristiques de la distribution des densités de dislocations géométriquement nécessaires.

Nous remarquons que plus l'échantillon est déformé, plus le rapport $\frac{\sigma_{\rho}}{\langle \rho \rangle}$ augmente (figure IV.15). Lorsque $\sigma_{\rho} = \langle \rho \rangle$, cela signifie que les dislocations sont distribuées de manière uniforme et implique qu'il n'existe pas de corrélations conditionnant la position des différents sites où se déclenche l'activité plastique. Dans notre cas, $\sigma_{\rho} < \langle \rho \rangle$ pour l'échantillon le moins déformé, signifiant que les dislocations ont plutôt tendance à se repousser (σ_{ρ} serait nul si il y avait équirépartition). Ensuite, $\frac{\sigma_{\rho}}{\langle \rho \rangle} > 1$ augmente avec la déformation. Ces fluctuations de plus en plus importantes autour de la valeur moyenne signifient alors que les dislocations ont tendance à se regrouper de plus en plus, suggérant une organisation invariante d'échelle des densités de dislocations le long de l'échantillon comme le laisse supposer qualitativement l'allure des signaux (figure IV.16).

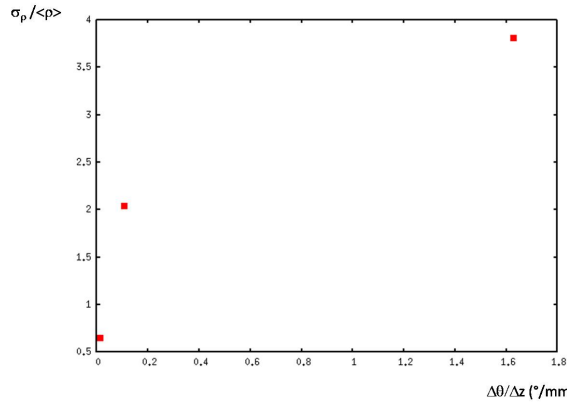


FIGURE IV.15 – Evolution du rapport $\frac{\sigma_{\rho}}{\langle \rho \rangle}$ avec la distorsion des plans prismatiques.

Il est également possible d'évaluer les éventuelles corrélations dans la distribution des densités de dislocations le long de l'échantillon en évaluant la fonction d'autocorrélation du signal $\rho(z)$, tracée en figure IV.19 pour les différents échantillons. La fonction d'autocorrélation $r(k)$ est définie comme :

$$r(k) = \frac{1}{N - k} \frac{\sum_{z=1}^{N-k} (\rho_z - \bar{\rho})(\rho_{z+k} - \bar{\rho})}{\frac{1}{N} \sum_{z=1}^N (\rho_z - \bar{\rho})^2} \quad (\text{IV.6})$$

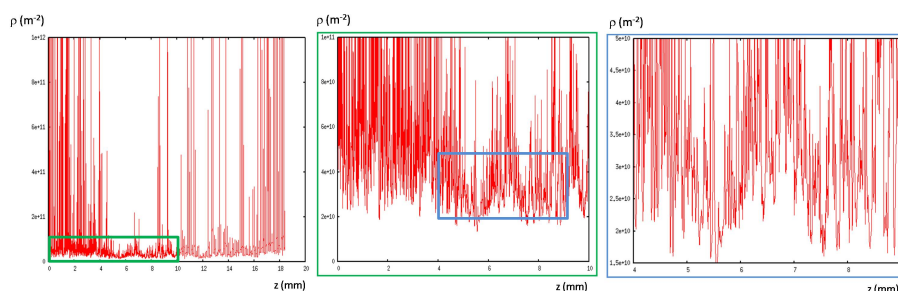


FIGURE IV.16 – zooms successifs sur le profil de répartition des densités de dislocations le long de l'échantillon le plus déformé.

où k décrit l'ensemble des intervalles entre deux points de mesure, depuis la résolution jusqu'à la moitié de l'intervalle maximal sur lequel la mesure a été réalisée.

Notons que le signal $\rho(z)$ dont nous disposons n'est pas échantillonné régulièrement en z mais en θ et que nous devons donc le rééchantillonner. Les valeurs de r pour k inférieur à h_{max} du tableau IV.2 seront donc à considérer avec prudence puisque en dessous de cette valeur, des points d'altitude différente peuvent représenter le même volume et donc la même densité de dislocations alors qu'en réalité cette valeur n'est attribuée que par manque de résolution.

La figure IV.17 présente la fonction d'autocorrélation pour l'échantillon N°1. Cette courbe révèle l'existence de corrélations à longue distance dans la distribution des densités de dislocations depuis la résolution de la mesure jusqu'à la taille de l'échantillon, soit sur plus de trois ordres de grandeur.

Le spectre de puissance obtenu par transformée de Fourier rapide (FFT) de cette fonction d'autocorrélation tout comme la densité de probabilité cumulée (figure IV.18 A et B) révèlent l'invariance d'échelle de l'organisation des dislocations.

Au cours de la déformation, ces caractéristiques de corrélation et d'invariance d'échelle évoluent. Sur la figure IV.19 sont tracées les fonctions d'autocorrélation obtenues pour les trois échantillons.

On remarque que les corrélations diminuent lorsque la déformation augmente, même si la fonction garde des valeurs positives jusqu'à des dimensions de l'ordre de la taille de l'échantillon, y compris pour l'échantillon le plus déformé.

Les figures IV.20 et IV.21 montrent l'évolution de l'organisation invariante d'échelle des dislocations.

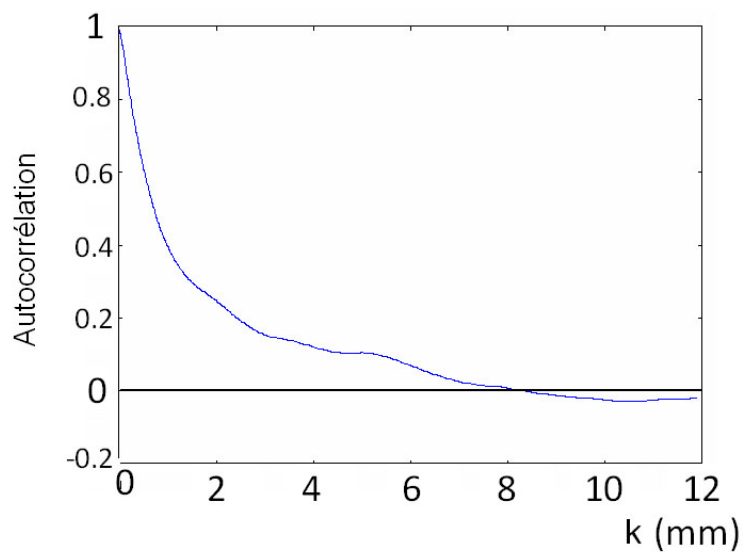


FIGURE IV.17 – Fonction d'autocorrélation du signal présenté en figure IV.14 pour l'échantillon le moins déformé

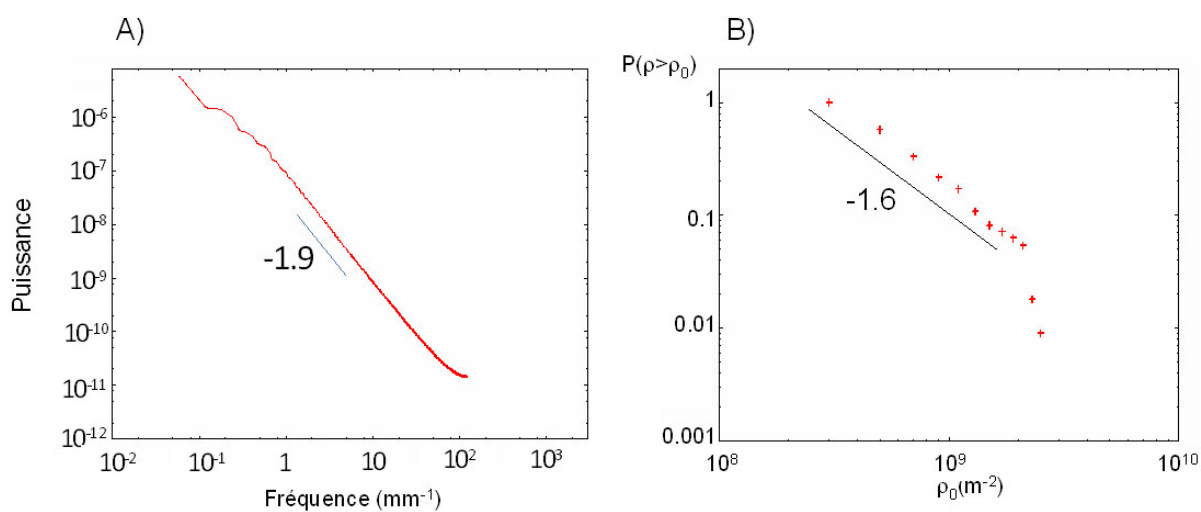


FIGURE IV.18 – Mise en évidence de l'organisation invariante d'échelle pour l'échantillon N°1. A) Spectre de puissance obtenu par transformée de Fourier rapide ; B) Fonction densité de probabilité cumulée.

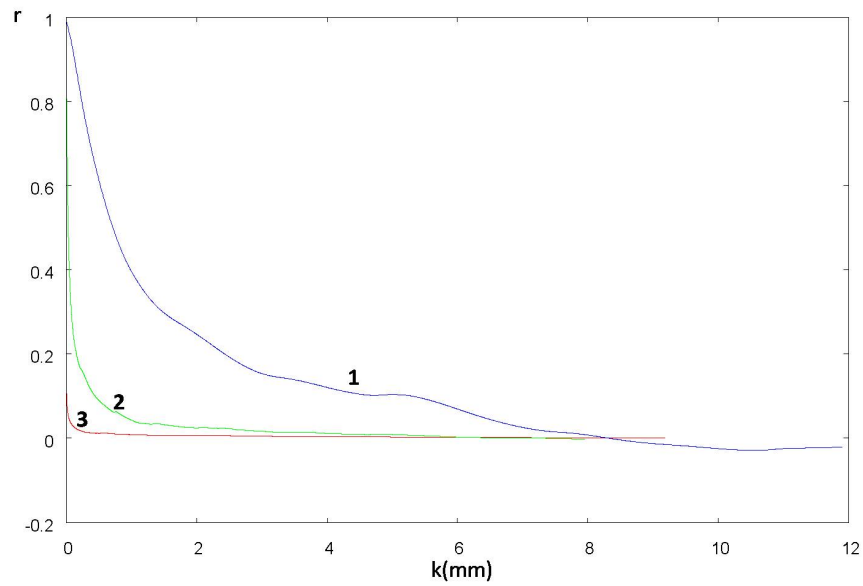


FIGURE IV.19 – Fonction d'autocorrélation pour les différents échantillons.

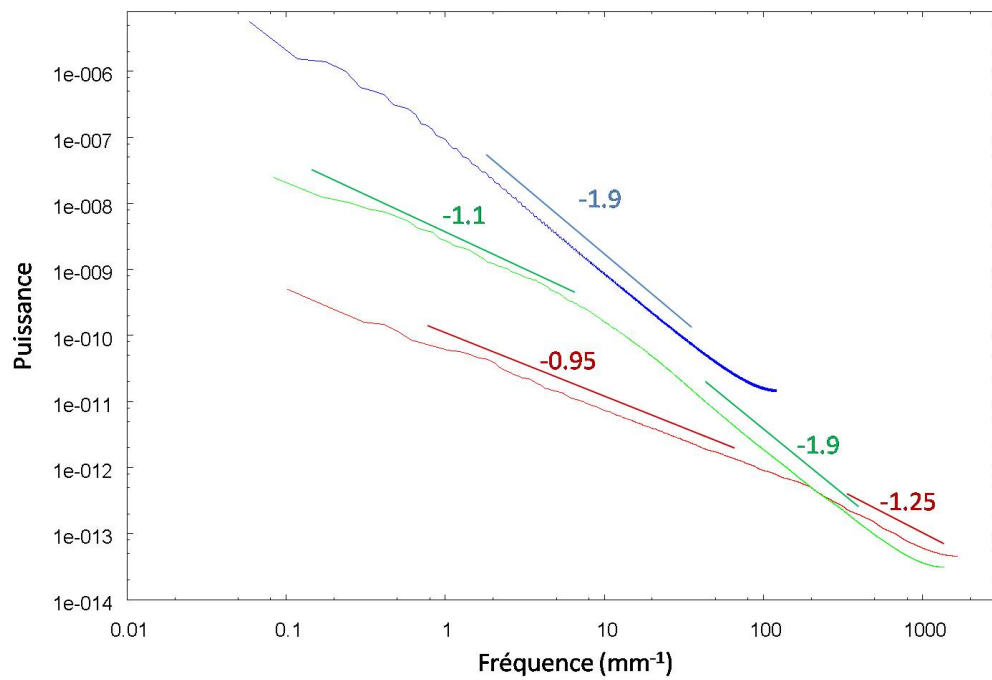


FIGURE IV.20 – Spectres de puissance obtenus par FFT des fonctions d'autocorrélation présentées en figure IV.19 pour les différents échantillons.

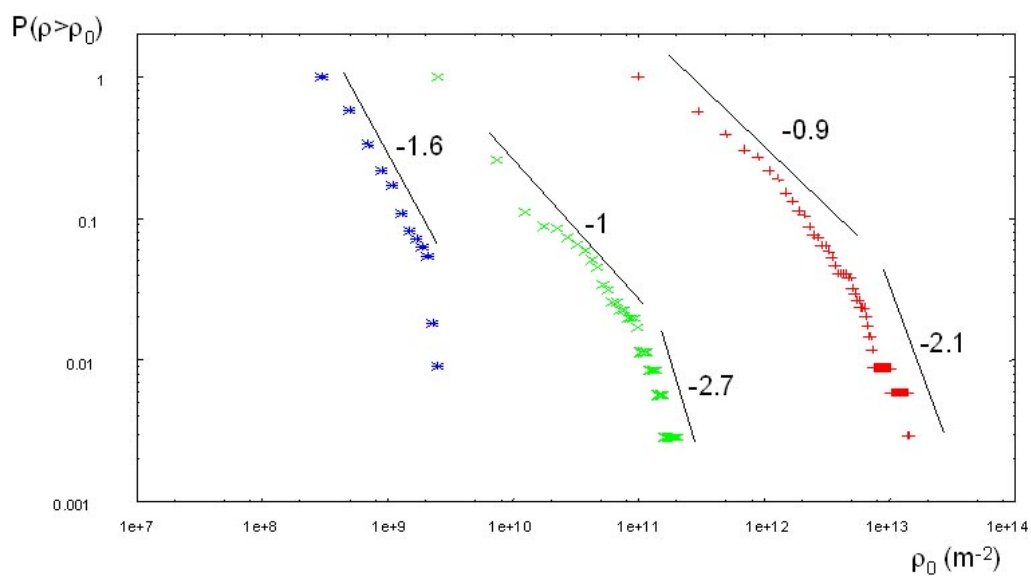


FIGURE IV.21 – Densité de probabilité cumulée des densités de dislocations pour les différents échantillons.

IV.2.4 Discussion

IV.2.4.1 Interprétation

On constate que les caractéristiques de corrélation et d'invariance d'échelle changent au cours de la déformation, plusieurs régimes semblent coexister, à différentes échelles.

Pour que la fonction d'autocorrélation tende vers 0, cela signifie, d'après l'équation IV.6, soit que les valeurs de ρ se rapprochent de $\bar{\rho}$, ce qui ne semble pas être le cas, soit qu'il y a une alternance particulière des valeurs autour de la moyenne qui fait que le produit $(\rho_z - \bar{\rho})(\rho_{z+k} - \bar{\rho})$ prend tantôt des valeurs positives, tantôt des valeurs négatives pour chaque valeur de k . Cela suggère une organisation complexe et particulière des dislocations et laisse supposer l'existence d'une organisation à un degré supérieur à celui d'une "simple" organisation invariante d'échelle.

Les spectres de puissance et densités de probabilité montrent également qu'au cours de la déformation, les événements semblent suivre des lois d'échelles différentes suivant leur amplitude et leur fréquence spatiale. La tendance générale étant que les grands événements deviennent relativement de plus en plus probables mais également que les événements ont tendance à s'homogénéiser dans l'espace.

Pour expliquer ces tendances, on peut faire référence au mécanisme de multiplication qui a été suggéré au chapitre précédent. On peut ainsi discerner deux contributions différentes à la déformation. Il y a tout d'abord celle des dislocations glissant dans les plans initiaux. Si les sources de dislocations correspondantes ne sont pas activées exactement simultanément, il s'agira de sources dont la position sera déterminée par la contrainte interne créée par les dislocations déjà présentes. Les interactions entre ces plans seront donc à longue distance et auront pour origine la simple présence des dislocations dans les différents plans.

Ensuite, la déformation se produit par glissement dévié des dislocations présentes dans les plans de base initiaux. La position des nouveaux plans est alors déterminée à la fois par la contrainte interne mais aussi pas la contrainte appliquée. L'organisation des dislocations à proximité des plans initiaux sera donc le résultat d'interactions à courte distance ayant fait appel à la présence (initiation du glissement dévié) et au transport des dislocations. Ce développement de la déformation est associé à une évolution du champ de contraintes internes autour du plan de base initial qui a pour effet d'écranter les interactions qui existaient initialement entre les différents plans de base, avant que le glissement dévié ne se produise. On peut donc supposer qu'au cours de la déformation, ces différentes contributions imposent tour à tour une organisation différente des dislocations et une loi d'échelle associée.

IV.2.4.2 Comparaison avec les résultats précédemment obtenus

Le fait qu’il existe des corrélations à longue distance pour certains échantillons déformés suggère que la répartition des dislocations géométriquement nécessaires est régie par les interactions à longue distance entre dislocations. Ceci est en accord avec les résultats précédemment obtenus pour des échantillons analysés par topographie X en rayonnement synchrotron (Montagnat *et al.* (2006)), présentés en figure IV.22 où les longueurs de corrélations étaient aussi de quelques millimètres. Le spectre en puissance correspondant montre un régime en loi puissance sur toute la gamme d’échelles considérées (de $\approx 15\mu m$ à 7mm) caractérisé par un exposant $\mu = -1.3$ correspondant à un exposant de Hurst de 0.15.

On peut également mentionner qu’une différence entre le signal obtenu en diffraction de

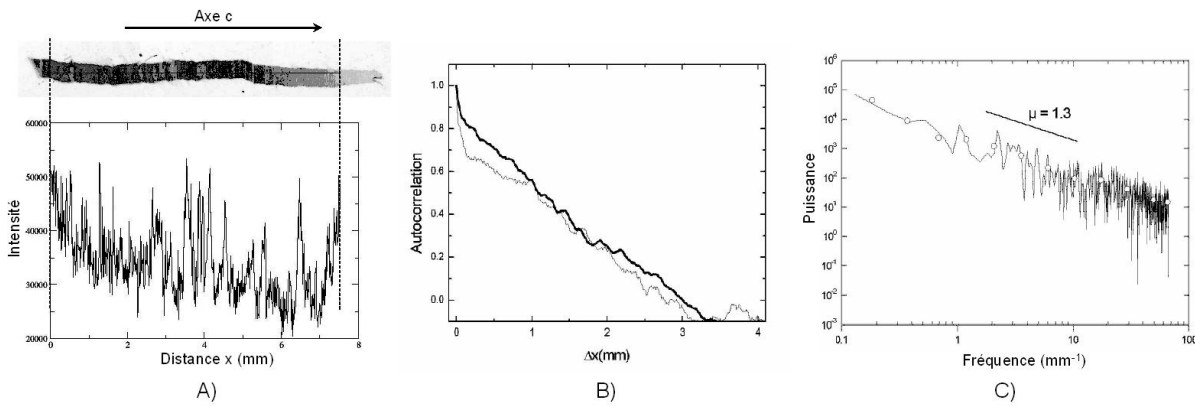


FIGURE IV.22 – Analyse de la distorsion des plans prismatiques par topographie X en rayonnement synchrotron. A) Profil de l’intensité diffractée le long de l’échantillon. B) Fonction d’autocorrélation de ce signal. C) Spectre en puissance correspondant. (Montagnat *et al.* (2006)).

rayons X durs et celui obtenu en topographie X est que, pour ce dernier, l’intensité du signal est fonction de la densité de dislocations, qu’elles aient été mobiles ou non. On peut imaginer qu’un nombre plus important de dislocations dans un plan puisse provoquer moins de distorsion des plans prismatiques si celles-ci sont immobiles. Cela peut peut-être expliquer la différence entre les différents exposants

Ces précédents travaux semblaient également montrer à partir d’échantillons déformés et non déformés analysés en diffraction de rayons X durs que la corrélation augmentait avec la déformation. Cependant, l’analyse d’un cristal non déformé dans un but de comparaison avec des cristaux déformés est discutable dans la mesure où la théorie cinématique de la diffraction n’est vraisemblablement pas applicable. De plus, la tendance du bruit de fond n’avait pas été retirée, ni celle due à l’augmentation de θ on peut donc penser que ces tendances sont en grande partie responsables de ces corrélations (figure IV.23).

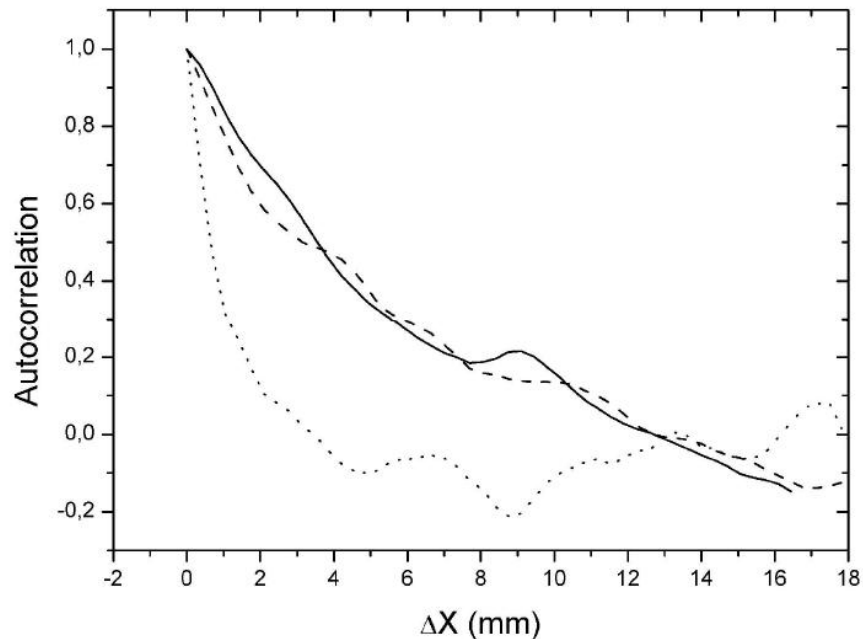


FIGURE IV.23 – Fonction d'autocorrélation obtenue en diffraction de rayons X durs obtenus pour un échantillon non déformé (pointillés) et deux échantillons déformés (tirets : torsion simple ; trait plein : torsion bidirectionnelle) (Montagnat *et al.* (2006)).

IV.3 Analyse de la déformation obtenue en Dynamique des Dislocations Discrètes

Les simulations DDD permettent d'accéder à une information comparable à celle obtenue expérimentalement en traçant les profils de champs de déplacement le long de l'axe de torsion de l'échantillon (figure IV.24). Notons que les profils de densité de dislocations qu'il est possible d'obtenir à partir de la microstructure de dislocations obtenue en fin de simulation (figure IV.25) ne sont pas suffisants. En effet, cette vision statique n'est pas correcte dans la mesure où le lien entre la densité de dislocations et les distorsions du réseau est la mobilité des dislocations, qui peut être très variable. Ainsi, une faible densité de dislocations très mobiles peut engendrer une distorsion du réseau supérieure à celle générée par une forte densité de dislocations quasi-sessiles.

La fonction d'autocorrélation de ce signal est présentée en figure IV.26, de même que celle obtenue sans glissement dévié, pour une distribution aléatoire (en terme de position, nombre de dislocations, délai de déclenchement) du même nombre de sources que le nombre

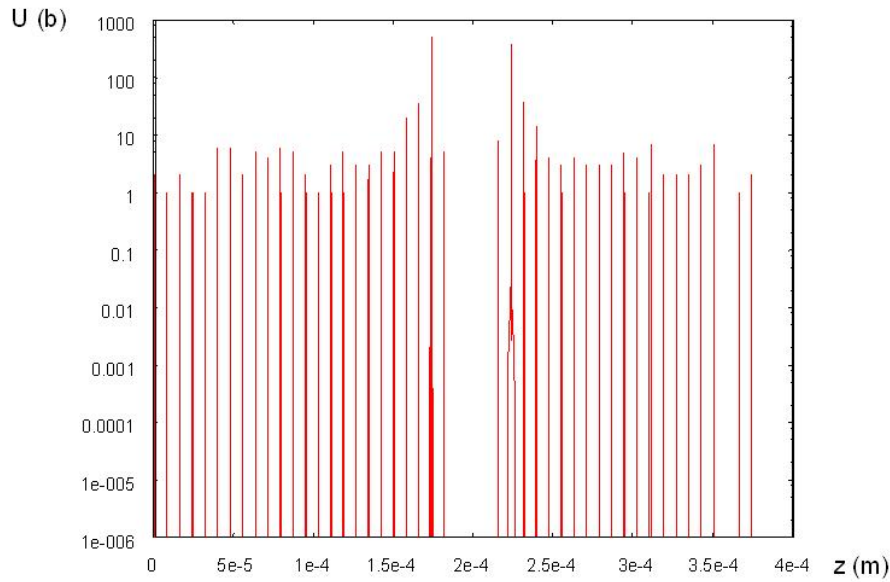


FIGURE IV.24 – Champ de déplacement le long de l’axe c , obtenu en DDD.

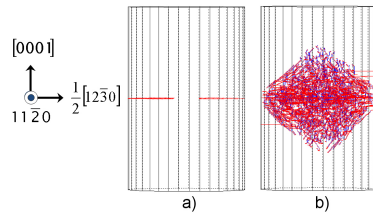


FIGURE IV.25 – Evolution de la microstructure de dislocations au cours d’une simulation DDD. a) Configuration initiale; b) Multiplication des dislocations par glissement dévié et propagation de la déformation le long de l’axe c .

de plans contenant des dislocations dans le cas où le glissement dévié est autorisé.

Pour la simulation où le glissement dévié est autorisé, on observe de faibles corrélations qui restent néanmoins positives jusqu’aux dimensions de la boîte de simulation. Lorsque les sources sont distribuées aléatoirement, les corrélations chutent encore plus brutalement et on peut même noter une légère anticorrélation pour les très faibles intervalles.

Les spectres de puissance obtenus par FFT pour ces deux fonctions d’autocorrélation sont présentés en figure IV.27.

On constate que la répartition aléatoire des sources de dislocations ne conduit pas à une distribution invariante d’échelle des dislocations le long de l’échantillon, contrairement à ce que le glissement dévié permet d’obtenir. En effet, dans ce cas, le spectre en puissance varie en $f^{-\mu}$ avec $\mu = 0.95$. Cet exposant correspond à la valeur du même exposant obtenu pour le signal expérimental aux grandes déformations, ce qui laisse supposer que la structure obtenue en fin de simulation possède des caractéristiques similaires à celles obtenues en grande déformation.

IV.3. ANALYSE DE LA DÉFORMATION OBTENUE EN DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS DISCRÈTES

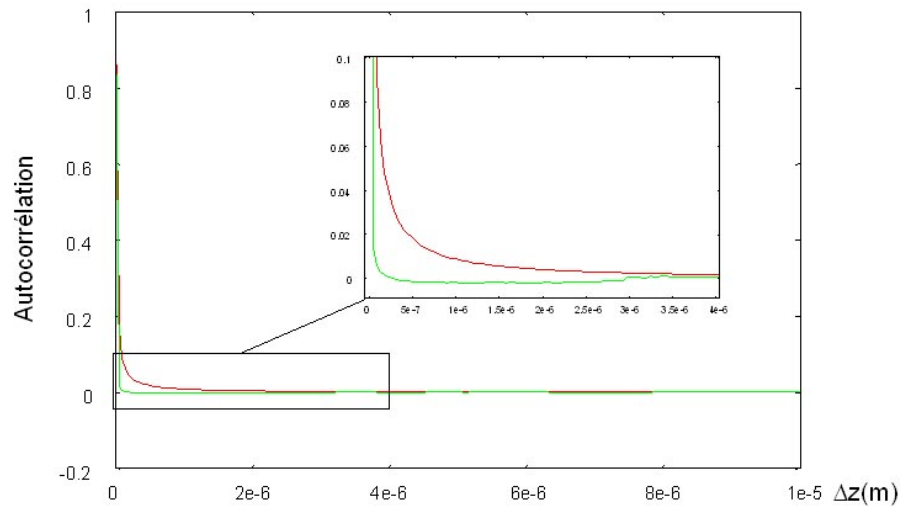


FIGURE IV.26 – Fonction d'autocorrélation obtenue avec la DDD. Courbe rouge : avec glissement dévié. Courbe verte : sans glissement dévié pour une répartition aléatoire des sources de dislocations.

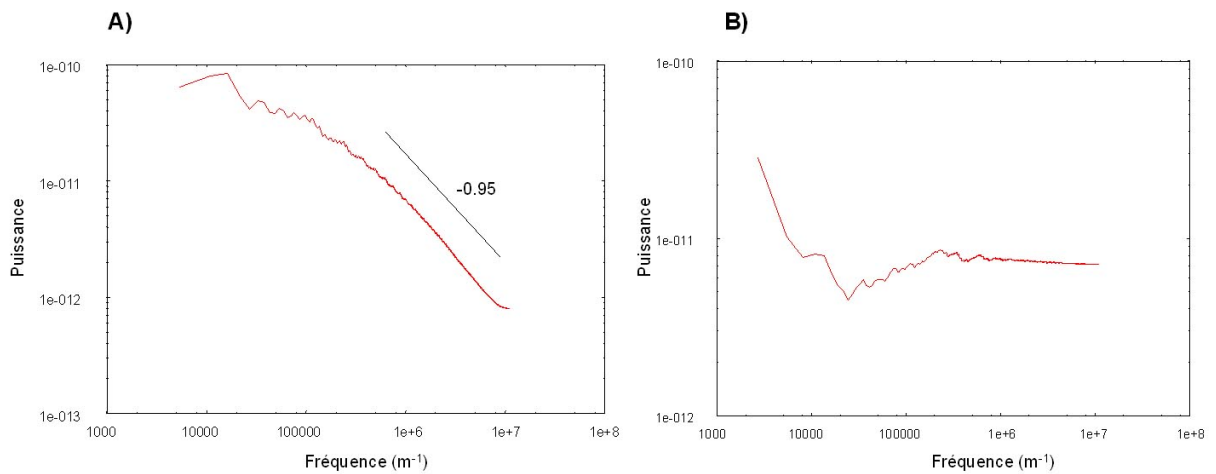


FIGURE IV.27 – Spectres de puissance obtenus par FFT des fonctions d'autocorrélation présentées en figure IV.26. A) Simulation avec glissement dévié. B) Simulation sans glissement dévié pour une répartition aléatoires des sources de dislocations.

La figure IV.28 présente la distribution cumulée des champs de déplacement le long de l'échantillon. On trouve une distribution en loi puissance $P(U > U_0) = U_0^n$ avec un exposant $n = -0.7$. Cet exposant est légèrement plus faible que la valeur obtenue expérimentalement pour l'échantillon déformé, ce qui va également dans le sens de ce qui a été dit précédemment : la structure de dislocations obtenue en fin de simulation pour la configuration simplifiée étudiée posséderait les caractéristiques de la microstructure obtenue expérimentalement à très grande déformation.

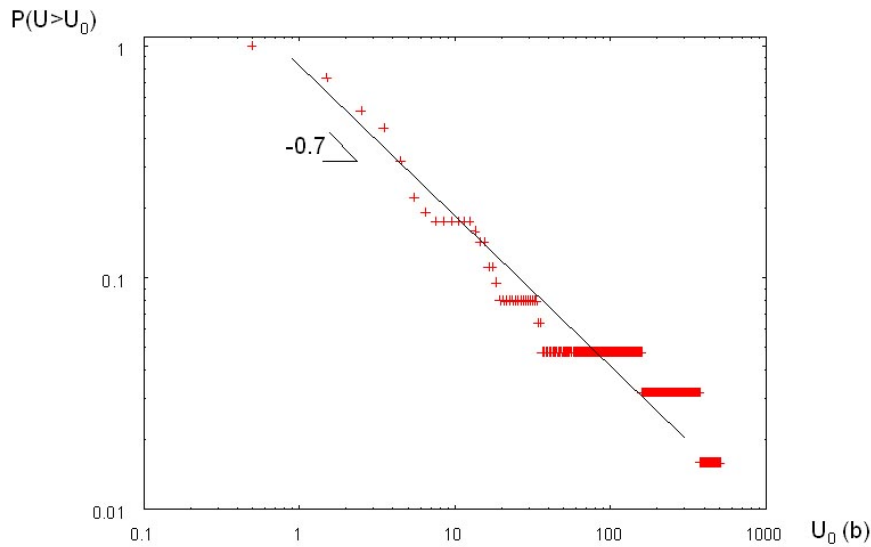


FIGURE IV.28 – Densité de probabilité des champs de déplacement obtenus en DDD.

IV.4 Analyse de l’intermittence

Nous venons de voir que la déformation plastique n’était pas répartie de façon homogène dans l’espace, il est donc raisonnable de penser que les évènements de déformation n’interviennent pas non plus de façon régulière dans le temps.

IV.4.1 Signal expérimental

Les expériences de fluage que nous avons réalisées ne sont pas les mieux adaptées pour l’étude de l’intermittence. En effet, le signal permettant ce type d’analyse est $\dot{\gamma}(t)$. Or dans notre cas, la vitesse de déformation augmente sans cesse au cours de l’essai et impose donc une renormalisation de cette fonction afin de supprimer toute tendance croissante. De plus, le système de mesure de la déformation ne permet pas de détecter des évènements très petits, l’erreur de mesure sera donc minimale pour les plus grandes vitesses de déformation, quand l’accélération est maximale...

Notons toutefois qu’une telle étude réalisée avec un dispositif de grande sensibilité (type émission acoustique) offrirait la possibilité de suivre l’évolution des caractéristiques du signal temporel au cours de la déformation. Cela permettrait de voir si les différents stades de la déformation que nous avons supposés (glissement basal dans des plans initiaux puis multiplication autour de ces plans) sont également associés à des distributions temporelles des évènements différentes, suivant le niveau de déformation considéré et éventuellement d’établir l’existence de corrélations spatio-temporelles.

IV.4.2 Signal obtenu en DDD

La figure IV.29 représente l'évolution de l'occurrence des évènements de glissement dévié au cours du temps. Pour représenter ce paramètre, nous avons utilisé la valeur absolue de la dérivée par rapport au temps de la composante α_{13} du tenseur de Nye qui représente les segments coin prismatiques créés par glissement dévié. La fonction d'autocorrélation de ce

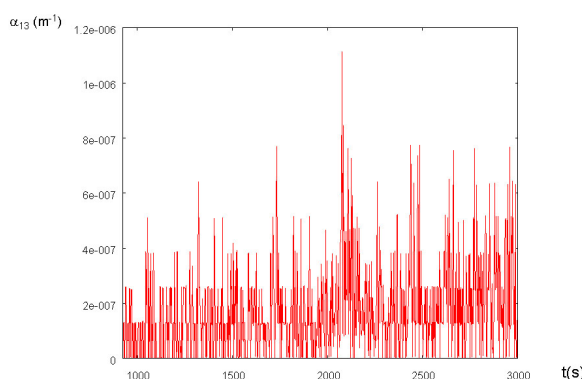


FIGURE IV.29 – Évènements de glissement dévié au cours du temps simulés par DDD.

signal est tracée en figure IV.30.

Elle révèle des interactions temporelles entre les évènements de glissement dévié qui semblent

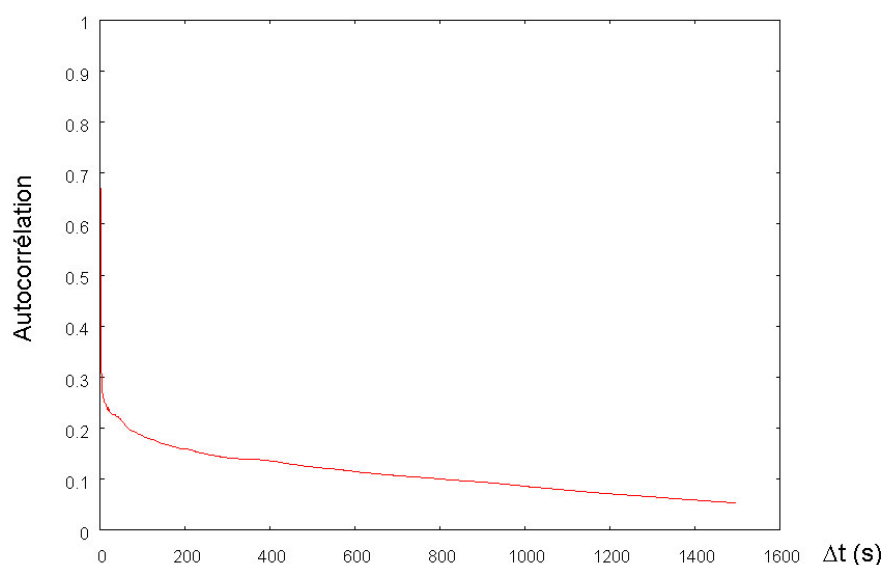


FIGURE IV.30 – Fonction d'autocorrélation du signal présenté en figure IV.29.

se prolonger au-delà de la durée de la simulation (1500s). Le spectre de puissance calculé par FFT de cette fonction d'autocorrélation est présenté en figure IV.31 et illustre l'organisation temporelle des évènements. On peut distinguer deux régimes suivant la gamme de fréquences considérées, les hétérogénéités étant moins prononcées pour les hautes que pour les basses

fréquences.

La densité de probabilité cumulée des évènements de glissement dévié est présentée en figure

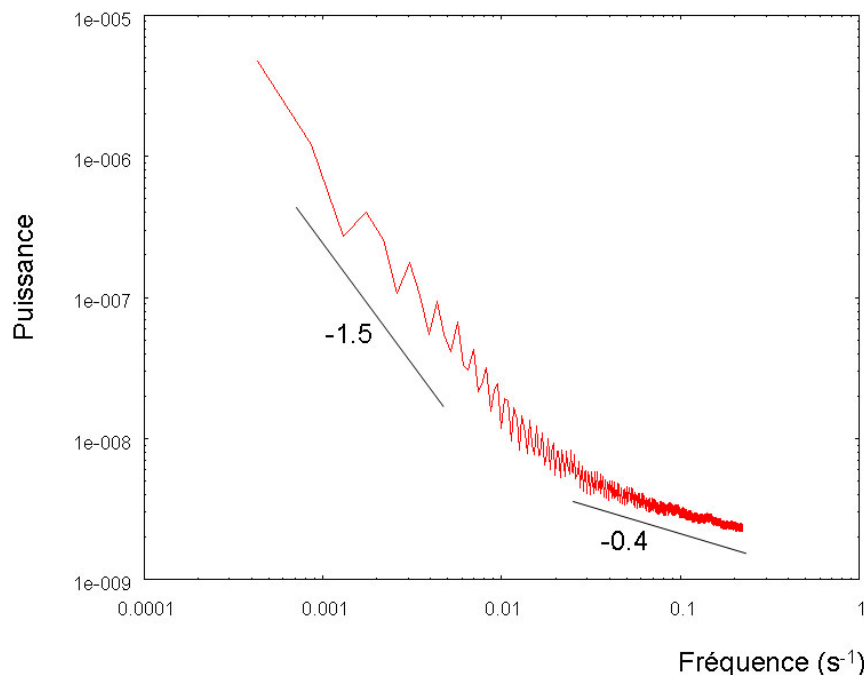


FIGURE IV.31 – Spectre de puissance obtenu par FFT de la fonction d'autocorrélation présentée en figure IV.30.

IV.32. Le nombre de mesures à disposition ne permet pas d'avoir une très bonne statistique et si une loi puissance peut être établie pour les valeurs intermédiaires, on constate qu'une fonction exponentielle est peut-être plus adaptée pour l'ensemble des valeurs considérées.

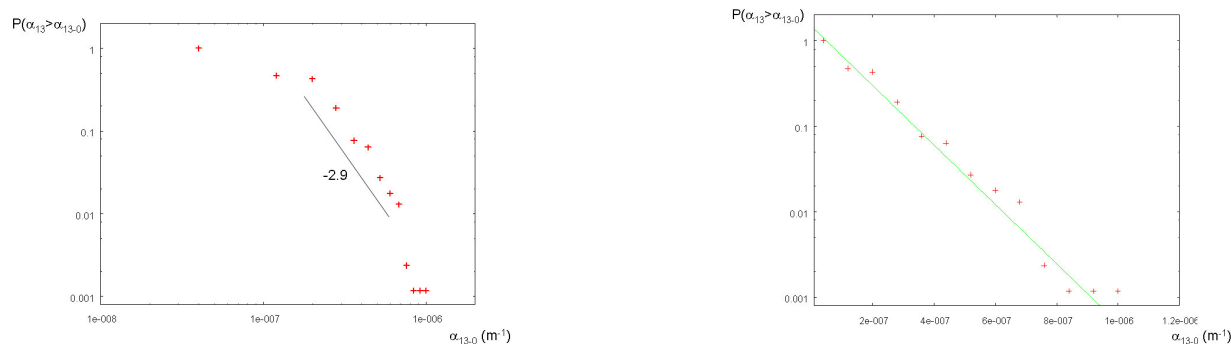


FIGURE IV.32 – Densité de probabilité cumulée des évènements de glissement dévié. Gauche : représentation en coordonnées logarithmiques. Droite : représentation en coordonnées semi-logarithmique ; la fonction $P(\alpha_{13} > \alpha_{13-0}) = 1.48 \exp(-8 \cdot 10^6 \alpha_{13-0})$ est également tracée.

IV.5 Conclusions

Des expériences de diffraction de rayons X durs ont été réalisées sur des échantillons déformés en torsion. Cette technique permet d'avoir accès à la répartition des densités de dislocations locales le long de l'échantillon, avec une précision moyenne pouvant aller jusqu'à quelques microns. Les profils de densités de dislocations obtenus mettent en évidence l'existence d'hétérogénéités de déformation. Ces hétérogénéités correspondent à une organisation invariante d'échelle des dislocations qui évolue avec la déformation. Les interactions entre dislocations conduisant à leur auto-organisation évoluent également, l'influence des interactions à longue distance étant progressivement atténuée par les interactions à courte distance qui se développent, qui conduisent à des corrélations d'une autre nature.

Le scénario proposé est en accord avec le mécanisme de multiplication par glissement dévié qui a été suggéré dans le chapitre précédent. En effet, ce mécanisme suppose au préalable que des plans de base contiennent des densités de dislocations suffisantes pour atteindre un niveau de contraintes internes dans les plans prismatiques qui permette l'initiation du glissement dévié. Même si le hasard intervient pour déterminer la position des toutes premières sources qui sont activées, c'est très rapidement ensuite le champ de contrainte interne qui va déterminer la position de ces plans de base initiaux. Ensuite, le glissement dévié se produit à partir de ces plans de base et permet la multiplication de dislocations basales dans de nouveaux plans, dont la position est déterminée par la contrainte interne et la contrainte appliquée. La structure de dislocations qui se développe ainsi est le fruit du transport des dislocations.

Notons que grâce à la très forte anisotropie de la glace et au choix de l'essai de torsion en fluage, nous sommes dans une situation idéale qui permet de décomposer simplement ces différentes contributions, dans le temps (grâce au fluage) et dans l'espace (propagation de la déformation le long de l'axe c).

Les simulations en DDD n'ont permis pour l'heure que l'étude partielle des caractéristiques des hétérogénéités obtenues, la configuration numérique que nous avons choisie ne permettant que l'étude du mécanisme de multiplication et non l'étude des interactions entre les plans de base initiaux. Les simulations offrent également la possibilité d'étudier l'intermittence de la plasticité qu'il serait possible d'avoir expérimentalement par d'autres méthodes comme l'émission acoustique et qui permettrait alors d'établir s'il existe des corrélations spatio-temporelles entre les différentes contributions à la déformation.

Enfin, l'organisation spatiale des dislocations semblant être très complexe et varier suivant les gammes d'échelles considérées, une analyse plus poussée mérite d'être réalisée. Ce type d'analyse a déjà permis dans d'autres circonstances ([Lebyodkin et Lebedkina \(2006\)](#); [Weiss *et al.* \(2007\)](#); [Taupin \(2007\)](#)) de révéler plus finement les corrélations existant à différentes

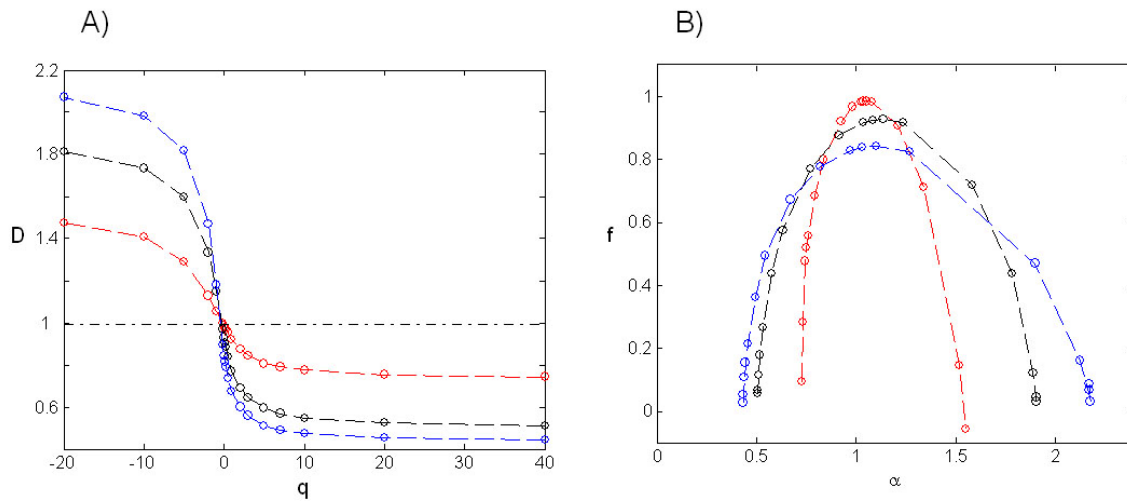











FIGURE IV.33 – Analyse multifractale du profil de densités de dislocations obtenues le long de l'échantillon le plus déformé (N°3). A) Spectre de dimensions généralisées. B) Spectre de singularité. Les courbes noires correspondent à l'ensemble des valeurs, les courbes bleues aux densités supérieures à $3 \cdot 10^{11} m^{-2}$ et les courbes rouges aux densités inférieures à $5 \cdot 10^{11} m^{-2}$. (Courtoisie de M. Lebyodkin).

échelles, suivant la “taille” des évènements considérés. Une étude préliminaire réalisée par M. Lebyodkin pour le profil des densités de dislocations le long de l'échantillon le plus déformé permet d'ores et déjà de montrer que ce signal est bien multifractal. De plus, il semblerait que les petits évènements suivent bien une loi d'échelle différente de celle des grands évènements. Lorsque l'on analyse l'ensemble des évènements, les spectres obtenus sont très proches de ceux obtenus uniquement en considérant les grands évènements, qui semblent donc imposer leur loi d'échelle. (IV.33).

Ce qu'il faut retenir du chapitre IV

-  La diffraction de rayons X durs permet de caractériser avec précision les distorsions du réseau.
-  La déformation est hétérogène.
-  Des corrélations spatiales existent dans la répartition des dislocations le long de l'échantillon.
-  L'organisation spatiale des dislocations est invariante d'échelle et même multifractale.
-  Corrélations et organisation des dislocations évoluent au cours de la déformation.
-  Les corrélations à longue distance sont progressivement écrantées.
-  Les interactions à courte distance entre dislocations jouent un rôle important dans l'évolution des hétérogénéités.
-  Les simulations DDD permettent de retrouver le caractère invariant d'échelle de la déformation.
-  Les simulations DDD permettent de retrouver le caractère intermittent de la déformation.

Chapitre V

Conclusions et perspectives

V.1 Conclusions

Au cours de ce travail, le comportement viscoplastique du monocristal de glace a été étudié grâce à des essais de torsion sur des échantillons dont l'axe c est colinéaire à l'axe de torsion. En effet, la glace se déforme de manière extrêmement anisotrope par glissement de dislocations dans les plans de base et l'essai de torsion, dans la configuration mentionnée, permet de solliciter les plans de base en cisaillement simple et de n'activer, par la contrainte appliquée, que les trois systèmes de glissement basaux.

Cependant, l'activation de ces seuls systèmes de glissement ne suffit pas à expliquer le fluage observé expérimentalement puisque dans cette configuration, les dislocations vis accommodant la déformation s'organisent en joints de torsion. L'activation d'autres systèmes de glissement est supposée intervenir par glissement dévié des dislocations vis basales dans les plans prismatiques, sous l'effet des contraintes internes créées dans ces plans par les empilements de dislocations vis dans les plans de base. Cette hypothèse a été testée grâce à un modèle de Dynamique des Dislocations Discrètes (DDD), développé pour le cas du matériau glace déformé en torsion. Un modèle physique de glissement dévié a été proposé et intégré dans le code. La mobilité des dislocations vis dans les plans prismatiques qui en découle a été adaptée en conséquence. Les dislocations vis basales suivent une loi de vitesse issue d'observations expérimentales. Le choix du plan de glissement ainsi que la vitesse des dislocations sont régis par un algorithme à temps de résidence qui permet d'effectuer le changement d'échelle depuis l'échelle atomique à l'échelle de la DDD dont le pas de temps et la résolution spatiale sont bien supérieurs.

Ce modèle a permis de reproduire un comportement de fluage et la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte a été étudiée. On trouve une loi de fluage du type $\dot{\gamma} \propto \tau^n$ avec un exposant $n=2.4$, en accord avec les résultats expérimentaux.

Un modèle continu fondé sur une théorie mécanique des champs de dislocations (FDM pour “Field Dislocation Mechanics”) a également été utilisé pour étudier la plasticité de la glace, non plus au niveau des mécanismes élémentaires mais à l’échelle macroscopique. Ce modèle est basé sur la distinction entre deux populations de dislocations, les dislocations géométriquement nécessaires qui accommodent la déformation et sont à l’origine d’un champ de contraintes internes, et les dislocations statistiquement réparties, distribuées aléatoirement dans le volume et qui ne créent pas d’incompatibilité de réseau. L’essentiel de ce modèle réside dans la prise en compte de l’évolution de la densité de dislocations géométriquement nécessaires, de leur transport et des contraintes internes qu’elles occasionnent. L’anisotropie de la glace et la géométrie de l’essai permettent de simplifier le modèle original (3D) en un modèle scalaire.

Plusieurs caractéristiques du comportement en fluage qui ont été mises en évidence expérimentalement ont pu être reproduites et interprétées par ce modèle. Torsion simple et bidirectionnelle, effets de taille ou réorganisation des dislocations au cours du vieillissement ont ainsi été étudiés. Dans tous les cas, le comportement observé peut s’expliquer par des équilibres où interviennent la multiplication de dislocations géométriquement nécessaires par le gradient de contrainte appliquée, leur transport et les contraintes internes qu’elles créent.

Les deux approches numériques ont montré que les contraintes internes jouent un rôle prépondérant dans la plasticité du monocristal de glace. Ces contraintes internes créées par les dislocations agissent à longue distance puisque leur décroissance est en $1/r$. Etant supposées être à l’origine de la multiplication des dislocations, on peut s’attendre à ce qu’elles conditionnent la position des nouvelles sources de dislocations dans l’échantillon. Des analyses des distorsions du réseau cristallin ont été réalisées par diffraction de rayons X durs sur des échantillons déformés à différents niveaux. La valeur de l’intensité diffractée permet d’établir un profil des densités locales de dislocations géométriquement nécessaires le long de l’échantillon. Cette répartition se révèle être corrélée à longue distance et invariante d’échelle. Lorsque la déformation augmente, les corrélations diminuent mais les fluctuations des valeurs des densités de dislocations autour de la moyenne augmentent. Au fur et à mesure que la plasticité se développe au sein du matériau, les dislocations s’organisent en une structure complexe et invariante d’échelle, la distribution des densités de dislocations le long de l’échantillon s’avère être en fait multifractale. Les simulations DDD révèlent également une organisation invariante d’échelle des dislocations et des corrélations à longue distance, plutôt de faible amplitude qui semblent indiquer que la structure obtenue en fin de simulation correspondrait à la microstructure présente au sein du matériau pour de grandes déformations. Ces résultats viennent compléter les études précédemment réalisées en topographie X en rayonnement synchrotron ou par émission acoustique pour lesquelles il avait pu être mis

en évidence l'existence de corrélations à longue distance dans la distribution spatiale des densités de dislocations résultant en une organisation invariante d'échelle. L'intermittence du signal est également mise en évidence grâce aux simulations DDD mais les corrélations sont très faibles. Son analyse à partir du signal expérimental tel que mesuré nécessiterait l'utilisation de méthodes plus complexes du type analyse multifractale.

V.2 Perspectives

Les mécanismes et analyses proposés dans cette étude ouvrent de nouvelles perspectives concernant la compréhension de la plasticité du matériau glace mais permettent également d'étendre ces réflexions à d'autres matériaux, notamment ceux présentant une forte anisotropie plastique.

Dans la continuité directe de ce travail, plusieurs pistes mériteraient d'être explorées. Expérimentalement, une étude précise de la nature dissociée ou non des dislocations basales serait opportune afin de confirmer les données existant à ce sujet et notamment les largeurs de dissociations. Des observations directes en MET seraient l'idéal.

Une étude numérique de la montée serait également nécessaire, y compris dans le cas de la torsion, afin de déterminer plus précisément si ce mécanisme de multiplication peut intervenir. Cela pourrait être réalisé grâce au modèle récemment développé par [Mordehai *et al.* \(2008\)](#).

La caractérisation in-situ d'échantillons déformés en torsion fait également partie des perspectives réalisables à court terme. En effet, nous avons eu l'occasion d'effectuer des essais préliminaires grâce à un dispositif de torsion spécialement développé au LGGE pour l'analyse in situ des distorsions du réseau, utilisable aussi bien sur l'installation de diffraction de rayons X durs qu'en topographie X à l'ESRF (figure [V.1](#)).

Il permet de déformer des échantillons jusqu'à environ 30 millimètres de diamètre. Les premiers résultats sont cependant difficilement exploitables à cause du fort gradient de température existant d'un bout à l'autre de l'échantillon, le cylindre de glace n'étant refroidi qu'à l'une de ces extrémités. Il conviendra donc de pallier cet inconvénient avant de pouvoir utiliser ce dispositif qui doit permettre de suivre l'évolution de la déformation et de ses localisations au cours du fluage. Il serait également indispensable d'équiper cette machine d'essai d'un capteur de déplacement afin de pouvoir obtenir la courbe de fluage correspondante.

Par ailleurs, on peut se demander dans quelle mesure ce travail est généralisable à d'autres sollicitations. Nous avons vu que la multiplication par glissement dévié nécessitait de fortes

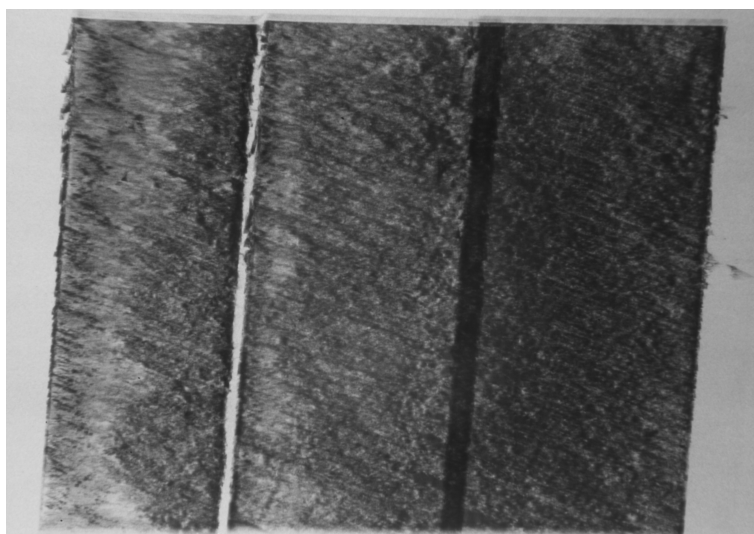


FIGURE V.1 – Topogramme des plans prismatiques d'un monocristal de glace déformé en torsion (3 fentes verticales)

contraintes internes qu'il est possible d'obtenir du fait des gradients de contraintes imposés par l'essai de torsion. Dans le cas d'une sollicitation telle que la compression, de tels gradients n'existent pas, en dehors d'effets induits par l'application de conditions aux limites. Il semble que le comportement en compression est similaire à celui observé en torsion, néanmoins, il serait intéressant de réaliser des essais en compression, à grande déformation, afin de comparer les résultats obtenus à ceux présentés ici. Si seuls les systèmes basaux sont activés, on peut s'attendre à l'existence d'un réel état stationnaire en fluage. Si de plus la nucléation des dislocations ne se fait qu'à partir de sources en surface, on peut s'attendre à des effets de taille, le rapport surface/volume augmentant quand le diamètre diminue. Ces effets de taille, bien que donnant la même tendance que ceux mis en évidence dans ce travail, ne seront pour autant pas dus aux mêmes causes.

Dans le cadre d'une approche micro-macro de la modélisation de l'écoulement des calottes polaires, ce travail devrait contribuer au passage de la modélisation à l'échelle du polycristal, notamment en ce qui concerne les systèmes de glissement activés et l'importance des contraintes internes qui ne peuvent être négligées dans le cas du polycristal, étant donnée la présence de joints de grains et l'existence de conditions aux limites complexes appliquées à chaque grain. L'étude des mécanismes élémentaires est essentielle pour déterminer l'activité relative des différents systèmes de glissement, cette information pouvant être ensuite intégrée dans des modèles polycristallins (voir par exemple les travaux de [Castelnaud *et al.* \(2008\)](#)). Le modèle FDM est également en mesure de contribuer à ce domaine dans la mesure où cette approche permet de rendre compte de la formation de structures spatio-temporelles de dislocations dans un domaine de tailles réelles et pour des échelles de temps réels. Les modèles

2D et 3D pourraient être avantageusement utilisés pour décrire l'évolution spatio-temporelle des dislocations en excès et donc des gradients de déformation dans les polycristaux, ces gradients étant essentiels pour décrire les processus de recristallisation dans les glaciers et calottes polaires.

Nous avons également soulevé des questions qui concernent des matériaux plastiquement anisotropes ayant de fortes applications industrielles comme le magnésium. En effet, comme la glace, ce matériau se déforme essentiellement par glissement des dislocations basales. Des études sur la compression de micropiliers déformés en compression, sont actuellement menées, notamment dans le cadre de la thèse de Gyu Seok Kim (collaboration E. Lilleoden) et font appel à des réflexions similaires à celles menées dans le cadre des travaux précédemment présentés. La figure V.2 illustre cette étude : un micropilier de magnésium monocristallin ($\varnothing=6\mu\text{m}$), orienté de telle façon que l'axe c corresponde à la génératrice du cylindre est sollicité en compression. On constate que la déformation plastique est extrêmement difficile. Il arrive que la contrainte atteigne une valeur suffisante pour activer brutalement les systèmes basaux, l'axe c étant inévitablement légèrement désorienté par rapport à l'axe de compression.

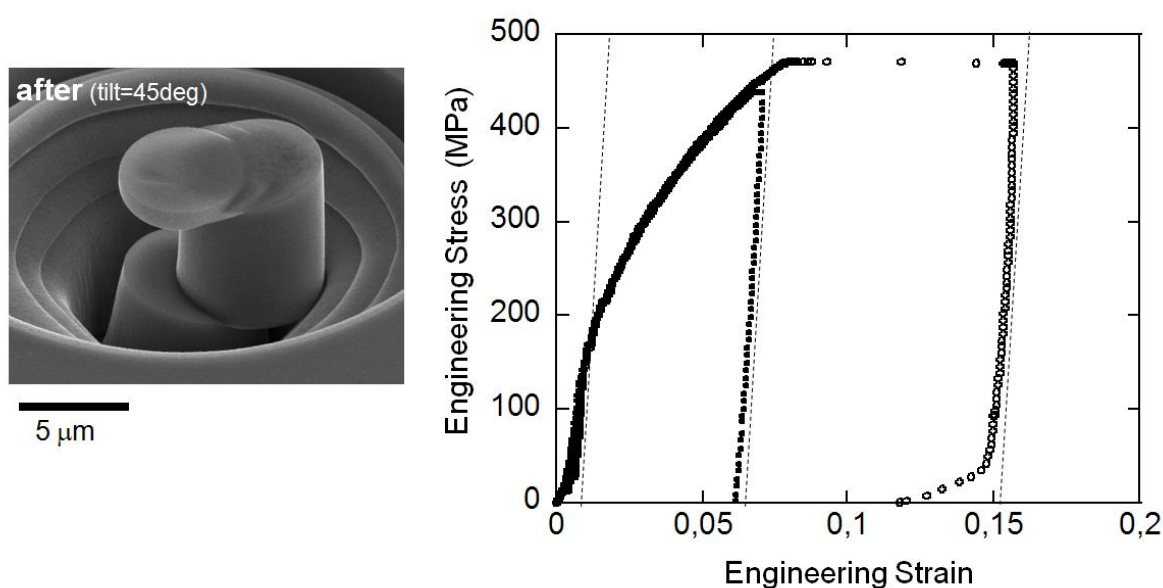


FIGURE V.2 – Compression d'un micropilier de Mg monocristallin ($\varnothing=6\mu\text{m}$). L'axe c est colinéaire à la direction de compression. Gauche : échantillon après déformation ; Droite : courbe contrainte-déformation pour 2 échantillons (les cercles correspondent à l'échantillon présenté à gauche). (E. Lilleoden 2008).

Enfin, des interactions voire un couplage entre les modèles DDD et FDM sont envisageables. Cela permettrait de modéliser à l'échelle macroscopique le comportement du monocristal de glace, tout en s'affranchissant des équations phénoménologiques actuellement

nécessaires au modèle continu.

En effet, il est possible de déterminer les composantes du tenseur de Nye pour l'ensemble des dislocations contenues dans une boîte de simulation DDD. Chaque segment apporte une contribution à la composante $\alpha_{ij} = \sum_{n=1}^{N_{segm}} d\alpha_{ij}$:

$$d\alpha_{ij} = b_i t_j \frac{\|\mathbf{b}\| L}{V} \quad (\text{V.1})$$

où \mathbf{b} et \mathbf{t} sont respectivement les vecteur de Burgers et vecteur de ligne unitaires du segment considéré, L sa longueur de ligne et V le volume considéré.

Ainsi, dans le cas de la torsion de monocristaux de glace, les dislocations vis, basales comme prismatiques contribueront à la composante α_{11} , les coin basales à la composante α_{12} et les coin prismatiques à la composante α_{13} .

Il est également possible de calculer à partir de chaque segment la vitesse de distorsion plastique $\dot{\mathbf{U}}_p = \langle \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{v} \rangle$.

On constate que les dislocations basales déterminent la composante $\dot{U}_{p1,3}$ et les dislocations prismatiques, la composante $\dot{U}_{p1,2}$.

En considérant également le tenseur de la vitesse moyenne de l'ensemble des segments $\langle \mathbf{v} \rangle$, on est en mesure de déterminer la contribution des dislocations statistiquement réparties :

$$\mathbf{L}_p = \langle \boldsymbol{\alpha} \wedge \mathbf{v} \rangle - \langle \boldsymbol{\alpha} \rangle \wedge \langle \mathbf{v} \rangle \quad (\text{V.2})$$

On pourrait donc envisager un couplage entre les deux modèles où la DDD fournirait les grandeurs $\langle \boldsymbol{\alpha} \rangle$ et $\langle \mathbf{v} \rangle$ à la FDM qui permettrait de déterminer l'évolution de $\langle \boldsymbol{\alpha} \rangle$ et réinjecter cela dans le modèle DDD. Cependant, ce dernier passage est loin d'être immédiat étant donné que la FDM ne permet pas de savoir comment redistribuer les dislocations dans le volume considéré en DDD, cela ne pouvant se faire de manière aléatoire ou homogène, comme nous l'avons déjà mentionné.

Bibliographie

- ACHARYA, A. (2001). A model of crystal plasticity based on the theory of continuously distributed dislocations. *J. Mech. Phys. Sol.*, 49(4):761–784.
- AHMAD, S., OHTOMO, M. et WHITWORTH, R. (1986). Observation of a dislocation source in ice by synchrotron radiation topography. *Nature*, 319:659–660.
- AHMAD, S., OHTOMO, M. et WHITWORTH, R. (1987). The study of dislocation glide in ice by synchrotron radiation x-ray topography. *J. de Physique Colloques*, 48:C1–175–C1–180.
- AHMAD, S., SHEARWOOD, C. et WHITWORTH, R. (1992). Dislocation multiplication mechanisms in ice. In *Physics and Chemistry of ice*, pages 492–496.
- AHMAD, S. et WHITWORTH, R. (1988). Dislocation motion in ice : a study by synchrotron x-ray topography. *Phil. Mag.A.*, 57(5):749–766.
- ALEXANDER, H. et HAASEN, P. (1968). Dislocations and plastic flow in the diamond structure. *Solid state physics*, 22:27–148.
- AMODEO, R. J. et GHONIEM, N. M. (1990a). Dislocation dynamics. i. a proposed methodology for deformation micromechanics. *PRB*, 41(10):6958–6966.
- AMODEO, R. J. et GHONIEM, N. M. (1990b). Dislocation dynamics. ii. applications to the formation of persistent slip bands, planar arrays, and dislocation cells. *PRB*, 41(10):6968–6976.
- ASHBY, M. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil. Mag.*, 13:399–424.
- BAK, P., TANG, C. et WIESENFELD, K. (1988). Self-organized criticality. *Phys. Rev. A*, 38:364–374.
- BASTIE, P. et HAMELIN, B. (1996). La méthode de laue refocalisée à haute énergie : une technique d'étude en volume de monocristaux. *J. Phys. IV, colloque C4*, 6:13–21.
- BERNAL, J. et FOWLER, R. (1933). A theory of water and ionic solution, with particular reference to hydrogen and hydroxyl ions. *J. Chem. Phys.*, 1:515–548.
- BJERRUM, N. (1951). Structure and properties of ice. *Kongelige Danske Videnskabernes Selskab Matematisk-fysiske Meddelelser*, 27:1–56.
- BONNEVILLE, J. (1985). *Etude des paramètres d'activation du glissement dévié dans le cuivre*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.

- BONNEVILLE, J. et ESCAIG, B. (1979). Cross-slipping process and the stress-orientation dependence in pure copper. *Acta Metall.*, 27:1477–1486.
- BONNEVILLE, J., ESCAIG, B. et MARTIN, J. (1988). A study of cross-slip activation parameters in pure copper. *Acta Metall.*, 36(8):1989–2002.
- CAILLARD, D. et MARTIN, J. (2003). *Thermally activated mechanisms in crystal plasticity*, volume 8 de *Pergamon Materials*. R.W. Cahn.
- CAPOLO, L. (2007). *Contribution à l'étude des hétérogénéités de déformation viscoplastique de la glace I_h mono et multicristalline : essais de compression in-situ sous rayonnement X*. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier, Grenoble.
- CASTELNAU, O., DUVAL, P., MONTAGNAT, M. et BRENNER, R. (2008). Elasto-viscoplastic micromechanical modelling of the transient creep of ice. *J. Geophys. Res.* - sous presse.
- CHAUSSIDON, J. (2004). Modélisation par dynamique des dislocations de la torsion de monocristaux de glace. ENSEEG, Institut National polytechnique de Grenoble. Rapport de stage.
- CHAUSSIDON, J. (2007). *Etude multiéchelle de la plasticité du fer- α à basse température ; application au clivage*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- CHIHAB, K., ESTRIN, Y., KUBIN, L. P. et VERGNOL, J. (1987). The kinetics of the portevin-le chatelier bands in al-5at%mg alloy. *Scripta Met.*, 21(2):203–208.
- DIMIDUK, D., UCHIC, M. et T.A., P. (2005). Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals. *Acta Mat.*, 53:4065–4077.
- DIMIDUK, D., WOODWARD, C., LESAR, R. et UCHIC, M. (2006). Scale-free intermittent flow in crystal plasticity. *Science*, 312:1188–1190.
- DÉPRÉS, C. (2004). *Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- DUVAL, P., ASHBY, M. et ANDERMAN, I. (1983). Rate-controlling processes in the creep of polycrystalline ice. *J. Phys. Chem.*, 87:4066–4074.
- ESCAIG, B. (1968). Sur le glissement dévié des dislocations dans la structure cubique à faces centrées. *J. Phys. France*, 29:225–239.
- FALLS, A., WELLINGHOFF, S., TALMON, Y. et THOMAS, E. (1983). A transmission electron microscopy study of hexagonal ice. *J. Materials science*, 18:2752–2764.
- FEDER, J. (1988). *Fractals*. Plenum press.
- FIVEL, M. (1997). *Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique de monocristaux de structure CFC*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble.

- FLECK, N., MULLER, G., ASHBY, M. et HUTCHINSON, J. (1994). Strain gradient plasticity : theory and experiments. *Acta Metall. Mater.*, 42(2):475–487.
- for METALS, A. S., éditeur (1974). *Fractography and atlas of fractographs*, volume 9, page 81. ASM, 8th édition.
- FOURNET, R. et SALAZAR, J. M. (1996). Formation of dislocation patterns : computer simulations. *Phys. Rev. B*, 53(10):6283–6290.
- FRESSENGEAS, C. (2007). Micro-mécanique de l'élasto-viscoplasticité. Cours de Master Recherche Mécanique Matériaux Structures Procédés, Université Paul Verlaine-Metz.
- FRESSENGEAS, C., BEAUDOIN, A., ENTREMEYER, D., LEBEDKINA, T., LEBYODKIN, M. et TAUPIN, V. (2008). Dislocation transport and intermittency in the plasticity of crystalline solids. soumis à *Phys. Rev. B*.
- FRIEDEL, J. (1957). *Dislocations and mechanical properties of crystals*. Wiley, New York.
- FRIEDEL, J. (1964). *Dislocations*. Pergamon Press.
- FUKUDA, A. et HIGASHI, A. (1973). Dynamical behavior of dislocations in ice crystals. *Crystal Lattice Defects*, 4:203–210.
- GEORGE, A., ESCARAVAGE, C., SCHRÖTER, W. et CHAMPIER, G. (1973). X-ray topographic observation of single dislocation mobility in si. *Crystal Lattice Defects*, 4:29.
- GIL SEVILLANO, J., BOUCHAUD, E. et KUBIN, L. (1991). The fractal nature of gliding dislocation lines. *Scripta Met. Mat.*, 25(2):355–360.
- GRÄNICHER, H. (1958). Gitterfehlordnung und physikalische eigenschaften hexagonaler und kubischer eiskristalle. *Zeitschrift für Kristallographie*, 110:432–471.
- HAMELIN, B. et BASTIE, P. (1998). Méthode de laue refocalisée à haute énergie : développements récents. *J. Phys. IV*, 8(5):3–8.
- HAYES, C. et WEBB, W. (1965). Dislocations in ice. *Science*, 147(3653):44–45.
- HAZZLEDINE, P., KARNTHALER, H. P. et WINTNER, E. (1975). Non-parallel dissociation of dislocations in thin foils. *Phil. Mag.*, 32(1):81–97.
- HIGASHI, A., KOINUMA, S. et MAE, S. (1964). Plastic yielding in ice single crystals. *Japanese J. Appl. Phys.*, 3(10):610–616.
- HIGASHI, A., KOINUMA, S. et MAE, S. (1965). Bending creep of ice single crystals. *Japanese J. Appl. Phys.*, 4(8):575–582.
- HIGASHI, A., OGURO, M. et FUKUDA, A. (1968). Growth of ice crystals from the melt, with special reference to dislocation structure. *J. crystal growth*, 3/4:728–732.
- HIRTH, J. et LOTHE, J. (1982). *Theory of dislocations*. John Wiley & Sons, 2 édition.
- HONDOH, T. (2000). *Physics of Ice Core Records*. Hokkaido University Press.

- HONDOH, T., HOSHI, R., GOTO, A. et YAMAGAMI, H. (1991). A new method using synchrotron-radiation topography for determining point-defect diffusivity under hydrostatic pressure. *Phil. Mag. Lett.*, 63(1):1–5.
- HONDOH, T., ITOH, T., AMAKAI, S., GOTO, K. et HIGASHI, A. (1983). Formation and annihilation of stacking faults in pure ice. *J. Phys. Chem.*, 87:4040–4044.
- HONDOH, T., IWAMATSU, H. et MAE, S. (1990). Dislocation mobility for non-basal glide in ice measured by in situ x-ray topography. *Phil. Mag. A.*, 62(1):89–102.
- JONES, S. et GLEN, J. (1969). The mechanical properties of single crystals of pure ice. *J. Glaciology*, 8:463–473.
- KORNER, A., SVOBODA, P. et KIRCHNER, H. O. K. (1977). Finite dislocation elements in finite media. i. basic theory. *Phys. Stat. Sol. B*, 80(2):441–450.
- KOSLOWSKI, M., LESAR, R. et THOMSON, R. (2004). Avalanches and scaling in plastic deformation. *Phys. Rev. Lett.*, 93(12):125502.
- KUBIN, L. et CANOVA, G. (1992). The modelling of dislocation patterns. *Scripta Met. Mat.*, 27(8):957–962.
- KUBIN, L., CANOVA, G., CONDAT, M., PONTIKIS, V. et BRÉCHET, Y. (1992). Dislocation microstructures and plastic flow : a 3d simulation. *Sol. St. Phen.*, 23-24:455–472.
- KUBIN, L. P., FRESSENGEAS, C. et ANANTHAKRISHNA, G. (2002). Collective behaviour of dislocations in plasticity. In NABARRO, F. et DUESBERY”, M. S., éditeurs : *Dislocations in Solids*, volume 11, chapitre 57, pages 101–192. North Holland Publishing Company.
- LEBYODKIN, M. et LEBEDKINA, T. (2006). Multifractal analysis of evolving noise associated with unstable plastic flow. *Phys. Rev. E*, 73(036114).
- LI, J. (1964). Stress field of a dislocation segment. *Phil. Mag.*, 10:1097–1098.
- LIU, F., BAKER, I. et DUDLEY, M. (1995). Dislocation-grain boundary interactions in ice crystals. *Phil. Mag. A*, 71(1):15–42.
- LLIBOUTRY, L. (1964). *Traité de Glaciologie. Glace-neige-hydrologie nivale*, volume 1. Paris.
- LOUCHET, F. (2004a). Dislocations and plasticity in ice. *C.R. Physique*, 5:687–698.
- LOUCHET, F. (2004b). A model for steady state plasticity of ice single crystals. *Phil. Mag. Letters*, 84(12):797–802.
- LÉPINOUX, J. et KUBIN, L. P. (1987). The dynamic organization of dislocation structures : a simulation. *Scripta Met.*, 21:833–838.
- MANDELBROT, B. B. (1995). *Les objets fractals : forme, hasard et dimension*. Flammarion, 4th édition.
- MCCONNEL, J. et KIDD, D. (1888). On the plasticity of glacier and other ice. *Proceedings of the Royal Society of London*, 44:331–367.

- MIGUEL, M., VESPIGNANI, A., ZAPPERI, S., WEISS, J. et GRASSO, J.-R. (2001a). Complex dislocation dynamics in ice :model. *Mat. Sc. Eng. A*, 309:324–327.
- MIGUEL, M., VESPIGNANI, A., ZAPPERI, S., WEISS, J. et GRASSO, J.-R. (2001b). Intermittent dislocation flow in viscoplastic deformation. *Nature*, 410:667–671.
- MÖLLER, H. J., EWALD, H. et HAASEN, P. (1979). Cross slip of single dissociated screw dislocations in silicon and germanium. *Phys. Stat. Sol. A*, 55(2):469–478.
- MONTAGNAT, M., WEISS, J., CHEVY, J., DUVAL, P., BRUNJAIL, H., BASTIE, P. et GIL SEVILLANO, J. (2006). The heterogeneous nature of slip in ice single crystals deformed under torsion. *Phil. Mag.*, 86(27):4259–4270.
- MORDEHAI, D., CLOUET, E., FIVEL, M. et VERDIER, M. (2008). Introducing dislocation climb by bulk diffusion in discrete dislocation dynamics. *Phil. Mag.*, 88(6):899–925.
- MUGURUMA, J. (1969). Effects of surface conditions on the mechanical properties of ice crystals. *J. Phys. D*, 2:1517–1525.
- NAKAYA, U. (1958). Mechanical properties of single crystals of ice. part i. geometry of deformation. Rapport technique 28, US Army Snow Ice and Permafrost Research Establishment Research.
- NEUHÄUSER, H. (1983). Slip-line formation and collective dislocation motion. In NABARRO, F., éditeur : *Dislocations in Solids*, volume 6, chapitre 31, pages 319–440. North Holland Publishing Company.
- NEUHÄUSER, H., KOROPP, J. et HEEGE, R. (1975). Electron microscopic studies in the yield region of 70/30- α -brass single crystals. i-the mode of slip. *Acta Met.*, 23:441–453.
- NYE, J. (1953). Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metall.*, 1:153–162.
- OGURO, M. et HIGASHI, A. (1971). Concentric dislocation loops with [0001] burgers vector in ice single crystals doped with nh_3 . *Phil. Mag.*, 24:713–718.
- OGURO, M. et HIGASHI, A. (1981). The formation mechanism of concentric dislocation loops in ice single crystals grown from the melt. *Journal of Crystal Growth*, 51:71–80.
- OHTOMO, M., AHMAD, S. et WHITWORTH, R. (1987). A technique for the growth of high quality single crystals of ice. *J. de Physique Colloques*, 48:C1–595–C1–598.
- OKADA, Y., HONDOH, T. et MAE, S. (1999). Basal glide of dislocations in ice observed by synchrotron radiation topography. *Phil. Mag.A.*, 79(11):2853–2868.
- PATEL, J. et CHAUDHURI, A. (1963). Macroscopic plastic properties of dislocation-free germanium and other semiconductor crystals. i. yield behaviour. *J. Appl. Phys.*, 34:2788–2799.
- PAULING, L. (1935). The structure and entropy of ice and other crystals with some randomness of atomic arrangement. *Journal of the American Chemical Society*, 57:2680–2684.

- PEISSKER, E., HAASEN, P. et ALEXANDER, H. (1962). Anisotropic plastic deformation of indium antimonide. *Phil. Mag.*, 7(80):1279–1303.
- PETRENKO, V. F. et WHITWORTH, R. W. (1999). *Physics of ice*. Oxford University press.
- REPPICH, B., HAASEN, P. et ILSCHNER, B. (1964). Creep of silicon single crystals. *Acta Metall.*, 12:1283–1288.
- REUSCH, E. (1864). Beiträge zur lehre vom eis. *Annalen der Physik und Chemie*, 121:573–578.
- RICHETON, T. (2006). *Dynamique et complexité de la déformation plastique :étude par émission acoustique*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- RICHETON, T., DOBRON, P., CHMELIK, F., WEISS, J. et LOUCHET, F. (2006). On the critical character of plasticity in metallic single crystals. *Mat. Sc. Eng. A*, 424:190–195.
- RICHETON, T., WEISS, J. et LOUCHET, F. (2005a). Breakdown of avalanche critical behaviour in polycrystalline plasticity. *Nature Mat.*, 4:465–469.
- RICHETON, T., WEISS, J. et LOUCHET, F. (2005b). Dislocation avalanches : role of temperature, grain size and strain hardening. *Acta Mat.*, 53:4463–4471.
- ROUSSY, R. (2004). Modélisation de la déformation d’un monocristal de glace. ENSEEG, Institut National Polytechnique de Grenoble. Rapport de stage.
- SCHNEIDER, J. R. (1974a). A γ -ray diffractometer : a tool for investigating mosaic structure. *J. Appl. Cryst.*, 7:547–554.
- SCHNEIDER, J. R. (1974b). Interpretation of rocking curves measured by γ -ray diffractometry. *J. Appl. Cryst.*, 7:541–546.
- SCHOECK, G. et SEEGER, A. (1955). Report of the bristol conference on defects in crystalline solids. Rapport technique, Phys. Soc. London.
- SCHWERDTFEGER, J., NADGORNÝ, E., MADANI-GRASSET, F., KOUSTOS, V., BLACKFORD, J. R. et ZAISER, M. (2007). Scale-free statistics of plasticity-induced surface steps on kcl single crystals. *J. Stat. Mech.*, (L04001).
- SHEARWOOD, C. et WHITWORTH, R. (1983). X-ray topographic observations of edge dislocation glide on non-basal planes in ice. *J. Glaciology*, 35(120):281–283.
- SHEARWOOD, C. et WHITWORTH, R. (1991). The velocity of dislocations in ice. *Phil. Mag.A.*, 64(2):289–302.
- SHEARWOOD, C. et WHITWORTH, R. (1993). Novel processes of dislocation multiplication observed in ice. *Acta met. mater.*, 41(1):205–210.
- SHIN, C. (2004). *3D discrete dislocation dynamics applied to dislocation-precipitate interactions*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- SINHA, N. (1978). Short-term rheology of polycrystalline ice. *J. Glaciology*, 21:457–473.

- TAUPIN, V. (2007). *Incompatibilité de réseau et organisation collective des dislocations*. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine - Metz.
- TAUPIN, V., RICHTON, T., CHEVY, J., FRESSENGEAS, C., WEISS, J., LOUCHET, F. et MIGUEL, M. (2008). Rearrangement of dislocation structures in the aging of ice single crystals. *Acta Mater.*, 56(7):1555–1563.
- TAUPIN, V., VARADHAN, S., CHEVY, J., FRESSENGEAS, C., BEAUDOIN, A., MONTAGNAT, M. et DUVAL, P. (2007). Effects of size on the dynamics of dislocations in ice single crystals. *Phys. Rev. Lett.*, 99(155507):817–826.
- THOMSON, R. et BALLUFFI, R. (1962a). Kinetic theory of dislocation climb. i. general model for edge and screw dislocations. *J. Appl. Phys.*, 33(3):803–816.
- THOMSON, R. et BALLUFFI, R. (1962b). Kinetic theory of dislocation climb. ii. steady state edge dislocation climb. *J. Appl. Phys.*, 33(3):817–826.
- TYSON, W. (1971). Elastic strain energy of dislocations in ice. *Can. J. Phys.*, 49:2181–2186.
- UNWIN, P. et MUGURUMA, J. (1971). Transmission electron microscopy of ice. *J. Appl. Phys.*, 42(9):3640–3641.
- VERDIER, M., FIVEL, M. et GROMA, I. (1998). Mesoscopic scale simulation of dislocation dynamics in fcc metals : Principles and applications. *Modelling Simul. Mat. Sci. Eng.*, 6(6):755–770.
- WEI, Y. et DEMPSEY, J. (1994). The motion of non-basal dislocations in ice crystals. *Phil. Mag. A*, 69(1):1–10.
- WEISS, J. et GRASSO, J.-R. (1997). Acoustic emission in single crystals of ice. *J. Phys. Chem. B*, 101:6113–6117.
- WEISS, J., GRASSO, J.-R., MIGUEL, M.-C., VESPIGNANI, A. et ZAPPERI, S. (2001). Complex dislocation dynamics in ice :experiments. *Mat. Sc. Eng. A*, 309:360–364.
- WEISS, J., LAHAIE, F. et GRASSO, J.-R. (2000). Statistical analysis of dislocation dynamics during viscoplastic deformation from acoustic emission. *J. Geophys. Res.*, 105(B1):433–442.
- WEISS, J. et MARSAN, D. (2003). Three-dimensional mapping of dislocation avalanches : clustering and space/time coupling. *Science*, 299:89–92.
- WEISS, J. et MIGUEL, M.-C. (2004). Dislocation avalanche correlations. *Mat. Sc. Eng. A*, 387:292–296.
- WEISS, J., RICHTON, T., LOUCHET, F., CHMELIK, F., DOBRON, P., ENTREMEYER, D., LEBYODKIN, M., LEBYODKINA, T., FRESSENGEAS, C. et McDONALD, R. (2007). Evidence for universal intermittent crystal plasticity from acoustic emission and high-resolution extensometry experiments. *Phys. Rev. B*, 76(224110):1–8.

- WESSEL, K. et ALEXANDER, H. (1977). On the mobility of partial dislocations in silicon. *Phil. Mag.*, 35(6):1523–1536.
- WOLF, H. (1960). *Zeit. Nat.*, 15 A:180.
- ZAISER, M. (2006). Scale invariance in plastic flow of crystalline solids. *Advances in physics*, 55(1):185–245.
- ZAISER, M. et AIFANTIS, E. C. (2006). Randomness and slip avalanches in gradient plasticity. *Int. J. Plasticity*, 22:1432–1455.
- ZAISER, M., MADANI-GRASSET, F., KOUSTOS, V. et AIFANTIS, E. C. (2004). Self-affine surface morphology of plastically deformed metals. *Phys. Rev. Lett.*, 93(19):195507 1–4.
- ZAISER, M., MARRAS, S., NADGORNÝ, E., STRUNK, H. et AIFANTIS, E. C. (2001). Fractal dislocation patterning in plastically deformed nacl polycrystals. *Phys. Stat. Sol. A*, 185(2): 4–5.
- ZAISER, M. et MORETTI, P. (2005). Fluctuation phenomena in crystal plasticity - a continuum model. *J. Stat. Mech.*, P08004.

Résumé

Le cristal de glace, de structure cristallographique hexagonale, possède une très forte anisotropie viscoplastique et se déforme essentiellement par glissement de dislocations dans les plans de base. Des essais de torsion en fluage sont réalisés sur des monocristaux dont l'axe-c est colinéaire à l'axe de torsion afin que seuls les systèmes basaux ne soient activés par la contrainte appliquée. L'activation d'autres systèmes de glissement se révèle être indispensable pour expliquer le fluage observé expérimentalement. Une hypothèse de multiplication des dislocations basales par double glissement dévié via les plans prismatiques et déclenché par les contraintes internes est testée grâce à des simulations en dynamique des dislocations discrètes (DDD). Un modèle continu de dynamique des dislocations est également utilisé pour expliquer certaines particularités de la plasticité de la glace. Enfin, la caractérisation des distorsions du réseau cristallin par diffraction de rayons X durs a permis la mise en évidence et l'analyse des hétérogénéités de déformation et la comparaison avec ce qu'il est possible d'obtenir à partir des simulations DDD.

Abstract

Ice has an hexagonal crystallographic structure and exhibits a strongly anisotropic viscoplastic behaviour as it deforms almost exclusively by glide of basal dislocations. Creep torsion tests are carried out on single crystals with the crystallographic c-axis colinear to the torsion axis so that only basal systems are activated by the applied stress. Other glide systems need to be activated to explain the creep that is experimentally observed. We propose a double cross-slip multiplication mechanism of basal dislocations via prismatic planes that would be triggered by internal stresses. This scenario is tested using Discrete Dislocations Dynamics (DDD) simulations. A continuous dislocation dynamics model is also used to explain some particularities of ice plasticity. Finally, crystallographic lattice distortions are characterized by means of hard X-ray diffraction. That enables us to evidence and analyse strain heterogeneities and to compare the results to what can be obtained through DDD simulations.